



(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)



1-0044598

(51)<sup>2019.01</sup> C11D 3/00; C11D 1/66; C11D 17/00

(13) B

(21) 1-2020-00996

(22) 16/07/2018

(86) PCT/EP2018/069257 16/07/2018

(87) WO2019/037952 A1 28/02/2019

(30) 17187802.8 24/08/2017 EP

(45) 25/04/2025 445

(43) 25/09/2020 390A

(71) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

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

(72) ACHARYA Koushik (IN); HIBARE Sujitkumar Suresh (IN); BHUNIA Panchanan (IN).

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

(54) THÀNH PHẦN PHÁ BỌT ĐỂ KẾT HỢP VÀO CHẤT TẨY GIẶT, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ THÀNH PHẦN PHÁ BỌT VÀ CHẾ PHẨM TẨY GIẶT CHỨA THÀNH PHẦN PHÁ BỌT NÀY

(21) 1-2020-00996

(57) Sáng chế thuộc trong lĩnh vực chế phẩm làm sạch vải; đặc biệt là các chế phẩm bột giặt có đủ đặc tính tạo bọt và làm sạch khi giặt chính, nhưng lại làm giảm đáng kể bọt ở giai đoạn giũ xả. Theo đó, các tác giả sáng chế đã nghiên cứu các cách cải thiện thành phần phá bọt sao cho thành phần phá bọt này cải thiện hiệu quả giảm bọt trong giai đoạn giũ xả. Tuy nhiên, họ phát hiện ra rằng việc kết hợp monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa trong chế phẩm làm sạch có tác dụng phụ đối với tác động của hương liệu trong chế phẩm làm sạch. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng những nhược điểm của tình trạng kỹ thuật có thể được khắc phục khi monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được hấp phụ bởi chất mang rỗng xốp có kích thước lỗ và độ pH cụ thể. Thành phần phá bọt theo sáng chế không che lấp và/hoặc biến đổi việc cấp phối hương liệu của chế phẩm tẩy rửa.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế thuộc lĩnh vực chế phẩm làm sạch vải; đặc biệt là các chế phẩm tẩy rửa dạng bột mang lại các đặc tính tạo bọt và làm sạch trong giai đoạn giặt chính, đồng thời làm giảm bọt đáng kể ở giai đoạn giữ xả.

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

Nước ngày càng khan hiếm, đặc biệt là ở các nước đang phát triển. Do đó, cần phải tiết kiệm nước theo nhiều cách nhất có thể.

Các chất tẩy giặt có chất hoạt động bề mặt anion thường tạo bọt trong quá trình sử dụng kể cả với việc giặt tay. Bọt thường được gắn kết với các sản phẩm làm sạch như các chế phẩm tẩy giặt và các chế phẩm rửa bát đĩa. Các sản phẩm tạo dư dả bọt trong giai đoạn làm sạch trước khi giữ xả, hay nói cách khác, những sản phẩm có khả năng tạo bọt nhiều hơn, được coi là tốt hơn so với các sản phẩm ít bọt hơn. Người tiêu dùng thích sản phẩm tạo dư dả bọt. Mặt khác, cần phải giữ xả các đồ vật bằng nước sạch để bọt tan đi. Trong chu kỳ giữ xả, người tiêu dùng có xu hướng gắn kết sự hiện diện của bọt trong nước xả với sự tồn tại của dư lượng chất hoạt động bề mặt trên quần áo, và từ đó cho rằng quần áo chưa được "sạch". Hầu hết người tiêu dùng có xu hướng giữ xả cho đến khi không có dấu hiệu hiện diện của bọt và theo chuẩn thường có bốn đến năm chu kỳ giữ xả. Tuy nhiên, cách làm như vậy là không bền vững vì cần một lượng nước sạch đáng kể cho mỗi chu kỳ giữ xả. Do đó, cần có các chế phẩm tạo dư dả bọt ở giai đoạn trước khi giữ xả, nhưng lại có thể được giữ sạch bằng lượng nước tối thiểu.

Thực ra, người ta đã phát hiện ra rằng, giữ xả ít lần hơn cũng có thể loại bỏ đủ mức chất hoạt động bề mặt và do đó giữ xả nhiều lần là không cần thiết. Thành phần phá bọt có hoạt tính chọn lọc trong giai đoạn giữ xả có thể loại bỏ lượng bọt quá mức không mong muốn trong giai đoạn giữ xả và do đó thay đổi nhận thức của người tiêu dùng về sự đủ mức và hiệu quả của một lần giữ xả, do đó tiết kiệm

nước và công sức cho các lần giữ xả lặp lại. Thành phần phá bọt này cũng làm cho việc giữ xả trở nên dễ dàng.

Các chất phá bọt thông thường như silicon và xà phòng là những chất phá bọt tốt nhưng chúng làm ảnh hưởng đến thể tích bọt trong giai đoạn trước khi giữ xả. Các chất chống tạo bọt gốc silicon được sử dụng rộng rãi trong các chế phẩm tẩy giặt và làm cho việc giữ xả trở nên dễ dàng.

Monoglyxerit cùng với chất chống tạo bọt silicon đã được sử dụng trong các chế phẩm tẩy rửa để mang lại lợi ích chống tạo bọt do độ hiệp lực nhất định được nhận thấy khi chúng được sử dụng cùng nhau.

Như bộc lộ trong EP0210731 A2 (Dow Corning, 1987) mô tả chất kiểm soát bọt dạng hạt có độ ổn định khi lưu trữ để đưa vào chế phẩm bột giặt chứa chất chống tạo bọt silicon và chất liệu hữu cơ có glyxerol monoeste. Chất kiểm soát bọt sử dụng hạt mang làm nền vững chắc, để chất chống tạo bọt silicon và chất liệu hữu cơ có thể bám phủ và do đó tạo thành nền khô cho chất chống tạo bọt silicon. Các hạt mang này có thể chứa bất kỳ chất liệu phù hợp nào thuận tiện có thể là thành phần hoặc các chất cấu thành thường là một phần của chế phẩm tẩy giặt.

