



(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)



1-0033791

(51)⁷ C11D 1/62; C11D 3/22; C11D 3/37;
C11D 3/00

(13) B

(21) 1-2018-02590

(22) 29/11/2016

(86) PCT/EP2016/079115 29/11/2016

(87) WO2017/102307 A1 22/06/2017

(30) 15200189.7 15/12/2015 EP

(45) 25/10/2022 415

(43) 25/09/2018 366A

(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

Port Sunlight, Wirral, Merseyside, CH62 4ZD, United Kingdom

(72) CLOWES Elizabeth Ann (GB); HUNTER Robert Allan (GB); JONES Karl Gareth Kean (GB); MJORNSTEDT Sebastian Emanuel Aputsiaq (SE); PERRY Janette (GB).

(74) Công ty TNHH Trần Hữu Nam và Đồng sự (TRAN H.N & ASS.)

(54) CHẾ PHẨM DƯỠNG VẢI VÀ PHƯƠNG PHÁP CẢI THIỆN ĐỘ ỔN ĐỊNH CỦA CHẾ PHẨM DƯỠNG VẢI

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng vải chứa: hoạt chất làm mềm vải với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20% trọng lượng, là hợp chất amoni bậc bốn, polysacarit cation, polysacarit không ion, copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol và nước. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp cải thiện độ ổn định của chế phẩm dưỡng vải.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng vải có tính ổn định ưu việt, chứa hoạt chất làm mềm vải, polysacarit cation, polysacarit không ion và copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất dưỡng vải để làm sản phẩm thương mại cần có "thời hạn sử dụng" dài. Có thể có một khoảng thời gian dài giữa ngày sản xuất của sản phẩm và ngày người tiêu dùng sử dụng sản phẩm. Qua khoảng thời gian đó, chất dưỡng vải sẽ trở nên không ổn định và làm cho sản phẩm không dùng được. Đã có nhiều nỗ lực được thực hiện để cải thiện độ ổn định của sản phẩm dưỡng vải.

WO 2015/107155 bộc lộ chế phẩm dưỡng vải chứa ít nhất một hợp chất dưỡng vải, tốt hơn là hợp chất dưỡng vải cation có thể phân hủy sinh học và polysacarit cation. Chế phẩm này có độ ổn định xuất sắc và thời hạn lưu trữ lâu dài cũng như hiệu suất làm mềm vải ưu việt.

Tuy nhiên, vẫn cần phải kéo dài thêm thời hạn sử dụng của chất dưỡng vải trước khi nó trở nên không ổn định.

Các tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện ra rằng bằng việc đưa polysacarit không ion và co-polyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol vào chế phẩm dưỡng vải chứa hoạt chất làm mềm vải polysacarit và polysacarit cation, đã cải thiện được độ ổn định.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm dưỡng vải chứa:

a. hoạt chất làm mềm vải với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20% trọng lượng, mà là hợp chất amoni bậc bốn;

- b. polysacarit cation;
- c. polysacarit không ion;
- d. copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol; và
- e. nước.

Theo khía cạnh thứ hai, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp cải thiện độ ổn định của chế phẩm dưỡng vải, bằng cách thêm vào chế phẩm: hoạt chất làm mềm vải với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20% trọng lượng, polysacarit cation, polysacarit không ion, copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol và nước.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các định nghĩa

Thuật ngữ "polysacarit cation" được sử dụng trong tài liệu này có nghĩa là polysacarit hoặc dẫn xuất của chúng đã được biến đổi hóa học để cung cấp polysacarit hoặc dẫn xuất của chúng với điện tích toàn phần dương trong môi trường nước có độ pH trung tính. Polysacarit cation cũng có thể bao gồm các chất tích điện không vĩnh viễn, ví dụ như một dẫn xuất có thể là cation ở dưới độ pH cho trước và trung tính trên độ pH này. Polysacarit không biến đổi, chẳng hạn như tinh bột, xenluloza, pectin, carageenan, guar, xanthan, dextran, curdlan, chitosan, chitin, và các chất tương tự, có thể được biến đổi hóa học để tạo điện tích cation trên đó. Sự biến đổi hóa học thông thường kết hợp các nhóm thế amoni bậc bốn với các trục chính polysacarit. Các nhóm thế cation thích hợp khác bao gồm các nhóm amin bậc một, bậc hai hoặc bậc ba hoặc các nhóm sulfoni hoặc phosphini bậc bốn. Sự biến đổi hóa học bổ sung có thể bao gồm liên kết chéo, phản ứng làm ổn định (ví dụ như phản ứng alkyl hóa và este hóa), phản ứng phosphoryl hóa, phản ứng thủy phân.

Thuật ngữ "polysacarit không ion" được sử dụng trong tài liệu này đề cập đến polysacarit hoặc dẫn xuất của chúng đã được biến đổi hóa học để cung cấp polysacarit hoặc dẫn xuất của chúng với điện tích toàn phần trung tính trong môi trường nước có độ pH trung tính; hoặc polysacarit không được biến đổi.

Hoạt chất làm mềm vải

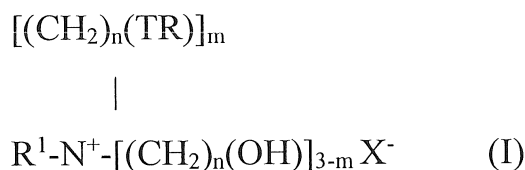
Chế phẩm theo sáng chế chứa hoạt chất làm mềm vải.

Chế phẩm dưỡng vải theo sáng chế theo đặc trưng chứa hoạt chất làm mềm vải với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20% trọng lượng, tốt hơn là từ 1 đến 11% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 2 đến 8% trọng lượng.

Hoạt chất làm mềm dùng để giữ xả chế phẩm dưỡng theo sáng chế là hợp chất amoni bậc bốn (QAC). Các hợp chất amoni bậc bốn được ưu tiên để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế được gọi là "este quats" chứa liên kết este. Các chất được đặc biệt ưu tiên là các hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin (TEA) liên kết este có chứa hỗn hợp của các thành phần liên kết mono-, di- và tri-este. Tốt nhất là, hợp chất amoni bậc bốn liên kết este là hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin liên kết este chứa các chuỗi béo không bão hòa.

Điển hình là, hoạt chất làm mềm vải gốc TEA chứa hỗn hợp các dạng mono, di- và tri-este của hợp chất, trong đó thành phần liên kết di-este không lớn hơn 70%, tính theo trọng lượng của hợp chất làm mềm vải, tốt hơn là không lớn hơn 60%, ví dụ: như 55%, hoặc 45% hợp chất làm mềm vải và ít nhất 10% thành phần liên kết monoeste, ví dụ như 11% monoeste. Được ưu tiên là, loại hoạt chất đã được làm cứng có phân bố mono:di:tri este từ 18 đến 22 monoeste: từ 58 đến 62 dieste: từ 18 đến 22 trieste; ví dụ như 20:60:20. Hoạt chất làm mềm vải TEA quat có thể có sự phân bố mono:di:tri este điển hình từ 25 đến 45%, tốt hơn là từ 30 đến 40% monoeste: từ 45 đến 60%, tốt hơn là từ 50 đến 55% dieste: và từ 5 đến 25%, tốt hơn từ 10 đến 15% trieste; ví dụ như 40:50:10

Nhóm các hợp chất amoni bậc bốn (QAC) thứ nhất thích hợp để sử dụng trong sáng chế này có công thức (I):



trong đó mỗi R được chọn độc lập từ nhóm alkyl có từ 5 đến 35 nguyên tử cacbon hoặc alkenyl; R¹ là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, nhóm alkenyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydroxyalkyl có từ 1 đến 4

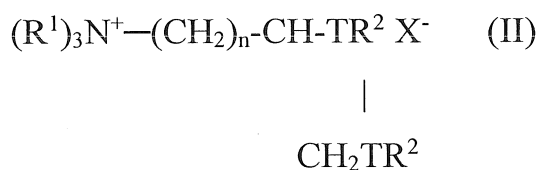
nguyên tử cacbon; T nói chung là O-CO. (tức là nhóm este liên kết với R qua nguyên tử cacbon của nó), nhưng có thể thay vào đó là CO-O (tức là nhóm este liên kết với R qua nguyên tử oxy của nó); n là số được chọn từ 1 đến 4; m là số được chọn từ 1, 2, hoặc 3; và X⁻ ion làm trung hòa điện tích anion, chẳng hạn như halogenua hoặc alkyl sulphat, ví dụ: clorua hoặc metylsulfat. Các biến thể di-este của công thức I (tức là m = 2) được ưu tiên hơn và thường có các chất tương tự mono- và tri-este liên kết với chúng. Những chất này đặc biệt thích hợp để sử dụng trong sáng chế này.

