



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

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

(11)



1-0039218

(51)¹⁹ C11D 1/37; C11D 1/22; C11D 1/83;
C11D 1/72; C11D 1/06

(13) B

(21) 1-2019-06307

(22) 03/04/2018

(86) PCT/EP2018/058430 03/04/2018

(87) WO2018/206196 A1 15/11/2018

(30) 17170422.4 10/05/2017 EP

(45) 25/03/2024 432

(43) 30/01/2020 382A

(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

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

(72) BATCHELOR Stephen Norman (GB); BIRD Jayne Michelle (GB).

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

(54) CHẾ PHẨM TẮY GIẶT DẠNG LÔNG

(57) Sáng chế này liên quan đến chế phẩm tẩy giặt dạng lông chứa:

(i) từ 50 đến 80% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng; (ii) từ 15 đến 45% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic có cấu trúc sau: $R_1-(OCH_2CH_2)_n-OCH_2-COOH$, trong đó: R_1 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, và trong đó n được chọn từ 10 đến 24; (iii) ít hơn 10% trọng lượng nước; và (iv) từ 0 đến 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt không ion của cấu trúc sau: $R_2-(OCH_2CH_2)_n-OH$, trong đó: R_2 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{12} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, và trong đó n được chọn từ 5 đến 30; và trong đó độ pH của chế phẩm là từ 0,3 đến 2,0; và trong đó tỉ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng so với chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic là từ 1,5:1 đến 5:1.

Lĩnh vực sáng chế được đề cập

Sáng chế này cung cấp một chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng. Đặc biệt, nó liên quan đến một chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng để sử dụng trong quy mô gia đình.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Được mong muốn là chế phẩm giặt dạng lỏng chứa alkyl ete cacboxylat chuỗi dài bão hòa với sự etoxylat hóa ở mức độ cao vì chúng cung cấp tăng cường việc làm sạch đặc biệt là chất nhờn trên da của vết bẩn.

Alkyl ete cacboxylat chuỗi dài bão hòa với sự etoxylat hóa ở mức độ cao là vật liệu sáp dạng rắn ở nhiệt độ phòng.

Để giảm trọng lượng trong việc vận chuyển, mong muốn là có chất tẩy giặt dạng lỏng đậm đặc với lượng nước tối thiểu. Chất tẩy giặt này có thể được sử dụng trực tiếp để giặt hoặc trộn thêm với các thành phần khác trước khi giặt. Tuy nhiên, rất mong muốn rằng chất tẩy rửa dạng lỏng đậm đặc là chất lỏng có thể đổ ra, cả hai đều dễ sử dụng cho người tiêu dùng khi sử dụng chất tẩy rửa dạng lỏng đậm đặc hoặc khi chất tẩy rửa dạng lỏng đậm đặc được xử lý thêm thành một chất tẩy rửa dạng lỏng phức tạp hơn.

Theo đó, cần có chất tẩy giặt đậm đặc có chứa hàm lượng alkyl ete cacboxylat chuỗi dài bão hòa cao là chất lỏng có thể đổ ra ở nhiệt độ phòng.

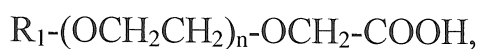
WO 2013/087286 (Unilever) bộc lộ chế phẩm dạng lỏng chứa nước chứa axit alkyl ete cacboxylic, betaine, chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt không ion để cung cấp những lợi ích làm mềm.

WO 2014/060235 (Unilever) bộc lộ chế phẩm nước tẩy giặt chứa (a) chất hoạt động bề mặt không ion, (b) chất hoạt động bề mặt anion, (c) axit alkyl ete cacboxylic hoặc muối cacboxylat của chúng, và, (d) polyglucosamine hoặc copolyme của glucosamin và N-axetylglucosamin; và để sử dụng nó để làm mềm vải.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một khía cạnh, mục đích của sáng chế này là cung cấp chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng bao gồm:

- (i) từ 50 đến 80% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng;
- (ii) từ 15 đến 45% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic có cấu trúc như sau:



trong đó: R_1 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, tốt hơn là các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{18} mạch thẳng, và trong đó n được chọn từ 10 đến 24;

- (iii) ít hơn 10% trọng lượng nước;
- (iv) từ 0 tới 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt không ion có cấu trúc sau



trong đó: R_2 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{12} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, tốt hơn là các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{18} mạch thẳng, và trong đó n được chọn từ 5 đến 30, tốt hơn là từ 10 đến 20;

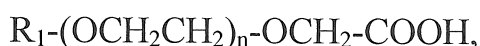
trong đó độ pH của các công thức là từ 0,3 đến 2,0, và

trong đó tỉ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng so với chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic là từ 1,5:1 đến 5:1.