Gần đây, WO12075962 A1 (Dow Corning) bộc lộ chế phẩm kiểm soát bọt dạng hạt chứa chất kiểm soát bọt, phụ gia hữu cơ, chất độn kỵ nước và polyme. Các chất phụ gia hữu cơ và chất kiểm soát bọt kết bám lên chất mang vô cơ dạng hạt tan trong nước để tạo thành chế phẩm kiểm soát bọt dạng hạt. Được bộc lộ rằng các chất mang không hòa tan như zeolit là không phù hợp. Phụ gia hữu cơ làm tăng hiệu quả kiểm soát bọt của chế phẩm và phụ gia có điểm nóng chảy ít nhất là 45°C. Phụ gia hữu cơ có thể là polyol este, ưu tiên là monoeste hoặc dieste của glyxerol với axit cacboxylic có từ 8 đến 30 nguyên tử cacbon. Ví dụ về dieste và monoeste bao gồm glyxerol monostearat, glyxerol monolaurat, glyxerol distearat hoặc glyxerol monobehanat, tổ hợp của monoeste với dieste của glyxerol cũng được bộc lộ.

Mặc dù chất chống tạo bọt silicon được sử dụng rộng rãi, nhưng để sử dụng trong bột giặt, chúng phải được cung cấp ở dạng ổn định trong môi trường có tính

bazơ cao của chế phẩm giặt tẩy. Điều này đòi hỏi các chất chống tạo bọt silicon phải được bao nang phù hợp để bảo vệ chất chống tạo bọt silicon khỏi môi trường như vậy cho đến khi nó sẵn sàng được sử dụng. Tuy nhiên, các chế phẩm tẩy rửa có silicon làm thành phần chống tạo bọt này không đem lại bất kỳ lợi ích nào khác ngoài việc phá bọt. Ngoài ra, các chất chống tạo bọt silicon làm tăng tổng giá thành sản phẩm. Độ ổn định của chất chống tạo bọt silicon cũng suy giảm khi chế phẩm được lưu trữ trong thời gian dài.

Trong EP0076558 A1 (ICI Plc, 1983), một nỗ lực hướng tới việc cung cấp hệ thống chống tạo bọt thay thế đã được thực hiện và bộc lộ chế phẩm dạng lỏng để kiểm soát bọt không mong muốn có một tổ hợp của dầu khoáng và dầu thực vật với chất rắn có diện tích bề mặt cao và các hợp chất có hoạt tính bề mặt. Chất rắn có diện tích bề mặt cao là silic dioxit và các hợp chất có hoạt tính bề mặt bao gồm glyxerol monooleat. Trong chế phẩm này, thành phần chất rắn được phân tán trong chế phẩm dạng lỏng.

Trong khi các monoglyxerit mang lại lợi ích phá bọt, nhưng việc sử dụng chúng trong chế phẩm tẩy giặt bị hạn chế. Một trong những lý do cho việc này mà các tác giả sáng chế đã tìm thấy có thể là do các monoglyxerit có mùi mỡ dẹt có xu hướng che lấp và/hoặc làm biến đổi việc tạo hương thơm đòi hỏi phải tăng liều lượng hương liệu. Hương liệu là thành phần đắt tiền, bất kỳ sự tăng lên nào về liều lượng chúng sẽ là bất lợi. Hơn nữa, mùi mỡ dẹt trở thành nặng mùi với việc lưu trữ làm hạn chế hơn nữa mức độ mà các monoglyxerit có thể được kết hợp trong các phẩm tẩy rửa.

Do đó, có một nhu cầu chưa được đáp ứng đối với thành phần phá bọt có hệ thống chống tạo bọt hiệu quả hơn.

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm tẩy rửa, đặc biệt là chế phẩm giặt, mang lại thể tích bọt cao trong giai đoạn giặt hoặc giai đoạn trước khi giũ xả nhưng đòi hỏi số lần giũ xả để lượng bọt tan đi ít hơn bình thường.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất thành phần phá bọt để sử dụng trong chế phẩm tẩy rửa, chỉ có tác động phá bọt trong giai đoạn giũ xả trong khi vẫn duy trì các đặc tính tạo bọt trong giai đoạn giặt chính.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất thành phần phá bọt để sử dụng trong chế phẩm tẩy rửa, bảo đảm việc cấp phối hương liệu và không có xu hướng che lấp hoặc làm biến đổi tác động của hương liệu.

Theo đó, các tác giả sáng chế hiện nay đã nghiên cứu các cách cải thiện thành phần phá bọt sao cho thành phần phá bọt cải thiện hiệu quả giảm bọt trong giai đoạn giữ xả. Tuy nhiên, họ phát hiện ra rằng việc kết hợp monoeste của glyxerol của axit béo không bão hòa trong chế phẩm làm sạch có tác dụng phụ đối với tác động của hương liệu trong chế phẩm làm sạch.

Các tác giả sáng chế đã ngạc nhiên thấy rằng những nhược điểm của tình trạng kỹ thuật có thể được khắc phục, và thành phần phá bọt vẫn duy trì các đặc tính tạo bọt trong giai đoạn trước khi giữ xả và có tác dụng phá bọt trong giai đoạn giữ xả là có thể đạt được nếu monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa bị giữ bởi chất mang rỗng xốp có kích thước lỗ và độ pH trong phạm vi cụ thể.

Các tác giả sáng chế này đã phát hiện thêm rằng việc cấp phối hương liệu trong chế phẩm tẩy rửa chứa thành phần phá bọt theo sáng chế không che lấp và/hoặc biến đổi ngay cả khi có hàm lượng monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa cao. Ngoài ra còn phát hiện được rằng sự hiện diện của thành phần phá bọt trong chế phẩm làm sạch làm giảm sức căng bề mặt trong giai đoạn giặt và gây tăng sức căng bề mặt ở giai đoạn giữ xả, do đó góp phần cả vào việc làm sạch trong giai đoạn giặt và cả việc làm mất ổn định bọt ở giai đoạn giữ xả. Cũng còn nhận thấy độ ổn định của thành phần phá bọt qua thời gian cũng được tăng cường.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo đó, theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là đề xuất thành phần phá bọt để đưa vào chế phẩm tẩy rửa, thành phần bao gồm monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa bị giữ bởi chất mang rỗng xốp có đường kính lỗ trung bình từ  $3 \times 10^{-4}$  micromet đến  $5 \times 10^{-3}$  micromet và trong đó dung dịch chất mang rỗng xốp với hàm lượng 1% trọng lượng trong nước cất ở nhiệt độ 25°C có độ pH trong khoảng từ 6,5 đến 8,5.