Đặc biệt là các chất được ưu tiên là những chế phẩm giàu chất dieste của trietanolamoni metylsulfat, còn gọi là "TEA este quats".

Các ví dụ thương mại bao gồm Stepantex™ UL85, của Stepan, Prapagen™ TQL, của Clariant, và Tetranyl™ AHT-1, của Kao, (cả di-[este của mỡ động vật được làm cứng] của trietanolamoni metylsulphat), AT-1 (di-[este của mỡ động vật] của trietanolamoni metylsulphat và L5/90 (di-[este của dầu cọ] của trietanolamoni metylsulphat), cả hai đều của Kao, và Rewoquat™ WE15 (di-este của trietanolamoni metylsulphat có dư lượng axyl béo thu được từ 10 đến 20 nguyên tử cacbon và 16 đến 18 nguyên tử cacbon axit béo không bão hòa), của Evonik.

Các hoạt chất amoni bậc bốn làm mềm cũng thích hợp ví dụ như Stepantex VK90, Stepantex VT90, SP88 (của Stepan), Ceca Noramine, Prapagen TQ (của Clariant), Dehyquart AU-57 (của Cognis), Rewoquat WE18 (của Degussa) và Tetranyl L190 P, Tetranyl L190 SP và Tetranyl L190 S (tất cả đều là của Kao).

Nhóm QAC thứ hai phù hợp để sử dụng trong sáng chế có công thức (II):

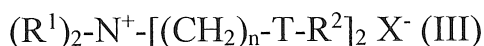


Trong đó mỗi nhóm R¹ được chọn độc lập từ nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hydroxyalkyl hoặc nhóm alkenyl có từ 2 đến 4 nguyên tử

cacbon; và trong đó nhóm R^2 được chọn độc lập từ nhóm alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 28 nguyên tử cacbon; và trong đó n, T, và X^- được định nghĩa như trên.

Các chất ưu tiên của nhóm thứ hai này bao gồm 1,2 *bis*[tallowoyloxy]-3-trimetylamoni propan clorua, 1,2 *bis*[tallowoyloxy cứng]-3-trimetylamoni propan clorua, 1,2-*bis*[oleoyloxy]-3-trimetylamoni propan clorua, và 1,2 *bis*[stearoyloxy]-3-trimetylamoni propan clorua. Các chất này được mô tả trong US 4,137,180 (Lever Brothers). Tốt hơn là, các chất này cũng chứa lượng mono-este tương ứng.

Nhóm QAC thứ ba phù hợp để sử dụng trong sáng chế có công thức (III):



trong đó mỗi nhóm R^1 được chọn độc lập từ nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkenyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon; và trong đó mỗi nhóm R^2 được chọn độc lập từ nhóm alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 28 nguyên tử cacbon; và n, T, và X^- như đã định nghĩa ở trên. Được ưu tiên là, các chất của nhóm thứ ba này bao gồm bis(2-tallowoyloxyetyl)dimetyl amoni clorua và các dạng được làm cứng của chúng.

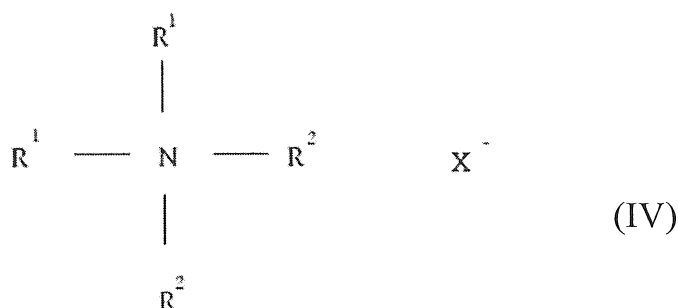
Trị số iot của chất dưỡng vải amoni bậc bốn tốt hơn là từ 0 đến 80, tốt hơn nữa là từ 0 đến 60, và tốt nhất là từ 0 đến 45. Trị số iot có thể được lựa chọn khi thích hợp. Về cơ bản các chất bão hòa có trị số iot từ 0 đến 5, tốt hơn là từ 0 đến 1 có thể được sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế. Các chất này được gọi là các hợp chất amoni bậc bốn "cứng".

Được ưu tiên hơn nữa là, trị số iot nằm trong khoảng từ 20 đến 60, tốt hơn là từ 25 đến 50, tốt hơn nữa là từ 30 đến 45. Loại chất này là hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin "mềm", tốt hơn là trietanolamin di-alkyleste metylsulfat. Các hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin liên kết este như vậy chứa chuỗi chất béo không bão hòa.

Trị số iot được sử dụng trong hoàn cảnh của sáng chế đề cập đến axit béo được sử dụng để sản xuất QAC, việc đo mức độ không bão hòa có mặt trong

chất bằng phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân - NMR như được mô tả trong Anal. Chem., 34, 1136 (1962) Johnson and Shoolery.

Một loại hợp chất làm mềm khác có thể là chất amoni bậc 4 không chứa este có công thức (IV):



trong đó mỗi nhóm R^1 được chọn độc lập từ các nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, nhóm hydroxyalkyl hoặc nhóm alkenyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon; mỗi nhóm R^2 được chọn độc lập từ các nhóm alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 28 nguyên tử cacbon, và X^- như đã định nghĩa ở trên.

Các chế phẩm theo sáng chế có thể tùy ý chứa chất làm mềm không chứa cation, tốt hơn là dẫn xuất đường dầu. Dẫn xuất đường dầu là chất lỏng hoặc dẫn xuất rắn làm mềm của polyol dạng vòng (CPE) hoặc của sacarit bị khử (RSE), dẫn xuất đó tạo ra từ 35 đến 100% các nhóm hydroxyl trong polyol nói trên hoặc trong sacarit được este hoá hoặc ete hóa. Dẫn xuất có hai hoặc nhiều nhóm este hoặc ete độc lập gắn với chuỗi alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon.

Thuận lợi, CPE hoặc RSE không có bất kỳ đặc tính tinh thể đáng kể ở 20°C . Thay vào đó, tốt hơn là, nó ở trạng thái lỏng hoặc rắn mềm như được xác định ở 20°C .

Các chất CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm thích hợp (như được định nghĩa dưới đây) để sử dụng trong sáng chế này tạo ra từ 35 đến 100% các nhóm hydroxyl của polyol dạng vòng hoặc sacarit bị khử được este hóa hoặc ete hóa với các nhóm sao cho các chất CPE hoặc RSE ở trong trạng thái lỏng hoặc rắn

mềm đã yêu cầu. Các nhóm này thường chứa chuỗi không bão hòa, phân nhánh hoặc chuỗi dài.

Điển hình, CPE hoặc RSE có 3 hoặc nhiều nhóm este hoặc ete hoặc hỗn hợp của chúng, ví dụ từ 3 đến 8, đặc biệt là từ 3 đến 5. Được ưu tiên là, nếu hai hoặc nhiều nhóm este hoặc ete của CPE hoặc RSE độc lập với nhau được gắn vào chuỗi alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon. Các nhóm alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon có thể là các chuỗi cacbon mạch nhánh hoặc mạch thẳng.