Tốt hơn là độ pH của chế phẩm là từ 0,5 đến 2,0, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5.

Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng được ưu tiên chứa:

- (i) từ 60 đến 80% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng;
- (ii) từ 20 đến 40% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic có cấu trúc như sau:



trong đó: R_1 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{16} to C_{18} mạch thẳng bão hòa, và trong đó n được chọn từ 10 đến 20;

(iii) ít hơn 10% trọng lượng nước;

(iv) từ 0 tới 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt không ion có cấu trúc sau



trong đó: R_2 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{12} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, tốt hơn là các chuỗi alkyl C_{16} to C_{18} mạch thẳng, và trong đó n được chọn từ 10 đến 20;

trong đó độ pH của các công thức là từ 0,5 đến 2,0;

và trong đó tỉ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng so với chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic là từ 1,5:1 đến 4:1.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hàm lượng nước được đo bằng chuẩn độ Karl Fischer. Điều này có thể được thực hiện bằng cách sử dụng một máy chuẩn độ Karl Fischer, có sẵn từ MetroOhm, và Mettler Toledo.

Độ pH của chế phẩm đó là dung dịch 1% trọng lượng của chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng được hòa tan trong nước khử khoáng ở mức 293K.

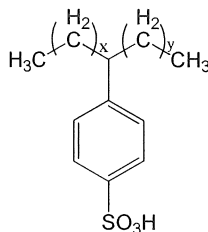
Nhiệt độ phòng được sử dụng ở đây được quy định là 293K.

Chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng

Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng chứa từ 50 đến 80% trọng lượng, tốt hơn là từ 55 đến 80% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 55 đến 75% trọng lượng, tốt nhất là từ 60 đến 75% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng. Trọng lượng được biểu thị dưới dạng proton hóa (tức là dạng axit alkyl benzen anion sunfonic mạch thẳng).

Chúng có thể được sử dụng như muối, ví dụ muối kim loại kiềm (tốt hơn là muối natri), trietanolamin, muối monoetanol amin. Muối natri là được ưu tiên nhất. Tốt hơn là dạng axit không trung hòa được sử dụng.

Axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng có cấu trúc:



Trong đó $x + y = 7, 8, 9$ hoặc 10 .

Tốt hơn là $x + y = 8$ có mặt ở mức trọng lượng lớn hơn 28% trọng lượng của tổng chất hoạt động bề mặt anion alkyl benzen mạch thẳng.

Tốt hơn là $x + y = 9$ có mặt ở mức lớn hơn 28% trọng lượng của tổng chất hoạt động bề mặt anion alkyl benzen mạch thẳng. Trọng lượng được biểu thị dưới dạng proton hóa.

Chất hoạt động bề mặt có thể được tạo ra bởi một loạt các cách khác nhau. Tổng hợp được thảo luận trong Anionic Surfactants Organic Chemistry do H.W. chính sửa Stache (Marcel Dekker, New York 1996).

Axit sulfonic alkyl benzen mạch thẳng có thể được tạo ra bằng cách sulfonat hóa alkyl benzen mạch thẳng. Quá trình sunfat hóa có thể được thực hiện với axit sunfuric đậm đặc, oleum hoặc lưu huỳnh trioxit. Axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng được tạo ra bởi phản ứng của alkyl benzen mạch thẳng với lưu huỳnh trioxit là được ưu tiên.

Alkyl benzen mạch thẳng có thể được tạo ra bởi nhiều cách khác nhau. Các ví dụ bao gồm: Benzen có thể được alkyl hóa bằng n-alken bằng cách sử dụng chất xúc tác HF.

Benzen có thể được alkyl hóa bằng n-alken trong lò phản ứng cố định nền với chất xúc tác axit rắn như Aluminosilicat (quy trình DETAL).

Benzen có thể được alkyl hóa bằng n-alken bằng cách sử dụng chất xúc tác nhôm clorua. Benzen có thể được alkyl hóa bằng n-chloroparaffins bằng cách sử dụng chất xúc tác nhôm clorua.

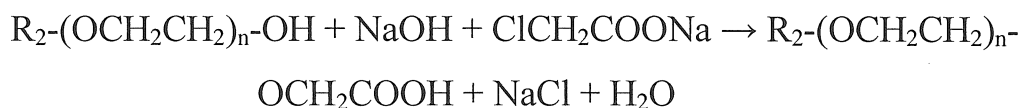
Axit alkyl ete cacboxylic

Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng chứa từ 15 đến 45% trọng lượng, tốt hơn là từ 15 đến 40% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 17,5 đến 40% trọng lượng, tốt nhất là từ 20 đến 40% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt anion axit alkyl ete cacboxylic.