Theo khía cạnh thứ hai, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình điều chế thành phần phá bọt bao gồm các bước trộn kỹ monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa với chất mang rỗng xốp để thu được một hỗn hợp đồng nhất.

Theo khía cạnh thứ ba, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm tẩy rửa chứa thành phần phá bọt theo khía cạnh thứ nhất.

Theo khía cạnh thứ tư, mục đích của sáng chế là đề xuất việc sử dụng thành phần phá bọt theo sáng chế để mang lại hoạt tính phá bọt khi giữ xả.

Những khía cạnh này và các khía cạnh khác, các tính năng và lợi thế khác sẽ trở nên rõ ràng đối với những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật từ việc đọc mô tả chi tiết sau đây và các yêu cầu bảo hộ đi kèm. Để tránh hiểu nhầm, mọi tính năng của một khía cạnh của sáng chế có thể được sử dụng trong bất kỳ khía cạnh nào khác của sáng chế. Từ "bao gồm" có nghĩa là "bao hàm" nhưng không nhất thiết là "cấu thành từ" hoặc "hợp thành từ". Nói cách khác, các bước hoặc tùy chọn được liệt kê không nhất thiết phải đầy đủ. Cần lưu ý rằng các ví dụ được đưa ra trong phần mô tả dưới đây nhằm làm rõ sáng chế và không nhằm mục đích giới hạn sáng chế đối với các ví dụ đó. Tương tự, tất cả các tỷ lệ phần trăm là tỷ lệ trọng lượng/trọng lượng trừ khi có quy định khác. Ngoại trừ trong các ví dụ vận hành và so sánh, hoặc trong trường hợp được chỉ định rõ ràng khác, tất cả các số trong bản mô tả này chỉ ra lượng chất liệu hoặc điều kiện phản ứng, tính chất vật lý của chất liệu và/hoặc việc sử dụng phải được hiểu là sửa đổi bởi từ "khoảng". Phạm vi số được biểu thị theo định dạng "từ x đến y" được hiểu là bao gồm x và y. Khi đối với một tính năng cụ thể, nhiều phạm vi ưu tiên được mô tả theo định dạng "từ x đến y", có thể hiểu rằng tất cả các phạm vi kết hợp các điểm cuối khác nhau cũng được dự tính.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến thành phần phá bọt bao gồm monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa bị giữ bởi chất mang rỗng xốp.

Như được sử dụng trong tài liệu này, "bị giữ" có nghĩa là được giữ, như bằng cách hấp thụ vào hoặc hấp phụ lên, bởi một chất khác. Nói cách khác,

monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa có thể được hấp thụ vào và/hoặc hấp phụ lên chất mang rỗng xốp.

Thành phần phá bọt

Chất mang rỗng xốp:

Thành phần phá bọt theo sáng chế này bao gồm chất mang rỗng xốp.

Chất mang rỗng xốp theo sáng chế này có các lỗ vi xốp có đường kính lỗ trung bình từ  $3 \times 10^{-4}$  micromet đến  $5 \times 10^{-3}$  micromet. Ưu tiên là đường kính lỗ không nhỏ hơn  $3,5 \times 10^{-4}$  micromet, vẫn ưu tiên hơn là không nhỏ hơn  $5 \times 10^{-4}$  micromet, ưu tiên hơn nữa là không dưới  $7 \times 10^{-4}$  micromet nhưng thường không quá  $4 \times 10^{-3}$  micromet, ưu tiên là không quá  $2 \times 10^{-3}$  micromet hoặc thậm chí ưu tiên hơn là không quá  $1,5 \times 10^{-3}$  micromet. Đường kính lỗ trung bình (kích thước lỗ) được tính bằng đường đẳng nhiệt hấp phụ BET. Phương pháp được sử dụng để xác định là theo (ASTM D 3663-03 (2015)).

Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, các tác giả sáng chế tin rằng phạm vi đường kính lỗ đảm bảo sự hấp phụ hiệu quả của monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa vào chất mang rỗng xốp, đồng thời ngăn chặn quá trình khử monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa vào chế phẩm tẩy rửa, kết hợp trong quá trình lưu trữ bình thường trước khi bán. Phạm vi đường kính lỗ đảm bảo rằng các thành phần kiềm trong chế phẩm tẩy giặt, cụ thể là các hạt natri cacbonat kiềm nhỏ hơn không tiếp xúc trực tiếp với monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được hấp phụ vào chất mang rỗng xốp hoặc hấp phụ lên vách bề mặt bên trong lỗ của chất mang rỗng xốp.

Để mang lại các đặc tính hấp phụ cần thiết cho monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa, chất mang ưu tiên là có thể tích lỗ ít nhất là 0,2ml/g. Ưu tiên hơn là thể tích lỗ của chất mang rỗng xốp nằm trong khoảng từ 0,5 đến 6 ml/g, ưu tiên hơn là ít nhất 0,54ml/g, ưu tiên hơn nữa là ít nhất 0,8ml/g, thậm chí ưu tiên hơn nữa là ít nhất 1ml/g nhưng thường không nhiều hơn 5,9ml/g, ưu tiên là 5ml/g, ưu tiên hơn là không quá 3ml/g, ưu tiên hơn nữa là không quá 2,5ml/g và ưu tiên hơn cả là không quá 2ml/g.

Chất mang rỗng xốp theo sáng chế ưu tiên là có đường kính hạt trung bình không vượt quá 2000  $\mu\text{m}$ . Ưu tiên là đường kính hạt trung bình sẽ từ 80 đến 2000  $\mu\text{m}$ . Trong bối cảnh của sáng chế này, kích thước hạt là trên 100 micron được xác định bằng sàng lọc, kích thước hạt dưới 100 micron được xác định bằng máy phân tích hạt Malvern 3600.