Tốt hơn là từ 35 đến 85% nhóm hydroxyl, tốt nhất là từ 40 đến 80%, tốt hơn nữa là từ 45 đến 75%, chẳng hạn như từ 45 đến 70% được este hoá hoặc ete hóa.

Tốt hơn là, CPE hoặc RSE chứa ít nhất 35% tri este hoặc nhiều este hơn, ví dụ như ít nhất 40%.

CPE hoặc RSE có ít nhất một trong các chuỗi độc lập gắn với các nhóm este hoặc ete có ít nhất một liên kết không bão hòa. Điều này cung cấp một cách hiệu quả về chi phí để làm CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm. Được ưu tiên là, nếu phần lớn các chuỗi béo không bão hòa, có nguồn gốc từ, ví dụ như dầu cải dầu, dầu hạt bông, dầu đậu nành, oleic, mỡ động vật, panmitoleic, linoleic, eruxic hoặc các nguồn khác của axit béo thực vật không bão hòa được gắn với các nhóm este/ete.

Các chuỗi này được gọi dưới đây là các chuỗi este hoặc ete (của CPE hoặc RSE).

Tốt hơn là, các chuỗi este hoặc ete của CPE hoặc RSE phần lớn không bão hòa. Được ưu tiên là, CPE hoặc RSE bao gồm sucroza tetratallowate, sucroza tetraphat, sucroza tetraoleat, sucroza tetraeste của dầu đậu nành hoặc dầu hạt bông, xelobioza tetraoleat, sucroza trioleat, sucroza triapeat, sucroza pentaoleat, sucroza pentarapeat, sucroza hexaoleat, sucroza hexarapeat, sucroza trieste, pentaeste và hexaeste của dầu đậu nành hoặc dầu hạt bông, glucoza tiroleat, glucoza tetraoleat, xyloza trioleat, hoặc sucroza tetra-,tri-, penta- hoặc hexa- este với bất kỳ hỗn hợp của chuỗi axit béo chủ yếu không bão hòa. Được

ưu tiên nhất là, CPE hoặc RSE là những chất có chuỗi axit béo không bão hòa đơn, tức là khi các chất không bão hòa đa nối đôi bất kỳ nào đã được loại bỏ bằng cách hydro hóa một phần. Tuy nhiên một số CPE hoặc RSE dựa trên các chuỗi axit béo không bão hòa đa nối đôi, ví dụ như sucroza tetralinoleat, có thể được sử dụng với điều kiện hầu hết các chất không bão hòa đa nối đôi đã được loại bỏ bằng cách hydro hóa một phần.

Các CPE or RSE lỏng được ưu tiên cao nhất là chất bất kỳ nêu trên nhưng trong đó chất không bão hòa đa nối đôi được loại bỏ thông qua phản ứng hydro hóa một phần. Tốt hơn là 40% hoặc nhiều hơn các chuỗi axit béo chứa liên kết không bão hòa, tốt hơn nữa là 50% hoặc nhiều hơn, tốt nhất là 60% hoặc nhiều hơn. Trong hầu hết các trường hợp là từ 65% đến 100%, ví dụ như từ 65% đến 95% chứa liên kết không bão hòa.

Các CPE được ưu tiên để sử dụng với sáng chế này. Inositol là ví dụ được ưu tiên của polyol dạng vòng. Các dẫn xuất Inositol được đặc biệt ưu tiên.

Trong bối cảnh của sáng chế, thuật ngữ polyol dạng vòng bao gồm tất cả các dạng sacarit. Các sacarit thực sự được ưu tiên sử dụng với sáng chế này. Ví dụ về các sacarit được ưu tiên đối với CPE hoặc RSE được tạo ra từ các monosacarit và disacarit.

Các ví dụ về monosacarit bao gồm xyloza, arabinoza, galactoza, fructoza, sorboza và glucoza. Glucoza được đặc biệt ưu tiên. Các ví dụ về dissacarit bao gồm maltoza, lactoza, xelobioza và sucroza. Sucroza được đặc biệt ưu tiên. Ví dụ của sacairit bị khử là sorbitan.

CPE lỏng hoặc rắn mềm có thể được điều chế bằng các phương pháp đã được biết đến với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Chúng bao gồm axyl hóa polyol dạng vòng hoặc sacarit bị khử với axit clorua; transester hóa polyol dạng vòng hoặc sacarit bị khử của este của axit béo bằng các chất xúc tác khác nhau; phản ứng axyl hóa của polyol dạng vòng hoặc sacarit bị khử bằng axit anhydrit và phản ứng axyl hóa của polyol dạng vòng hoặc sacarit bị khử bằng axit béo. Xem, ví dụ như, US 4 386 213 và AU 14416/88 (cả P&G).

Được ưu tiên là nếu CPE hoặc RSE có từ 3 nhóm este hoặc ete trở lên, tốt hơn là 4 hoặc nhiều hơn. Nếu CPE là disacarit thì được ưu tiên nếu disacarit có 3 nhóm este hoặc ete hoặc nhiều hơn. CPE được đặc biệt ưu tiên là este có mức độ este hóa từ 3 đến 5, ví dụ như sucroza tri, tetra và penta este.

Trường hợp polyol dạng vòng là đường bị khử thì thuận lợi nếu mỗi vòng của CPE có một nhóm ete hoặc este, tốt hơn là ở vị trí C₁. Các ví dụ thích hợp của các hợp chất như vậy bao gồm dẫn xuất metyl glucoza.

Ví dụ về CPE thích hợp bao gồm este của alkyl(poly)glucosit, đặc biệt là este của alkyl glucosit có mức độ polyme hóa từ 1 đến 2.

Chiều dài của chuỗi không bão hòa (và bão hòa nếu có) trong CPE hoặc RSE là từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, tốt hơn là từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon. Có thể bao gồm một hoặc nhiều chuỗi có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, tuy nhiên những chuỗi này ít được ưu tiên hơn.

CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm phù hợp để sử dụng trong sáng chế này có đặc trưng ở chỗ các chất có tỷ lệ chất rắn:chất lỏng nằm trong khoảng từ 50:50 đến 0:100 ở 20°C như được xác định bởi thời gian giãn nở T₂ NMR, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 43:57 đến 0:100, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 40:60 đến 0:100, chẳng hạn như, từ 20:80 đến 0:100. Thời gian giãn nở T₂ NMR thường được sử dụng để mô tả các tỷ lệ chất rắn:chất lỏng trong các sản phẩm rắn mềm như chất béo và bơ thực vật. Theo mục đích của sáng chế này, bất kỳ thành phần nào của tín hiệu với T₂ dưới 100 μ s được coi là thành phần chất rắn và bất kỳ thành phần nào với T₂ $\geq$ 100 μ s được coi là thành phần chất lỏng.

Đối với các CPE và RSE, các tiền tố (ví dụ như tetra và penta) chỉ biểu thị mức độ este hóa trung bình. Các hợp chất này tồn tại dưới dạng hỗn hợp các chất liệu khác nhau, từ monoeste đến este được este hóa hoàn toàn. Đây là mức độ este hóa trung bình được sử dụng để xác định các CPE và RSE.

HLB của CPE hoặc RSE thường nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Khi có mặt, CPE hoặc RSE tốt hơn là có mặt trong chế phẩm với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 50%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng

lượng chế phẩm, tốt hơn nữa là từ 1 đến 30%, tính theo trọng lượng, chẳng hạn như từ 2 đến 25%, ví dụ như từ 2 đến 20%.

CPE và RSE để sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế bao gồm sucroza tetraoleat, sucroza pentaerucat, sucroza tetraerucat và sucroza pentaoleat.

Polysacarit cation và polysacarit không ion

Theo sáng chế này, chế phẩm dưỡng vải chứa polysacarit cation và polysacarit không ion. Theo một phương án, các thành phần này được trộn trước khi thêm vào chế phẩm và theo phương án khác, các thành phần này được thêm một cách riêng rẽ. Tốt hơn là, polysacarit cation và polysacarit không ion được trộn trước khi thêm vào chế phẩm dưỡng vải.