Trọng lượng của axit alkyl ete cacboxylic được tính dưới dạng proton hóa, $R_2-(OCH_2CH_2)_n-OCH_2COOH$, trong đó n là từ 10 đến 24. Chúng có thể được sử dụng như muối, ví dụ như muối natri, trietanolamin, muối monoetanol amin. Muối natri là được ưu tiên nhất.

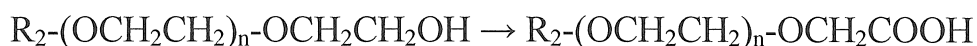
n có thể là từ 10 đến 24, tốt hơn là từ 10 đến 20, tốt hơn nữa là từ 15 đến 20.

Tổng hợp axit alkyl ete cacboxylic được thảo luận trong Anionic Surfactants Organic Chemistry sửa đổi bởi H.W. Stache (Marcel Dekker, New York 1996). Chúng có thể được tổng hợp thông qua sự phản ứng của rượu etoxylat tương ứng với axit cloroacetic hoặc monochloro natri axetat với sự có mặt của NaOH:-



Trong phần tổng hợp còn lại này, $R_2-(OCH_2CH_2)_n-OH$ có thể có mặt, tốt hơn là các mức $R_2-(OCH_2CH_2)_n-OH$ là từ 0 đến 10% trọng lượng của axit alkyl ete cacboxylic. Các mức độ thấp của axit diglycolic và axit glycolic có thể có mặt như sản phẩm sinh học.

Axit alkyl ete cacboxylic cũng có thể được tổng hợp thông qua phản ứng oxy hóa:-



Quá trình oxy hóa thường được tiến hành bằng cách sử dụng oxy làm chất oxy hóa trong các điều kiện cơ bản với sự có mặt của chất xúc tác kim loại như Pd/Pt, như được mô tả trong DE3135946; DE2816127 và EP0304763.

Chuỗi alkyl có thể là mạch thẳng hoặc phân nhánh, tốt hơn là mạch thẳng.

Chuỗi alkyl tốt hơn là được chọn từ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}$ và $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}$.

Axit alkyl ete cacboxylic tốt nhất có cấu trúc:



Axit alkyl ete cacboxylic có bán sẵn trên thị trường từ Kao (Akypo ®), Huntsman (Empicol®) và Clariant (Emulsogen ®).

Axit alkyl ete cacboxylic tốt hơn là được sử dụng trực tiếp tạo thành chất tổng hợp mà không cần tinh chế thêm.

Tỉ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic so với chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic là từ 1,5:1 đến 5:1. Tỉ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng so với chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic có thể tốt hơn là từ 1,5:1 đến 4,5:1, ví dụ như từ 1,5:1 đến 4:1; hoặc từ 2:1 đến 4,5:1; hoặc từ 2:1 đến 4:1; hoặc thậm chí từ 2,5:1 đến 4,25:1; hoặc thậm chí từ 2,5:1 đến 4:1.

Nước có thể không có trong chế phẩm, hoặc có mặt ở mức ít hơn 10% trọng lượng, tốt hơn là ít hơn 9% trọng lượng. Nếu nước có mặt, tốt hơn là có mặt ở mức từ 0,01 đến 8% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 8% trọng lượng, tốt nhất là từ 1 đến 8% trọng lượng.

Chất hoạt động bề mặt không ion có thể không có trong chế phẩm, hoặc có mặt ở mức ít hơn 20% trọng lượng, tốt hơn là ít hơn 15% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít hơn 12% trọng lượng. Nếu chất hoạt động bề mặt không ion có mặt, tốt hơn là có mặt ở mức từ 0,1 đến 20% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 15% trọng lượng, tốt nhất là từ 0,25 đến 12% trọng lượng.

Chất hoạt động bề mặt không ion có cấu trúc sau:



trong đó: R_2 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{12} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, tốt hơn là các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{18} mạch thẳng, và trong đó n được chọn từ 5 đến 30, tốt hơn là từ 10 đến 20.

Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng theo sáng chế có thể được xem là chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng cô đặc. Nó có thể được sử dụng trực tiếp, hoặc tốt hơn nữa là được sử dụng như một thành phần để tạo thành các chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng hơn nữa.

Các chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng như vậy có thể chứa thêm các thành phần khác như: axit béo hoặc muối của chúng, thuốc nhuộm màu, enzym (như lipaza, proteaza, amylaza, cellulase), polyme chống lại việc không lắng đọng, polyme ức chế chuyển thuốc nhuộm, chất phụ gia, chất tạo cấu trúc hoặc chất làm dày, chất cô lập, hương liệu, và/hoặc polyme giải phóng vết bẩn.