Cần phải hiểu rằng các hạt mang có thể ở cấu trúc tinh thể có đường kính hạt trung bình từ 0,1 đến 50  $\mu\text{m}$ . Chúng thường được gọi là các hạt sơ cấp. Các nhóm của các hạt sơ cấp này kết tụ lại để tạo thành các hạt thứ cấp hoặc các hạt mang hoặc chất kết tụ có đường kính hạt trung bình ít nhất là 80  $\mu\text{m}$  như được định nghĩa ở trên. Các chất mang vô cơ thích hợp để sử dụng trong tài liệu này ưu tiên là chất ưa nước.

Một cách thuận lợi, chất mang rỗng xốp có diện tích bề mặt BET từ 150  $\text{m}^2/\text{g}$  đến 500  $\text{m}^2/\text{g}$ . Diện tích bề mặt BET là ước tính tổng diện tích hấp phụ của sự hấp phụ đơn lớp nitơ trong hạt xốp. Quy trình đo diện tích bề mặt BET bằng nitơ được biết đến với những thành phần quen thuộc trong kỹ thuật và bao gồm các bước gồm (1) đặt các hạt xốp vào ống thủy tinh, đầy khoảng một nửa, (2) áp dụng chân không cao để loại bỏ các loại bị hấp phụ, (3) làm mát mẫu bột đến khoảng 76 độ Kelvin, (4) đánh giá khả năng hấp phụ của bột theo áp suất riêng phần của nitơ được bơm vào ống. Dữ liệu hấp phụ sau đó được tổ chức để mang lại tổng diện tích bề mặt cho quá trình hấp phụ nitơ (đơn lớp).

Diện tích bề mặt BET trung bình của chất mang rỗng xốp là từ 150  $\text{m}^2/\text{g}$  đến 500  $\text{m}^2/\text{g}$ , ưu tiên hơn là từ 300  $\text{m}^2/\text{g}$  đến 400  $\text{m}^2/\text{g}$ .

Chất mang rỗng xốp có độ pH trong khoảng từ 6,5 đến 8,5 khi dung dịch chất mang rỗng xốp với hàm lượng 1% trọng lượng trong nước cất được đo ở nhiệt độ 25°C. Ưu tiên là dung dịch chất mang rỗng xốp với hàm lượng 1% trọng lượng trong nước cất ở nhiệt độ 25°C có độ pH trong khoảng từ 6,5 đến 8. Độ pH của chất mang rỗng xốp được đo bằng cách hòa tan 1 gram chất đã chọn trong nước cất nước và tạo thành dung dịch đến 100mL. Độ pH của dung dịch được đo bằng máy đo pH hiệu chuẩn ở nhiệt độ 25°C.

Chất mang rỗng xốp ưu tiên là không tan trong nước. Thuật ngữ không hòa tan trong nước có nghĩa là độ hòa tan của chất mang trong nước dưới 1g/L ở nhiệt độ 25°C, ưu tiên hơn là dưới 0,5 g/L và ưu tiên hơn cả là dưới 0,1g/L.

Các ví dụ được ưu tiên của chất mang rỗng xốp là chất liệu có sẵn trên thị trường có các đặc tính lỗ và pH cần thiết theo khía cạnh đầu tiên của sáng chế. Chất mang rỗng xốp có thể ở dạng hạt ưu tiên là ở dạng tinh thể. Ưu tiên chất mang rỗng xốp là chất liệu vô cơ được chọn từ danh sách không giới hạn bao gồm canxi cacbonat kết tủa, silic dioxit kết tủa, nhôm silicat vi xốp dạng tinh thể và dolomit, ưu tiên hơn là chất mang rỗng xốp là nhôm silicat vi xốp dạng tinh thể. Các nhôm silicat vi xốp dạng tinh thể được ưu tiên là zeolit.

Trong bối cảnh của sáng chế, zeolit là chất mang rỗng xốp được ưu tiên. Zeolit như thường được biết đến trong kỹ thuật, là nhôm silicat dạng tinh thể có cấu trúc khung mở liên kết ngang đầy đủ được xây dựng từ các tứ diện, các nhóm có góc chia  $\text{SiO}_4$  và  $\text{AlO}_4$ . Các zeolit thuộc nhóm khoáng chất thường được gọi là silicat khung (tectosilicates), và kiến trúc tinh thể của chúng có thể được lý tưởng hóa khi được tạo từ các nguyên tử silicon trong tứ diện, sự phối hợp bốn lần với các nguyên tử oxy trong mạng 3 chiều. Mỗi nguyên tử silicon trong cấu trúc có điện tích định mức  $4^+$  và chia sẻ 4 nguyên tử oxy (mỗi nguyên tử có điện tích định mức là  $2^-$ ) với các nguyên tử silicon khác trong mạng tinh thể. Việc thế  $\text{Al}^{3+}$  đẳng áp cho  $\text{Si}^{4+}$  trong khung tạo ra sự mất cân bằng điện tích trên mạng phải được khắc phục bằng cách kết hợp các cation bổ sung gần các vị trí Al. Sự điều chỉnh về mặt không gian của các cation đã thủy hóa hướng đến sự kết tinh của nhôm silicat hướng tới sự hình thành các cấu trúc mở hơn có chứa các rãnh hoặc lỗ vi xốp trong tinh thể. Các lỗ vi xốp cấu trúc trong các zeolit khan cho phép sự đi qua và hấp phụ của các phân tử dựa trên kích thước tạo ra các đặc tính sàng phân tử của chất. Công thức cấu trúc của zeolit dựa trên tế bào của đơn vị tinh thể, đơn vị cấu trúc nhỏ nhất được biểu thị bởi  $\text{M}_{m/n}[\text{AlO}_2]_m(\text{SiO}_2)_y \cdot x\text{H}_2\text{O}$  trong đó  $m/n$  là hóa trị của cation M,  $x$  là số của các phân tử nước trên một đơn vị tế bào,  $m$  và  $y$  là tổng số tứ diện trên mỗi đơn vị tế bào và  $y/m$  là từ 1 đến 100. Trong phương án

cụ thể, y/m là từ khoảng 1 đến khoảng 5. Cation M có thể là nguyên tố nhóm IA và/hoặc nhóm IIA, chẳng hạn như natri, kali, magie, canxi và hỗn hợp của chúng.