Polysacarit cation

Các polysacarit cation bao gồm ít nhất một polysacarit cation. Các polysacarit cation có thể thu được bằng cách biến đổi hóa học polysacarit, thường là polysacarit tự nhiên. Bằng cách biến đổi như vậy, các nhóm biên cation có thể được đưa vào trực chính của polysacarit. Theo một phương án, nhóm cation gắn bởi polysacarit cation theo sáng chế là nhóm amoni bậc bốn.

Polysacarit cation theo sáng chế bao gồm nhưng không giới hạn trong số: xenluloza cation và các dẫn xuất của chúng, tinh bột cation và các dẫn xuất của chúng, caloza cation và dẫn xuất của chúng, xylan cation và các dẫn xuất của chúng, mannan cation và các dẫn xuất của chúng, galactomannan cation và các dẫn xuất của chúng, chẳng hạn như guar cation và các dẫn xuất của chúng.

Các xenluloza cation thích hợp với sáng chế bao gồm các ete xenluloza bao gồm các nhóm amoni bậc bốn, các copolyme của xenluloza cation hoặc xenluloza được ghép với monome của amoni bậc bốn hòa tan trong nước.

Các ete xenluloza chứa các nhóm amoni bậc bốn được mô tả trong Patent Pháp 1,492,597 và đặc biệt bao gồm các polyme được bán dưới tên “JR” (JR 400, JR 125, JR 30M) hoặc “LR” (LR 400, LR 30M) của công ty Dow. Các polyme này cũng được định nghĩa trong từ điển CTFA như chất hydroxyetylxenluloza amoni bậc bốn đã phản ứng với epoxit được thế bằng

nhóm trimetylamoni. Các xenluloza cation thích hợp cũng bao gồm LR3000 KC từ công ty Solvay.

Các copolyme xenluloza cation hoặc xenluloza được ghép với monome của amoni bậc bốn hòa tan trong nước được mô tả đặc biệt là trong Patent Mỹ số 4,131,576, chẳng hạn như hydroxyalkylxenluloza, ví dụ như hydroxymetyl-, hydroxyetyl- hoặc hydroxypropylxenluloza ghép với đặc biệt là metacryloyl-etyltrimetylammoni, metacrylamidopropyltrimetylamoni hoặc muối dimetyldiallylamoni. Các sản phẩm thương mại tương ứng với định nghĩa này cụ thể hơn là các sản phẩm được bán dưới tên Celquat® L 200 và Celquat® H 100 của công ty Akzo Nobel.

Tinh bột cation thích hợp đối với sáng chế bao gồm các sản phẩm được bán dưới tên Polygelo® (tinh bột cation từ Sigma), các sản phẩm được bán dưới tên Softgel®, Amylofax® và Solvitose® (tinh bột cation từ Avebe), CATO từ National Starch.

Các galactomannan cation thích hợp có thể là các chất có nguồn gốc từ gồm Fenugreek, gồm Konjac, gồm Tara, gồm Cassia hoặc gồm Guar.

Được ưu tiên rằng polysacarit cation là guar cation. Guar là polysacarit bao gồm đường galactoza và mannoza. Trục chính là chuỗi thẳng của phần mannoza liên kết β 1,4 tại vị trí mà phần galactoza liên kết 1,6 tại mỗi giây trung bình của mannoza, tạo ra các đơn vị chuỗi bên ngắn. Trong bối cảnh của sáng chế, các guar cation là các dẫn xuất cation của guar.

Trong trường hợp của polysacarit cation, như guar cation, nhóm cation có thể là nhóm amoni bậc bốn có 3 gốc, có thể giống hệt nhau hoặc khác nhau, tốt hơn là được chọn từ hydro, alkyl, hydroxyalkyl, epoxyalkyl, alkenyl, hoặc aryl, tốt hơn là nên chứa từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon, đặc biệt hơn là từ 1 đến 14 và thuận lợi là từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon. Ion làm trung hòa điện tích thường là halogen. Một ví dụ về halogen là clo.

Ví dụ về nhóm amoni bậc bốn bao gồm: 3-clo-2-hydroxypropyl trimetyl amoni clorua (CHPTMAC), 2,3-epoxypropyl trimetyl amoni clorua (EPTAC), diallyldimetyl amoni clorua (DMDAAC), vinylbenzen trimetyl amoni clorua,

trimethylamoni etyl metacrylat clorua, methacrylamidopropyltrimetyl amoni clorua (MAPTAC) và tetraalkylamoni clorua.

Một ví dụ về nhóm chức cation trong polysacarit cation, chẳng hạn như guar cation, là trimethylamino(2-hydroxyl)propyl với ion làm trung hòa điện tích. Các ion làm trung hòa điện tích khác nhau có thể được sử dụng, bao gồm nhưng không giới hạn trong số halogenua, chẳng hạn như clorua, florua, bromua và iodua, sulfat, notrat, metylsulfat và các hỗn hợp của chúng.

Các guar cation theo sáng chế này có thể được chọn từ nhóm bao gồm: guar hydroxyalkyl cation, như guar hydroxyetyl cation, guar hydroxypropyl cation, guar hydroxybutyl cation, và guar carboxylalkyl cation bao gồm guar carboxymetyl cation, guar alkylcarboxy cation như guar carboxylpropyl cation và guar carboxybutyl cation, guar carboxymetylhydroxypropyl cation.

Theo một phương án thử nghiệm, polysacarit cation của sáng chế là guar hydroxypropyltrimoni clorua hoặc hydroxypropyl guar hydroxypropyltrimoni clorua.

Polysacarit cation theo sáng chế có thể có trọng lượng phân tử trung bình (Mw) từ 100000 dalton đến 3500000 dalton, tốt hơn là từ 100000 dalton đến 1500000 dalton, tốt hơn nữa là từ 100000 dalton đến 1000000 dalton.

Chế phẩm theo sáng chế này tốt hơn là chứa polysacarit cation với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm. Tốt hơn nữa là chứa polysacarit cation với lượng nằm trong khoảng từ 0,025 đến 1% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm. Tốt nhất là chứa polysacarit cation với lượng nằm trong khoảng từ 0,04 đến 0,8% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Trong bối cảnh của sáng chế này, thuật ngữ "độ thế (Degree of Substitution - DS)" của polysacarit cation, ví dụ như guar cation, là số lượng trung bình của các nhóm hydroxyl được thế cho mỗi đơn vị đường. DS có thể biểu thị rõ ràng về số lượng các nhóm carboxymetyl trên mỗi đơn vị đường. DS có thể được xác định bằng sự chuẩn độ.

DS của polysacarit cation, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 1, tốt nhất là từ 0,05 đến 0,2.

Trong bối cảnh của sáng chế này, "Mật độ điện tích (CD)" của polysacarit cation, chẳng hạn như guar cation, có nghĩa là tỷ lệ số lượng điện tích dương trên một đơn vị monome mà trong đó polyme bao gồm trọng lượng phân tử của đơn vị monome nói trên.

CD của polysacarit cation, như guar cation, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 (meq/gm), tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 2 (meq/gm), tốt nhất là từ 0,1 đến 1 (meq/gm).

Polysacarit không ion

Polysacarit không ion bao gồm ít nhất một polysacarit không ion. Polysacarit không ion có thể là polysacarit không ion được biến đổi hoặc polysacarit không ion không được biến đổi. Polysacarit không ion được biến đổi có thể bao gồm phản ứng hydroxyalkyl hóa và/hoặc este hóa.