Thử nghiệm

Các hỗn hợp sau đây chứa 20% trọng lượng của alkyl ete cacboxylat ($R_1 =$ stearyl, $n = 20$, được sử dụng làm muối Na) và 80% trọng lượng chất hoạt động bề mặt thứ hai được điều chế ở mức 333K. Ở nhiệt độ này, tất cả các thành phần là chất lỏng. Chúng sau đó được làm nguội đến 293K. Pha kết quả được thể hiện trong bảng. Độ pH của các công thức là từ 0,3 đến 2,0

Chất hoạt động bề mặt thứ hai	Pha ở 293K
Axit anion alkyl benzen sulfonic mạch thẳng <i>sáng chế</i>	Chất lỏng có thể đổ được
Natri lauryl ete sulfonat với 1 mol của sự etoxylat hóa <i>so sánh</i>	Chất rắn
Natri lauryl ete sulfonat với 3 mol của sự etoxylat hóa	Gel mềm

<i>so sánh</i>	
Chất hoạt động bề mặt không ion: rượu etoxylat với C13-15 và 7 mol của sự etoxylat hóa <i>so sánh</i>	Gel mềm

Thử nghiệm được lặp đi lặp lại với các tỷ lệ khác nhau của axit anion alkyl benzen sulfonic mạch thẳng so với alkyl ete cacboxylat. Kết quả được thể hiện trong bảng sau, cùng với mục nhập cho ví dụ trước: -

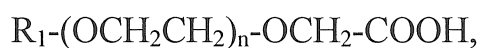
% trọng lượng alkyl ete cacboxylat	% trọng lượng axit anion alkyl benzen sulfonic mạch thẳng	Pha ở 293K
100 <i>so sánh</i>	0	chất rắn
50 <i>so sánh</i>	50	Gel mềm
40 <i>sáng chế</i>	60	Chất lỏng có thể đổ được
30 <i>sáng chế</i>	70	Chất lỏng có thể đổ được
20 <i>sáng chế</i>	80	Chất lỏng có thể đổ được

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng chứa:

(i) từ 50 đến 80% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng;

(ii) từ 15 đến 45% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic có cấu trúc như sau:



trong đó: R_1 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, tốt hơn là các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{18} mạch thẳng, và trong đó n được chọn từ 10 đến 24;

(iii) ít hơn 10% trọng lượng nước;

(iv) từ 0 tới 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt không ion có cấu trúc sau



trong đó: R_2 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{12} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, tốt hơn là các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{18} mạch thẳng, và trong đó n được chọn từ 5 đến 30, tốt hơn là từ 10 đến 20;

trong đó độ pH của các công thức là từ 0,3 đến 2,0, và

trong đó tỉ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng so với chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic là từ 1,5:1 đến 5:1; và,

trong đó độ pH của chế phẩm đó là dung dịch 1% trọng lượng của chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng được hòa tan trong nước khử khoáng ở mức 293K.

2. Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng theo điểm 1, trong đó độ pH của chế phẩm là từ 0,5 đến 2,0, tốt hơn là từ 0,5 đến 1,5.

3. Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion có mặt ở mức từ 0,1 đến 20% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,1 đến 15% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,25 đến 12% trọng lượng.

4. Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm chứa từ 55 đến 80% trọng lượng, tốt hơn là từ 55 đến 75% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 60 đến 75% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng.

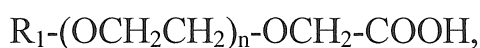
5. Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm chứa từ 15 đến 40% trọng lượng, tốt hơn là từ 17,5 đến 40% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 20 đến 35% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt anion axit alkyl ete cacboxylic.

6. Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó mức nước là từ 0 đến ít hơn 9% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,01 đến 8% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 8% trọng lượng, tốt nhất là từ 1 đến 8% trọng lượng.

7. Chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng theo điểm 1, chứa:

(i) từ 60 đến 80% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng;

(ii) từ 20 đến 40% trọng lượng một chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic có cấu trúc như sau:



trong đó: R_1 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{16} đến C_{18} mạch thẳng bão hòa, và trong đó n được chọn từ 15 đến 20;

(iii) ít hơn 10% trọng lượng nước;

(iv) từ 0 tới 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt không ion có cấu trúc sau



trong đó: R_2 được chọn từ các chuỗi alkyl C_{12} đến C_{22} mạch thẳng hoặc phân nhánh bão hòa, tốt hơn là các chuỗi alkyl C_{16} to C_{18} mạch thẳng, và trong đó n được chọn từ 10 đến 20;

trong đó độ pH của các công thức là từ 0,5 đến 2,0;

và trong đó tỉ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt axit alkyl benzen sulfonic mạch thẳng so với chất hoạt động bề mặt axit alkyl ete cacboxylic là từ 1,5:1 đến 4:1; và

trong đó độ pH của chế phẩm đó là dung dịch 1% trọng lượng của chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng được hòa tan trong nước khử khoáng ở mức 293K.