Các chất liệu zeolit nhôm silicat hữu ích trong ví dụ thực tế của sáng chế này có sẵn trên thị trường. Các loại zeolit X và Y có kích thước lỗ nhỏ từ khoảng  $7,4 \times 10^{-4}$  micromet đến khoảng  $1 \times 10^{-3}$  micromet, thích hợp để khuếch tán monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa vào khoang zeolit. Mặc dù sự phân bố kích thước lỗ và tỷ lệ silicon với nhôm (tính kỹ nước của khoang), cation và độ ẩm là các công cụ sàng lọc quan trọng để lựa chọn giữa các loại zeolit khác nhau như zeolit A, X, Y, v.v., trước đây có rất ít tiêu chí hướng dẫn để chọn zeolit được ưu tiên từ một loại zeolit đã cho, ví dụ như loại zeolit X, Y hoặc A, cho các ứng dụng hiện nay. Thông thường, các zeolit được ưu tiên là zeolit loại A hoặc 4A với đường kính lỗ trung bình khoảng  $4 \times 10^{-4}$  micromet. Không muốn bị giới hạn bởi lý thuyết, người ta tin rằng các zeolit được ưu tiên này mang lại cấu trúc giống như kênh hoặc khung, trong đó monoeste của glyxerol và các phân tử axit béo không bão hòa bị mắc kẹt.

Chất mang rỗng xốp có mặt trong thành phần phá bọt ở nồng độ từ 10 đến 95% trọng lượng, ưu tiên là không dưới 40% trọng lượng, ưu tiên hơn là không dưới 50% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa là không dưới 55% trọng lượng và ưu tiên hơn cả là không dưới 65% trọng lượng, nhưng thường không quá 90% trọng lượng, ưu tiên là không quá 85% trọng lượng và ưu tiên hơn cả là không quá 75% trọng lượng của thành phần phá bọt. Chất mang rỗng xốp để sử dụng trong tài liệu này mang lại nền vững chắc, trên đó monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được lắng đọng trong quá trình sản xuất; do đó chất mang ưu tiên là ở dạng hạt rắn. Chất mang rỗng xốp ưu tiên là tương thích với các thành phần tẩy giặt, không tan trong nước, tan trong nước hoặc phân tán trong nước để tạo điều kiện cho sự phân tán của monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa trong dung dịch nước trong quy trình giặt và có khả năng hấp phụ hoặc hấp phụ monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa, ưu tiên hơn là hấp thụ monoeste. Ưu tiên là chất mang rỗng xốp không phản ứng đối với monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa.

Monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa:

Thành phần phá bọt theo sáng chế bao gồm monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được hấp phụ bởi chất mang rỗng xốp.

Ưu tiên là axit béo không bão hòa hữu ích trong monoeste có thể bao gồm bất kỳ axit béo không bão hòa  $C_{18}$  đến  $C_{24}$  nào, axit béo mạch nhánh hoặc không phải mạch nhánh, mono hoặc polyme. Các axit béo không bão hòa thích hợp có thể có các gốc đơn không bão hòa, gốc đôi không bão hòa hoặc gốc đa không bão hòa. Các ví dụ không giới hạn của axit béo không bão hòa bao gồm axit myristoleic, axit palmitoleic, axit sapienic, axit oleic, axit elaidic, axit vacxenic và axit neuronc. Ưu tiên axit béo không bão hòa là axit oleic.

Ưu tiên là monoeste là glyxerol monooleat. Ưu tiên là dưới 5% trọng lượng của monoeste trong thành phần phá bọt được bộc lộ là ở dạng muối của nó, ưu tiên hơn là dưới 3% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa vẫn là dưới 1% trọng lượng của monoeste của các axit béo không bão hòa là ở dạng muối và ưu tiên hơn cả là tất cả các axit béo trong monoeste của axit béo không bão hòa và glyxerol là ở dạng axit. Glyxerol monooleat được ưu tiên bao gồm loại có sẵn trên thị trường gồm Fynol DGO từ Fine Organics, Monomuls® 90-O 18 từ BASF và Capmul® GMO-50 EP/NF từ Abitec Corporation.

Không nhất thiết là glyxerol monooleat hoặc monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa là các hợp chất tinh khiết. Các sản phẩm thương mại không tinh khiết thu được bằng các phương pháp sản xuất thông thường là thỏa đáng. Các glyxerol monooleat có sẵn trên thị trường bao gồm các hỗn hợp mono, di- và triglyxerit. Ưu tiên là hàm lượng glyxerol monooleat trong sản phẩm thương mại ít nhất là 65% trọng lượng, ít nhất là 75% trọng lượng, ít nhất là 80% trọng lượng, ít nhất là 85% trọng lượng, ít nhất là 95% trọng lượng và ưu tiên hơn cả là ít nhất 98% trọng lượng trở lên. Các glyxerol oliat có bán trên thị trường là hỗn hợp của mono và dioleat thu được bằng cách rượu hóa các loại dầu béo khác nhau như dầu thầu dầu, dầu thầu dầu mất nước, dầu dừa, dầu ngô, dầu hạt bông, dầu hạt lanh, dầu oiticica, dầu ô liu, dầu cọ, dầu lạc, dầu tía tô, dầu cây rum, dầu cá mòi, dầu đậu nành, mỡ động vật, dầu tung, dầu ô liu với glyxerol là phù hợp. Được ưu tiên

hiều là monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa chứa monoeste với hàm lượng ít nhất 80% trọng lượng, ưu tiên hơn vẫn là monoeste với hàm lượng ít nhất 90% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa là monoeste với hàm lượng ít nhất 95% trọng lượng.

Loại thương mại của glyxerol monooleat có thể bao gồm monoeste của axit béo bão hòa với glyxerol. Nói chung là hàm lượng monoeste của các axit béo bão hòa này ít hơn 35% trọng lượng, ưu tiên là hàm lượng monoeste của các axit béo bão hòa ít hơn 30% trọng lượng, ưu tiên hơn là ít hơn 5% trọng lượng và ưu tiên hơn nữa vẫn là ít hơn 1% trọng lượng.

Monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa có mặt trong thành phần phá bọt ở nồng độ từ 2% trọng lượng đến 30% trọng lượng, ưu tiên là ít nhất 4% trọng lượng, ưu tiên hơn là ít nhất 8% trọng lượng nhưng thường không quá 26% trọng lượng, ưu tiên là không quá 25% trọng lượng, ưu tiên hơn vẫn là không quá 20% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa vẫn là không quá 18% trọng lượng của thành phần phá bọt.