Trong bối cảnh của sáng chế này, mức độ biến đổi của polysacarit không ion có thể được đặc trưng bởi mức độ thay thế phân tử (MS), có nghĩa là số mol trung bình của các nhóm thế, ví dụ như các nhóm hydroxypropyl, trên mỗi mol của đơn vị monosacarit. MS có thể được xác định bằng phương pháp Zeisel-GC, đáng chú ý là dựa trên tài liệu tham khảo sau: K. L. Hodges, W. E. Kester, D. L. Wiederrich, và J. A. Grover, "Determination of Alkoxy Substitution in Cellulose Ethers by Zeisel-Gas Chromatography", *Analytical Chemistry*, Vol. 51, No. 13, November 1979. Tốt hơn là, MS của polysacarit không ion được biến đổi nằm trong khoảng từ 0 đến 3, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 3 và tốt nhất là từ 0,1 đến 2.

Polysacarit không ion theo sáng chế này có thể được chọn đặc biệt từ glucan, tinh bột biến tính hoặc không biến tính (chẳng hạn như các chất bắt nguồn từ, ví dụ như, ngũ cốc, ví dụ như lúa mì, ngô hoặc gạo, từ rau, ví dụ hạt đậu vàng và củ, ví dụ khoai tây hoặc sắn), amyloza, amylopectin, glycogen, dextran, xenluloza và các dẫn xuất của chúng (metyl xenluloza, hydroxyalkyl xenluloza, etylhydroxyetyl xenluloza), mannan, xylan, lignin,

araban, galactan, galacturonan, chitin, chitosan, glucuronoxylan, arabinoxylan, xyloglucan, glucomannan, axit pectic và pectin, arabinogalactan, carrageenan, agar, gôm arabic, gôm tragacanth, gôm ghatti, gôm karaya, gôm carob, gôm galactomannan như guar và các dẫn xuất không ion của chúng (guar hydroxypropyl), và hỗn hợp của chúng.

Trong số các xenluloza mà được đặc biệt sử dụng là hydroxyetylxenluloza và hydroxypropylxenluloza. Có thể kể đến các sản phẩm được bán dưới tên Klucel® EF, Klucel® H, Klucel® LHF, Klucel® MF và Klucel® G của công ty Aqualon, và Cellosize® Polymer PCG-10 của công ty Amerchol và HEC, HPMC K200, HPMC K35M của công ty Ashland.

Được ưu tiên là polysacarit không ion là guar không ion. Các guar không ion có thể được biến đổi hoặc không được biến đổi. Guar không ion không được biến đổi bao gồm các sản phẩm được bán dưới tên Vidogum® GH 175 của công ty Unipeptine và dưới tên Meypro®-Guar 50 và Jaguar® C của công ty Solvay. Các guar không ion được biến đổi được đặc biệt biến đổi bằng nhóm hydroxyalkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon. Trong số các nhóm hydroxyalkyl có thể được đề cập, ví dụ như, các nhóm hydroxymetyl, hydroxyetyl, hydroxypropyl và hydroxybutyl. Các guar này được biết đến trong lĩnh vực và có thể được điều chế, ví dụ như, bằng cách cho các oxit alken tương ứng, ví dụ như các oxit propylen phản ứng với guar để thu được guar biến đổi với các nhóm hydroxypropyl.

Polysacarit không ion, ví dụ như guar không ion, theo sáng chế có thể có trọng lượng phân tử trung bình (M_w) từ 100000 dalton đến 3500000 dalton, tốt hơn là từ 500000 dalton đến 3500000 dalton.

Chế phẩm theo sáng chế tốt hơn là chứa polysacarit không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm. Tốt hơn nữa là chứa polysacarit không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0,025 đến 1% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm. Tốt nhất là chứa polysacarit không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0,04 đến 0,8% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Tốt hơn là, chế phẩm dưỡng vải chứa polysacarit cation và polysacarit không ion với tổng trọng lượng nằm trong khoảng từ 0,02 đến 4% trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2% trọng lượng và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,08 đến 1,6% trọng lượng.

Tốt hơn là, tỷ lệ trọng lượng của polysacarit cation trong chế phẩm so với trọng lượng của polysacarit không ion trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 1:10 đến 10:1, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1:3 đến 3:1.

Theo phương án được ưu tiên, polysacarit cation và polysacarit không ion được trộn trước khi thêm vào chế phẩm dưỡng vải. Tốt hơn là, hỗn hợp được điều chế như huyền phù trong nước.

Tốt hơn là, tỷ lệ trọng lượng của hợp chất amoni bậc bốn trong chế phẩm và tổng trọng lượng của polysacarit cation và polysacarit không ion trong chế phẩm là nằm trong khoảng từ 100:1 đến 2:1, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30:1 đến 5:1.

Copolymer khối

Copolymer khối theo sáng chế này bao gồm sự kết hợp giữa polypropylen glycol và polyetylen glycol.

Tốt hơn là, copolymer khối theo sáng chế là polymer poloxame. Polymer poloxame là copolymer triblock không ion chứa chuỗi kỵ nước ở trung tâm của polypropylen glycol gắn với hai chuỗi ưa nước ở hai bên polyetylen glycol.

Tốt hơn là, các co-polymer khối chứa polypropylen glycol khối có khối lượng mol từ 1400 đến 4000 g/mol và chứa polyetylen glycol với lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 80%, tính theo trọng lượng phân tử cuối cùng.

Tốt hơn nữa là, khối lượng mol của polypropylen glycol khối là từ 1400 đến 2200 g/mol và tỷ lệ phần trăm của polyetylen glycol là từ 30 đến 80%, tính theo trọng lượng phân tử cuối cùng.

Tốt nhất là, khối lượng mol của polypropylen glycol khối là từ 1400 đến 2200 g/mol và tỷ lệ phần trăm của polyetylen glycol là từ 65 đến 85%, tính theo trọng lượng phân tử cuối cùng.

Các copolyme khối bán trên thị trường thích hợp với sáng chế có bán dưới tên thương mại Synperonic từ Croda và Pluronic® từ BASF chẳng hạn; Pluronic® PE 6800 của BASF và Synperonic PE/L64 của Croda.

Tốt hơn là, chế phẩm dưỡng vải chứa co-polymer khối với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% trọng lượng, tốt hơn nữa là chứa co-polymer khối với lượng nằm trong khoảng từ 0,025 đến 2% trọng lượng, tốt nhất là từ 0,05 đến 1% trọng lượng.

Các thành phần tùy ý

Polyme làm đặc

Các chế phẩm theo sáng chế này có thể chứa thêm polyme làm đặc.

Các polyme làm đặc đặc biệt hữu ích trong các chế phẩm theo sáng chế bao gồm các chất được mô tả trong WO2010/078959 (SNF SAS). Các chất này là các copolyme cation trương nở trong nước được liên kết chéo của ít nhất một monome cation và tùy ý monome không ion và/hoặc anion khác. Các polyme được ưu tiên thuộc loại này là cocopolyme của acrylamit và methacrylat. Được ưu tiên nhất là cocopolyme của acrylamit và trimethylaminoethylacrylat clorua.

Chế phẩm có thể chứa một copolyme cation trương nở trong nước được liên kết chéo. Theo một phương án của sáng chế, được ưu tiên rằng chế phẩm chứa ít nhất hai copolyme cation trương nở trong nước được liên kết chéo khác nhau.

Polyme được ưu tiên chứa polyme tan trong nước với lượng ít hơn 25%, tính theo trọng lượng tổng polyme, tốt hơn là ít hơn 20%, và tốt nhất là ít hơn 15%, và nồng độ chất liên kết chéo là từ 500 ppm đến 5000 ppm, tính theo trọng lượng so với trọng lượng polyme, tốt hơn là từ 750 ppm đến 5000 ppm, tính theo trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 1000 đến 4500 ppm, tính theo trọng lượng được xác định bằng phương pháp đo thích hợp như phương pháp sau được mô tả trong trang 4 của bằng sáng chế EP 2373773 B1.

Phương pháp này dựa trên việc tách các microgel của polyme liên kết chéo từ dung dịch polyme bằng phương pháp ly tâm. Hàm lượng polyme trước và sau khi ly tâm được xác định bằng chuẩn độ keo, dựa trên kết tủa tỷ lệ

của các hạt keo tích điện bằng cách chuẩn độ bằng polyme tích điện đối lại sử dụng chỉ thị trực quan.