Monoeste của axit béo không bão hòa và glyxerol tạo thành xà phòng trong giai đoạn giữ xà có kích thước hạt trung bình từ 1 đến 10 micromet.

Đặc biệt phù hợp là các monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa ít nhất là ở mức độ nào đó nước có thể phân tán. Monoeste theo sáng chế chủ yếu được đặt trong lỗ của chất mang, người ta tin rằng kích thước lỗ nhỏ đảm bảo không chỉ monoeste được giữ lại mạnh trong quá trình vận chuyển và lưu trữ, mà là khi nó được giải phóng chậm vào nước giặt rửa và được giải phóng một cách thuận lợi trong nước xả, nó ở dạng các hạt hoặc giọt đặc biệt nhỏ.

Chất hỗ trợ dòng chảy:

Tính chất dòng chảy của thành phần phá bọt có thể được cải thiện, ưu tiên là bằng cách thêm chất hỗ trợ dòng chảy. Chất hỗ trợ dòng chảy được ưu tiên là silic dioxit, ưu tiên hơn là silic dioxit kết tủa mà khi có mặt trong chế phẩm, chúng có nồng độ từ 0,1 đến 6% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa là từ 0,1 đến 4% trọng lượng và ưu tiên hơn cả vẫn là từ 0,1 đến 2,5% trọng lượng. Hàm lượng silic dioxit kết tủa trong thành phần phá bọt ưu tiên là không quá 6% trọng lượng vì mức độ

silic dioxit cao hơn gấp khó khăn trong việc xử lý do tính chất bụi và mật độ khối thấp.

Chất độn:

Ưu tiên là thành phần phá bọt theo sáng chế có thể chứa chất độn. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, chất độn là một chất liệu được sử dụng trong thành phần phá bọt riêng biệt với chất mang rỗng xốp có monoeste và phục vụ mục đích khác ngoài việc mang lại lợi ích phá bọt. Ví dụ, chất độn có thể giúp đạt được mật độ khối mong muốn của thành phần phá bọt để kết hợp vào chế phẩm tẩy giặt. Những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ nhận ra các chất độn phù hợp. Các ví dụ không giới hạn về chất độn bao gồm chất liệu được chọn từ clorua, silicat, sulfat, silic dioxit hoặc hỗn hợp của chúng.

Khi có mặt, chất độn có trong thành phần phá bọt ở nồng độ từ 1 đến 94%, ưu tiên là ít nhất 10%, ưu tiên hơn là ít nhất 20%, ưu tiên hơn nữa vẫn là ít nhất 35%, thậm chí ưu tiên hơn cả là ít nhất 45% nhưng thường không quá 90%, ưu tiên là không quá 80%, ưu tiên hơn là không quá 70%, ưu tiên hơn nữa vẫn là không quá 60% trọng lượng của thành phần phá bọt.

Quy trình điều chế thành phần phá bọt

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế thành phần phá bọt bao gồm các bước trộn đều monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa với chất mang rỗng xốp để thu được hỗn hợp đồng nhất.

Chất mang rỗng xốp và monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được thực hiện trong máy trộn cắt cao, máy trộn cắt cao được ưu tiên bao gồm máy trộn cắt cày và máy trộn sigma. Monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được thêm vào máy trộn có chứa chất mang rỗng xốp với việc trộn liên tục, ưu tiên là monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được phun trên chất mang rỗng xốp cùng với việc trộn liên tục trong máy trộn cắt cao. Trong quá trình trộn, nhiệt độ tăng lên do sự khuấy trộn. Quá trình tạo hạt ưu tiên là ở bước tiếp theo, và thành phần phá bọt thu được theo tùy chọn được làm mát đến nhiệt độ phòng trên nền chất lỏng. Monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa

ưu tiên là được làm nóng đến nhiệt độ ngay trên điểm nóng chảy của nó trước khi trộn, ưu tiên là nhiệt độ khoảng từ 36°C đến 38°C.

Monoeste được hấp thụ vào chất mang rỗng xốp ưu tiên là được thêm vào ở mức dưới khả năng hấp phụ tối đa theo lý thuyết của chất mang bao gồm các lỗ có đường kính lỗ trung bình từ  $3 \times 10^{-4}$  micromet đến  $5 \times 10^{-3}$  micromet. Ưu tiên là tỷ lệ theo trọng lượng của chất mang so với monoeste nhỏ hơn 25:1, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 12:1 đến 1:1, ví dụ như 10:1 hoặc 1,5:1. Mức độ bổ sung của monoeste nên được chọn để ưu tiên là cho các hạt chảy tự do.

#### Chế phẩm tẩy rửa

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề cập đến chế phẩm tẩy rửa chứa thành phần phá bọt theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế.

Thành phần phá bọt khi được sử dụng trong chế phẩm tẩy rửa ưu tiên là có mặt trong "lượng nén bọt". Thuật ngữ "lượng nén bọt" có nghĩa là công thức của chế phẩm có thể chọn hàm lượng thành phần phá bọt này để kiểm soát bọt đủ để tạo ra chất tẩy giặt có bọt thấp dùng trong máy giặt tự động hoặc mang lại việc giữ xả dễ dàng khi giặt tay.

Chế phẩm tẩy rửa trong tài liệu này sẽ có thành phần phá bọt theo sáng chế ở nồng độ từ 0,3% trọng lượng đến khoảng 10% trọng lượng của chế phẩm tẩy rửa. Giới hạn trên này là thực tế về bản chất, chủ yếu là do mối quan tâm về việc giảm thiểu chi phí và hiệu quả của hàm lượng thấp hơn để kiểm soát hiệu quả bọt nước xà phòng. Thành phần phá bọt có mặt trong chế phẩm tẩy rửa với nồng độ ưu tiên là không dưới 0,3%, ưu tiên hơn là không dưới 1%, ưu tiên hơn nữa vẫn là không dưới 1,5% nhưng thường không quá 10%, ưu tiên là không quá 7% hoặc thậm chí là không quá 5% trọng lượng của chế phẩm tẩy rửa.

#### Chất hoạt động bề mặt:

Một trong những thành phần chính trong chế phẩm tẩy rửa là chất hoạt động bề mặt.

Chế phẩm tẩy rửa theo sáng chế chứa chất hoạt động bề mặt anion hoặc hỗn hợp các chất hoạt động bề mặt anion. Các chất hoạt động bề mặt anion được đưa vào trong chế phẩm cho hoạt tính làm sạch chính bằng cách nhũ hóa dầu bám vào

bề mặt vải. Bất kỳ chất hoạt động bề mặt anion không chứa xà phòng nào được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật để sử dụng trong chất tẩy giặt đều có thể được sử dụng trong tài liệu này. Nói chung, các chất hoạt động bề mặt này được mô tả trong sách giáo khoa nổi tiếng như "Surface Active Agents" Vol. 1, bởi Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 của Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958 và/hoặc phiên bản hiện tại của "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" được xuất bản bởi Manufacturing Confectioners Company hoặc trong "Tenside-Taschenbuch", H. Stache, 2nd Edn., Carl Hauser Verlag, 1981.

Nhóm chất hoạt động bề mặt anion thích hợp là các muối tan trong nước, đặc biệt là kim loại kiềm (ví dụ như natri hoặc kali), muối amoni và alkylolamoni của các monoeste của axit sulfuric hữu cơ và axit sulfonic có trong cấu trúc phân tử, nhóm alkyl mạch nhánh hoặc mạch thẳng và các sản phẩm ngưng tụ của chúng chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylaryl chứa từ 6 đến 20 nguyên tử cacbon trong phần alkyl.

Các chất hoạt động bề mặt anion được ưu tiên bao gồm alkyl sulfonat thom bậc cao như alkyl benzen sulfonat bậc cao chứa từ 6 đến 20 nguyên tử cacbon trong nhóm alkyl trong mạch thẳng hoặc mạch nhánh, ví dụ cụ thể là alkyl benzen sulfonat bậc cao hoặc của alkyl toluen bậc cao, xylen hoặc phenol sulfonat; alkyl naphtalen sulfonat, diamyl naphtalen sulfonat, và dinonyl naphtalen sulfonat; alkyl sulfat chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon và alkyl ete sulfat chứa từ 1 đến 10 etylen oxit hoặc propylen oxit, ưu tiên là từ 2 đến 3 đơn vị etylen oxit trên mỗi phân tử.

Các ví dụ không giới hạn của chất hoạt động bề mặt anion bao gồm bất kỳ chất hoạt động bề mặt anion phổ biến nào như chất có mạch thẳng hoặc được biến đổi, ví dụ như, alkylbenzen sulfonat mạch nhánh, alkylpoly(etoxy), natri lauryl ete sulfat, metyl este sulfonat, alkyl sulfat bậc một hoặc hỗn hợp của chúng.

Chất hoạt động bề mặt anion không chứa xà phòng có mặt trong chế phẩm tẩy giặt với nồng độ từ 5 đến 60%, ưu tiên là không dưới 10%, ưu tiên hơn là không dưới 12%, ưu tiên hơn nữa vẫn là không dưới 15% nhưng thường không

quá 40%, ưu tiên là không quá 35% hoặc thậm chí không quá 30% trọng lượng của tổng chế phẩm.

Chất hoạt động bề mặt anion theo sáng chế có thể được kết hợp với chất hoạt động bề mặt khác thường được chọn từ các chất hoạt động bề mặt không ion, cation, lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính.

Theo quan điểm về đặc tính anion của chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt cation, lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính khi được thêm vào ở nồng độ không cản trở hiệu suất của chế phẩm. Các chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp bao gồm các chất hoạt động bề mặt không ion được etoxyl hóa chất béo hòa tan trong nước được biết đến trên thị trường, bao gồm rượu béo etoxyl bậc một và rượu béo etoxyl bậc hai. Điều này bao gồm các sản phẩm ngưng tụ của rượu bậc cao (ví dụ như alkanol chứa khoảng từ 8 đến 16 nguyên tử cacbon trong cấu hình chuỗi mạch thẳng hoặc mạch nhánh) ngưng tụ với khoảng từ 4 đến 20 mol etylen oxit, ví dụ như rượu lauryl hoặc myristyl được ngưng tụ với khoảng 10 mol etylen oxit (EO), tridecanol ngưng tụ với khoảng từ 6 đến 15 mol EO, rượu myristyl cô ngưng tụ với khoảng 10 mol EO trên mỗi mol rượu myristyl, sản phẩm ngưng tụ của EO với một loại rượu béo dừa có chứa hỗn hợp của rượu béo với chuỗi alkyl thay đổi từ 10 đến khoảng 14 nguyên tử cacbon và trong đó sản phẩm ngưng tụ chứa khoảng 6 mol EO trên mỗi mol của tổng lượng rượu hoặc khoảng 9 mol EO trên mỗi mol rượu và rượu từ mỡ động vật etoxyl chứa từ 6 EO đến 11 EO trên mỗi mol rượu.

Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt không ion đã nêu ở trên bao gồm, nhưng không giới hạn là Neodol (nhãn hiệu thương mại, từ Shell) etoxyl, là chất béo bậc cao, rượu bậc một chứa khoảng từ 9 đến 15 nguyên tử cacbon, như C9 -C11 alkanol ngưng tụ với từ 4 đến 10 mol etylen oxit (Neodol 91-8 hoặc Neodol 91-5), C12-13 alkanol ngưng tụ với 6,5 mol etylen oxit (Neodol 23-6,5), C12-15 alkanol ngưng tụ với 12 mol etylen oxit (Neodol 25-12), C14-15 alkanol ngưng tụ với 13 mol etylen oxit (Neodol 45-13), và tương tự. Các etoxame này có giá trị HLB (cân bằng tính ưa béo kỵ nước) khoảng từ 8 đến 15 và cho khả năng nhũ hóa O/W tốt, trong khi các etoxame có giá trị HLB dưới 7 chứa ít hơn 4 nhóm etylen

oxit và có xu hướng là chất nhũ hóa kém và chất tẩy giặt kém. Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính thích hợp bao gồm các dẫn xuất của các amin bậc hai và bậc ba béo có chứa nhóm alkyl có từ 8 đến 18 nguyên tử cacbon và gốc chất béo được thể bởi nhóm hòa tan trong nước anion, như natri 3-dodexylamino-propionat, natri 3-dodexyl aminopropan sulfonat và natri N-2-hydroxydodexyl-N-metyltaurat.