Khoảng 20 gam phần phân tán của polyme trong chất lỏng không chứa nước được cân chính xác và thêm 200ml axeton vào bằng việc khuấy ở nhiệt độ phòng. Tiếp tục khuấy trong 5 phút và sau đó polyme kết tủa được lọc qua giấy lọc số 1, sấy khô trong không khí trong 1 giờ trong lò sấy, sau đó sấy khô ở 50°C trong 2 giờ, làm nguội trong máy sấy và cân. Do đó, tỷ lệ phần trăm của polyme trong phần phân tán ban đầu có thể được tính toán.

Lượng vừa đủ của phần phân tán này được thêm vào nước khử ion bằng cách khuấy để tạo ra khoảng 200g kem nhót có chứa polyme với lượng 0,5% trọng lượng. Hỗn hợp này được khuấy ở khoảng 500 vòng/phút trong 45 phút bằng cách sử dụng quạt 3 cánh.

40 gram kem này được thêm 210 g nước khử ion có chứa 1,0 g natri clorua hòa tan trong đó và hỗn hợp được trộn cẩn thận trong 5 phút để giảm độ nhót cho quá trình ly tâm.

Ống ly tâm Nalgene được làm đầy và cân bằng bằng cách cân dung dịch polyme (sử dụng khoảng 40ml) và ly tâm trong 1,5 giờ (15300 vòng/phút). 5 g dung dịch polyme nổi trên bề mặt được hút ra cẩn thận. Dung dịch polyme nổi trên bề mặt và mẫu của toàn bộ chế phẩm hệ nước trước khi ly tâm phải trải qua chuẩn độ keo để xác định lượng polyme hòa tan trong dịch nổi trên bề mặt sau khi ly tâm. Do đó, nó cung cấp giá trị cho tỷ lệ phần trăm polyme hòa tan trong polyme ban đầu.

Chuẩn độ keo được thực hiện như sau:

- Kali polyvinyl sulfat (PVSK): dung dịch 0,0025N.
- Axit clohydric: dung dịch 0,1 N để điều chỉnh.
- Chất chỉ thị Toluidin màu xanh: dung dịch 0,1%.

Việc chuẩn độ được chạy trong dung dịch polyme được axit hóa bằng axit clohydric (độ pH khoảng 4) và được tạo màu với 2-3 giọt chất chỉ thị màu xanh. PVSK được thêm từ từ cho đến khi màu chuyển từ màu xanh sang màu tím.

Tỷ lệ phần trăm của các chất hòa tan sau đó được xác định theo thể tích của PVSX được đo ở trạng thái cân bằng, trọng lượng polyme, nồng độ pha loãng và nồng độ thuốc thử tương ứng.

Nồng độ chất liên kết chéo phải cao hơn khoảng 500 ppm, tính theo trọng lượng so với trọng lượng polyme và tốt hơn là cao hơn khoảng 750 ppm, tính theo trọng lượng khi chất liên kết chéo được sử dụng là metylen bisacrylamit hoặc các chất liên kết chéo khác ở nồng độ dẫn đến mức liên kết chéo tương đương từ 10 đến 10000 ppm, tính theo trọng lượng.

Các monome cation thích hợp được chọn từ nhóm bao gồm các monome và dẫn xuất sau và muối bậc bốn hoặc muối axit của chúng: dimetylaminopropylmethacrylamit, dimetylaminopropylacrylamit, diallylamin, metyldiallamin, dialkylaminoalkyl-acrylat và metacrylat, dialkylaminoalkyl-acrylamit hoặc metmetaclamit.

Đây là danh sách không hạn chế về các monome có chức năng không ion: acrylamit, methacrylamit, N-Alkyl acrylamit, N-vinyl pyrrolidon, N-vinyl formamit, N-vinyl axetamit, vinylaxetat, rượu vinyl, este acrylat, rượu allyl.

Đây là danh sách không hạn chế về các monome thực hiện chức năng anion: axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit maleic, axit fumaric, cũng như monome thực hiện chức năng axit sulfonic hoặc axit phosphonic, chẳng hạn như axit 2-acrylamido-2-metyl propan sulfonic (ATBS), v.v.

Các monome cũng có thể chứa các nhóm kỵ nước.

Đây là danh sách không hạn chế về các chất liên kết chéo: metylen bisacrylamit (MBA), etylen glycol diacrylat, polyetylen glycol dimethacrylat, diacrylamit, triallylamin, xyanometylacrylat, vinyl oxyetylacrylat hoặc methacrylat và formaldehyt, glyoxal, các hợp chất thuộc loại glycidyl ete như etylenglycol diglycidyl ete, hoặc epoxit hoặc phương tiện bất kỳ thông dụng với chuyên gia thực hiện việc liên kết chéo.

Theo cách ưu tiên hơn hẳn, tốt hơn là, tỷ lệ liên kết chéo nằm trong khoảng từ 800 đến 5000 ppm (trên cơ sở metylen bisacrylamit), tính theo trọng

lượng so với trọng lượng polyme hoặc liên kết chéo tương tự bằng chất liên kết chéo có hiệu quả khác nhau.

Như được mô tả trong US 2002/0132749 và Research Disclosure 429116, mức độ phi tuyến tính có thể được kiểm soát bằng cách thêm vào các chất chuyển mạch (như rượu isopropyl, natri hypophosphit, mercaptoetanol) trong hỗn hợp được polyme hóa để kiểm soát chiều dài chuỗi polyme và mật độ liên kết chéo.

Lượng polyme được sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế thích hợp nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,5% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,4% trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,35% trọng lượng và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,25% trọng lượng, tính theo tính theo trọng lượng của tổng chế phẩm.

Ví dụ về polyme được ưu tiên là Flosoft 270LS ex SNF và Flosoft 222 của SNF.

Chất làm mềm vải gốc silicon (và các hợp chất làm mềm khác không phải hợp chất amoni bậc bốn). Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa thêm chất làm mềm vải gốc silicon. Tốt hơn là, silicon làm mềm vải là polydimetylsiloxan.

Silicon làm mềm vải bao gồm nhưng không giới hạn trong số 1) silicon không được chức hóa như silicon chức polydimetylsiloxan (PDMS) hoặc alkyl (hoặc alkoxy) 2) silicon hoặc copolyme được chức hóa với một hoặc nhiều loại nhóm chức khác nhau như amino, phenyl, polyete, acrylat, siliconhydrit, axit carboxylic, nitrơ bậc bốn, v.v.

Các silicon thích hợp có thể được chọn từ các polydialkylsiloxan, tốt hơn là polydimetylsiloxan, tốt hơn nữa là các silicon được chức hóa amino; silicon anion và silicon được chức hóa carboxyl.

Silicon amino cũng có thể được sử dụng, ví dụ như Arristan 64, của CHT hoặc Wacker CT45E, của Wacker.

Đối với nhũ tương silicon, kích thước hạt có thể nằm trong khoảng từ 1 nm đến 100 micron và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 nm đến khoảng 10 micron bao gồm vi nhũ tương (<150 nm), nhũ tương tiêu chuẩn (nằm trong

khoảng từ 200 nm đến khoảng 500 nm) và các nhũ tương macro (nằm trong khoảng từ 1 micron đến khoảng 20 micron).

Các nhũ tương dạng sáp polyalkyl, ví dụ sáp polyetylen cũng có thể được sử dụng làm chất làm mềm trong chế phẩm theo sáng chế.

Đồng chất làm mềm và các chất tạo phức béo

Đồng chất làm mềm có thể được sử dụng. Khi sử dụng, chúng thường có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20%, đặc biệt là từ 0,3 đến 10%, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm. Các đồng chất làm mềm được ưu tiên bao gồm este béo và chất béo N-oxit. Este béo có thể được sử dụng bao gồm các monoeste béo, như glyxerin monostearat, este đường béo, như các chất được bộc lộ trong WO 01/46361 (Unilever).

Các chế phẩm theo sáng chế có thể chứa chất tạo phức béo.

Đặc biệt là, các hợp chất tạo phức béo thích hợp bao gồm rượu béo và axit béo. Trong số các chất này, rượu béo được ưu tiên nhất.

Không bị ràng buộc bởi lý thuyết, người ta được tin rằng chất tạo phức béo cải thiện độ nhớt của chế phẩm bằng cách tạo phức với thành phần mono-este trong chất dưỡng vải, do đó mang lại chế phẩm mà có mức thành phần liên kết di-este và tri-este tương đối cao hơn. Các thành phần liên kết di-este và tri-este ổn định hơn và không ảnh hưởng bất lợi đến độ nhớt ban đầu như là thành phần mono-este.

Người ta cũng tin rằng lượng thành phần liên kết mono-este cao hơn trong các chế phẩm chứa các chất amoni bậc bốn dựa trên TEA có thể làm mất độ ổn định của chế phẩm thông qua sự suy giảm keo tụ. Bằng cách sử dụng chất tạo phức béo để phức hợp với thành phần liên kết mono-este, sự suy giảm keo tụ được giảm đáng kể.

Nói cách khác, chất tạo phức béo ở lượng gia tăng, như yêu cầu bởi sáng chế, "làm trung hòa" thành phần liên kết mono-este của chất amoni bậc bốn. Sự thế di-este tại chỗ này từ mono-este và rượu béo cũng giúp cải thiện mức độ làm mềm của chế phẩm.

Tốt hơn là các axit béo bao gồm axit béo từ mỡ động vật được làm cứng (có bán dưới tên thương mại Pristerene™, của Croda). Các rượu béo được ưu tiên bao gồm rượu từ mỡ động vật được làm cứng (có bán dưới tên thương hiệu Stenol™ và Hydrenol™, của BASF và Laurex™ CS, của Huntsman).

Tốt hơn là, chất tạo phức béo có mặt với lượng lớn hơn từ 0,3 đến 5%, tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm. Tốt hơn nữa là, thành phần chất béo có thể có mặt với lượng trong khoảng từ 0,4 đến 4%. Tỷ lệ trọng lượng của thành phần mono-este của chất làm mềm vải amoni bậc bốn so với chất tạo phức béo tốt hơn là từ 5:1 đến 1:5, tốt hơn nữa là từ 4:1 đến 1:4, tốt nhất là từ 3:1 đến 1:3, ví dụ như từ 2:1 đến 1:2.

Chất hoạt động bề mặt không ion

Các chế phẩm còn có thể chứa thêm chất hoạt động bề mặt không ion. Thông thường, chúng có thể được đưa vào nhằm làm ổn định chế phẩm. Các chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp bao gồm các sản phẩm bổ sung của etylen oxit với rượu béo, axit béo và các amin béo. Chất được alkoxyl hóa bất kỳ thuộc loại cụ thể được mô tả dưới đây có thể được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt không ion.

Chất hoạt động bề mặt thích hợp là các chất hoạt động bề mặt có khả năng hòa tan trong nước có công thức chung (V):



trong đó R được chọn từ nhóm gồm nhóm alkyl và/hoặc axyl hydrocarbyl bậc một, bậc hai và mạch nhánh; các nhóm alkenyl hydrocarbyl bậc một, bậc hai và mạch nhánh; và các nhóm hydrocarbyl phenolic được thế alkenyl bậc một, bậc hai và mạch nhánh; các nhóm hydrocarbyl có chiều dài chuỗi từ 8 đến khoảng 25, tốt hơn là từ 10 đến 20, ví dụ như từ 14 đến 18 nguyên tử cacbon.

Trong công thức chung đối với chất hoạt động bề mặt không ion được etoxyl hóa, Y thường là:



trong đó, R có định nghĩa nêu trên đối với công thức (V), hoặc có thể là hydro; và Z ít nhất là khoảng 8, tốt hơn là ít nhất nằm trong khoảng 10 hoặc 11.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt không ion có trị số HLB nằm trong khoảng từ 7 đến khoảng 20, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 18, ví dụ từ 12 đến 16. Genapol™ C200 (Clariant) dựa trên chuỗi coco và 20 nhóm EO là ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp.

Nếu có mặt, chất hoạt động bề mặt không ion có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10%, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 5%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Nhóm các chất hoạt động bề mặt không ion được ưu tiên bao gồm các sản phẩm bổ sung của etylen oxit và/hoặc propylen oxit với rượu béo, axit béo và các amin béo. Tốt hơn là, các chất này được lựa chọn từ các sản phẩm bổ sung của (a) alkoxit được chọn từ etylen oxit, propylen oxit và các hỗn hợp của chúng với (b) chất béo được chọn từ rượu béo, axit béo và amin béo.

Chất hoạt động bề mặt thích hợp là các chất hoạt động bề mặt có khả năng hòa tan trong nước có công thức chung (VI):



Trong đó, R được chọn từ nhóm gồm nhóm alkyl và/hoặc axyl hydrocarbyl bậc một, bậc hai và mạch nhánh (khi $Y = -C(O)O$, $R \neq$ nhóm axyl hydrocarbyl); các nhóm alkenyl hydrocarbyl bậc một, bậc hai và mạch nhánh; và các nhóm hydrocarbyl phenolic được thế alkenyl bậc một, bậc hai và mạch nhánh; các nhóm hydrocarbyl có chiều dài chuỗi từ 10 đến 60, tốt hơn là từ 10 đến 25, ví dụ từ 14 đến 20 nguyên tử cacbon.

Trong công thức chung đối với chất hoạt động bề mặt không ion được etoxyl hóa, Y thường là:



trong đó R có định nghĩa nêu trên đối với công thức (VI), hoặc có thể là hydro; và Z ít nhất là khoảng 6, tốt hơn là ít nhất khoảng 10 hoặc 11.

Lutensol™ AT25 (BASF) dựa trên chuỗi coco và 25 nhóm EO là ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp. Các chất hoạt động bề mặt thích hợp khác bao gồm Renex 36 (Trideceth-6), của Croda; Tergitol 15-S3, của Dow

Chemical Co; Dihydrol LT7, của Thai Ethoxylate ltd; Cremophor CO40, của BASF và Neodol 91-8, của Shell.

Thành phần tùy ý khác

Chế phẩm có thể chứa các thành phần chất dưỡng vải dạng lỏng khác được biết đến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Trong số các chất như vậy có thể đề cập đến: chất chống tạo bọt, hương liệu và chất tạo mùi hương (cả dầu tự do và chất liệu được bao nang), chất chống côn trùng, thuốc nhuộm bóng hoặc nhuộm màu, chất bảo quản (ví dụ như chất diệt khuẩn), các chất đệm độ pH, chất mang hương liệu, chất tăng tan, các chất chống tái lắng đọng, chất giải phóng vết bẩn, chất đa điện phân, chất chống co, chất chống nhăn, chất chống oxy hóa, thuốc nhuộm, chất tạo màu, chất chống nắng, chất chống ăn mòn, tác nhân tạo nếp ly xếp, các chất chống tĩnh điện, tác nhân chelat hóa và chất hỗ trợ việc là ủi (quần áo). Các sản phẩm theo sáng chế có thể chứa chất lỏng lánh như ngọc trai và/hoặc chất làm mờ. Tốt hơn là, tác nhân chelat hóa là HEDP, viết tắt của axit Etidronic hoặc axit 1-hydroxyetan 1,1-diphosphonic.

Dạng sản phẩm

Các sản phẩm theo sáng chế chứa nước.

Chế phẩm là chế phẩm làm mềm kèm giữ xả thích hợp để sử dụng trong quy trình giặt. Các chế phẩm là chất lỏng có thể rót được.

Các chế phẩm dạng lỏng có độ pH nằm trong khoảng từ 2,0 đến 7, tốt hơn nữa là từ 2,5 đến 5,5, tốt nhất là khoảng từ 3,5 đến 4,5. Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa các chất điều chỉnh độ pH, tốt hơn là axit clohydric, axit lactic hoặc natri hydroxit.

Tốt hơn là, chế phẩm là chất lỏng đã sẵn sàng để sử dụng chứa pha nước. Pha nước này có thể chứa các loại tan trong nước, chẳng hạn như muối khoáng hoặc rượu có chuỗi ngắn (có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon).

Tốt hơn là, chế phẩm để sử dụng trong quy trình giặt của hoạt động giặt tẩy đồ vải dệt tại nhà, trong đó, nó có thể được thêm trực tiếp ở trạng thái nguyên chất vào máy giặt, ví dụ như thông qua ngăn định lượng hoặc, đối với

máy giặt cửa trên thì thêm trực tiếp vào lồng giặt. Chế phẩm cũng có thể được sử dụng trong hoạt động giặt tay ở quy mô gia đình.

Quy trình

Sáng chế này cung cấp một phương pháp để cải thiện độ ổn định của chế phẩm dưỡng vải, bằng cách thêm vào chế phẩm; hoạt chất làm mềm vải với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20% trọng lượng, polysacarit cation, polysacarit không ion, copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol và nước. Theo phương án được ưu tiên, copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol được thêm vào chế phẩm cùng lúc hoặc sau khi thêm hoạt chất làm mềm vải.

Ví dụ như:

Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế này, copolyme khối được thêm vào chế phẩm chính trong hỗn hợp trộn sẵn cùng lúc với hoạt chất làm mềm vải.

Theo phương án được ưu tiên thay thế của sáng chế này, copolyme khối được thêm vào chế phẩm chính sau hoạt chất làm mềm vải.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Bảng 1: Chế phẩm theo sáng chế này;

	% trọng lượng
TEA Quat ¹	4
Hương liệu tự do	0,92
Hương liệu đóng bao nang ²	0,86
Polysacarit cation ³	0,2
Polysacarit không ion ⁴	0,2
Pluronic PE 6800 ⁵	0,5
Thuốc nhuộm	0,005
Thành phần phụ	0,031
Nước	Đến 100

TEA Quat¹ - TEA quat của mỡ động vật được làm cứng một phần trong IPA, Ex. Stepan

Hương liệu đóng bao nang² – hương liệu đóng bao nang melamin formaldehyt, trọng lượng của hương liệu được bao nang như nhận được của IFF

Polysaccharit cation³ - guar hydroxypropyltrimoni clorua có trọng lượng phân tử trung bình dưới 1500000 dalton

Polysaccharit không ion⁴ - guar hydroxypropyl có trọng lượng phân tử trung bình từ 1500000 đến 2500000 dalton và MS nằm trong khoảng từ 0,9 đến 1,6

Pluronic PE 6800⁵ – của BASF

Điều chế 1 - thêm hoạt chất làm mềm vải vào trong hỗn hợp trộn sẵn

- 1) Nước được làm nóng đến khoảng 50°C.
- 2) Polysaccharit cation và polysaccharit không ion được trộn sẵn rồi thêm nước nóng vào bằng việc khuấy và hỗn hợp được trộn kỹ.
- 3) Các thành phần phụ được thêm vào.
- 4) Hương liệu được bao nang sau đó được thêm vào.
- 5) Hỗn hợp trộn sẵn Quat và PE 6800 được thêm từ từ bằng việc khuấy
- 6) Thuốc nhuộm sau đó được thêm vào và hỗn hợp được trộn kỹ.
- 7) Chế phẩm này sau đó được làm nguội đến khoảng 35°C và thành phần hương liệu được thêm vào với việc trộn nhiều hơn.
- 8) Chế phẩm thu được sau đó được làm nguội.

Điều chế 2 - thêm sau khi thêm hoạt chất làm mềm vải

- 1) Nước được làm nóng đến khoảng 50°C.
- 2) Polysaccharit cation và polysaccharit không ion được trộn sẵn rồi thêm nước nóng vào bằng việc khuấy và hỗn hợp được trộn kỹ.
- 3) Các thành phần phụ được thêm vào.
- 4) Hương liệu được bao nang sau đó được thêm vào.
- 5) Quat được thêm từ từ bằng cách khuấy

- 6) Thuốc nhuộm sau đó được thêm vào và hỗn hợp được trộn kỹ.
- 7) Chế phẩm này sau đó được làm nguội đến khoảng 35°C và thành phần hương liệu được thêm vào với việc trộn nhiều hơn.
- 8) PE 6800 được hòa tan trong nước và thêm vào chế phẩm và trộn kỹ.
- 9) Chế phẩm thu được sau đó được làm nguội.

Ví dụ 2

Các chế phẩm được điều chế theo Ví dụ 1, Điều chế 1 và được thử nghiệm về độ ổn định. Độ ổn định được đánh giá trực quan bằng cách quan sát sự tách pha.

Chế phẩm 1 là phương án của sáng chế

Chế phẩm A là ví dụ so sánh.

Bảng 2: Các chế phẩm thử nghiệm

	Chế phẩm A (% trọng lượng)	Chế phẩm 1 (% trọng lượng)
TEA Quat ¹	4	4
Hương liệu tự do	1,17	0,92
Hương liệu được bao nang ²	1,429 (trọng lượng huyền phù)	1,07 (trọng lượng huyền phù)
Polysacarit cation ³	0,4	0,2
Polysacarit không ion ⁴	-	0,2
Pluronic PE 6800 ⁵	-	0,5
Thuốc nhuộm	0,005	0,005
Thành phần phụ	0,031	0,031
Nước	Đến 100	Đến 100

Bảng 3: Kết quả về độ ổn định

	Số tuần cho đến thất bại			
	40°C	37°C	33°C	20°C
Chế phẩm A	<1	<1	<1	<1
Chế phẩm 1	15	19	26	60

Kết quả của các thử nghiệm về độ ổn định cho thấy rõ ràng rằng chế phẩm theo sáng chế (Chế phẩm 1) ổn định hơn đáng kể so với các chế phẩm chỉ có polysaccharit cation với hoạt chất làm mềm vải.

Yêu cầu bảo hộ**1. Chế phẩm dưỡng vải chứa:**

- a. hoạt chất làm mềm vải với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20% trọng lượng, mà là hợp chất amoni bậc bốn;
- b. polysacarit cation với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% trọng lượng, trong đó polysacarit cation là guar cation;
- c. polysacarit không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% trọng lượng;
- d. copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% trọng lượng; và
- e. nước.

2. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1, trong đó copolyme khối là polyme poloxame.**3. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó copolyme khối chứa polypropylen glycol khối có khối lượng mol từ 1400 đến 4000 g/mol và chứa polyetylen glycol với lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 80%, tính theo trọng lượng phân tử cuối cùng.****4. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polysacarit không ion là guar không ion.****5. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ trọng lượng của polysacarit cation trong chế phẩm so với polysacarit không ion trong chế phẩm là từ 1:10 đến 10:1.**

6. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trọng lượng kết hợp của polysacarit cation và polysaccharit không ion trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2% trọng lượng tổng chế phẩm.
7. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polysacarit cation và polysacarit không ion được trộn trước khi thêm vào chế phẩm dưỡng vải.
8. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hợp chất amoni bậc bốn là hợp chất amoni bậc bốn liên kết este.
9. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất amoni bậc bốn trong chế phẩm so với tổng trọng lượng của polysacarit cation và polysacarit không ion trong chế phẩm là từ 2:1 đến 100:1.
10. Phương pháp cải thiện độ ổn định của chế phẩm dưỡng vải bằng cách thêm vào chế phẩm này: hoạt chất làm mềm vải với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20% trọng lượng, là hợp chất amoni bậc bốn, polysacarit cation với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% trọng lượng, trong đó polysacarit cation là guar cation, polysacarit không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% trọng lượng, copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% trọng lượng và nước.
11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó copolyme khối của polypropylen glycol và polyetylen glycol được thêm vào chế phẩm cùng lúc hoặc sau hoạt chất làm mềm vải.