Các chất hoạt động bề mặt cation thích hợp là muối amoni bậc bốn theo sáng chế là muối amoni bậc bốn, đặc trưng ở chỗ muối amoni có công thức chung:  $R_1R_2R_3R_4N^+X^-$  trong đó  $R_1$  là nhóm  $C_{12} - C_{18}$  alkyl, mỗi  $R_2$ ,  $R_3$  và  $R_4$  độc lập là nhóm  $C_1 - C_3$  alkyl và  $X$  là anion vô cơ.  $R_1$  ưu tiên là nhóm  $C_{14} - C_{16}$  alkyl mạch thẳng, ưu tiên hơn là  $C_{16}$ .  $R_2$ - $R_4$  ưu tiên là các nhóm methyl. Các anion vô cơ ưu tiên là được chọn từ halogenua, sulfat, bisulfat hoặc  $OH^-$ . Vì vậy, theo các mục đích của sáng chế này, amoni hydroxit bậc bốn được coi là muối amoni bậc bốn. Ưu tiên hơn là anion là ion halogenua hoặc sulfat, ưu tiên hơn cả là clorua hoặc sulfat. Xetyl-trimetylamoni clorua là ví dụ cụ thể của hợp chất thích hợp và có sẵn trên thị trường.

Loại chất hoạt động bề mặt cation amoni bậc bốn khác là nhóm benzalkoni halogenua, còn được gọi là alkyldimetylbenzylamoni halogenua. Loại phổ biến nhất là benzalkoni clorua, còn được gọi là alkyldimetylbenzylamoni clorua (hoặc ADBAC).

Các chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính thích hợp bao gồm các dẫn xuất của các hợp chất amoni bậc bốn béo, sulfoni và phosphoni có gốc chất béo từ 8 đến 18 nguyên tử cacbon và gốc chất béo được thể bởi nhóm hòa tan trong nước anion, ví dụ như 3-(N-N-dimetyl-N-hexadexylamoni) propan-1 -sulfonat betain, 3- (dodexylmetyl sulphony) propan-1 -sulfonat betain và 3-(xetylmetylphosphoni) etan sulfonat betain.

Khi có mặt trong chế phẩm, chất hoạt động bề mặt bổ sung thay thế từ 0,5 đến 15% trọng lượng, ưu tiên là từ 5 đến 10% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt anion.

Thành phần tùy chọn:

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa các thành phần khác hỗ trợ cho việc làm sạch hoặc hiệu suất về giác quan. Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa, ngoài các thành phần đã được đề cập, nhiều thành phần tùy chọn khác như chất tẩy trắng, như là natri perborat và percacbonat, chất kích hoạt tẩy trắng, chất chống lắng đọng như cacboxymetyl xenluloza, enzym, chất làm sáng, làm mềm vải đất sét, hương liệu, thuốc nhuộm, bột màu, chất tạo màu, chất bảo quản, polyme, chất kháng khuẩn, chất điều chỉnh độ pH, chất tạo chelat và chất kiềm và chất tăng tan.

Chất làm mềm nước:

Chế phẩm tẩy giặt trong tài liệu này ưu tiên là cũng chứa chất làm mềm nước, ưu tiên là loại không chứa phosphat; theo đó, chất làm mềm nước trong tài liệu này ưu tiên là được chọn từ các chất trao đổi ion nhôm silicat (các zeolit), và chất chelat hóa monome hoặc oligomeric carboxylat tan trong nước như xitrat, suxinat, oxydisuxinat, cũng như hỗn hợp của các loại trên. Chất làm mềm nước phù hợp khác bao gồm cacbonat của kim loại kiềm, bicacbonat và silicat, phosphonat hữu cơ, amino polyalkylen phosphonat và amino polycacboxylat, axit etylen diamin tetraaxetic và axit nitrilotriaxetic. Các muối hữu cơ tan trong nước thích hợp khác là homo- hoặc co-polyme của axit polycacboxylic hoặc các muối của chúng trong đó axit polycacboxylic bao gồm ít nhất hai gốc cacboxyl riêng biệt cách nhau không quá hai nguyên tử cacbon. Ví dụ về các muối này là polyacrylat của MW từ 2000 đến 5000 và copolyme của chúng với maleic anhydrit, copolyme này có trọng lượng phân tử từ 20000 đến 70000, đặc biệt là khoảng 40000.

Chất làm mềm nước trong chế phẩm chất tẩy giặt theo sáng chế có mặt ở nồng độ từ 1% đến 90%, ưu tiên là từ 5% đến 75%, ưu tiên hơn vẫn là từ 10% đến 55% trọng lượng của chế phẩm tẩy rửa.

Chế phẩm theo sáng chế ưu tiên là chứa kim loại kiềm, ưu tiên hơn là natri cacbonat. Natri cacbonat có thể có mặt một cách thích hợp với hàm lượng từ 1 đến 60% trọng lượng, ưu tiên là từ 10 đến 55% trọng lượng của chế phẩm tẩy rửa.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề cập đến việc sử dụng thành phần phá bọt theo sáng chế để mang lại hoạt tính lắng bọt khi giữ xả.

Sáng chế được minh họa bằng các ví dụ không giới hạn sau đây.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

#### Ví dụ 1: Điều chế thành phần phá bọt

Thành phần phá bọt theo sáng chế được sản xuất bằng cách cân các thành phần của thành phần phá bọt gồm glyxerol monooleat, chất mang rỗng xốp (zeolit 4A), chất hỗ trợ dòng chảy (silic dioxit kết tủa) và chất độn (natri sulfat) được bộc lộ trong Bảng 1. Zeolit được cân trước tiên được trộn với một nửa lượng glyxerol monooleat trong 30 giây trong máy trộn sigma. Sau đó, một nửa silic dioxit kết tủa được cân và phần còn lại của glyxerol monooleat được thêm vào máy trộn và trộn thêm 30 giây nữa. Sau đó, natri sulfat đã cân được thêm vào hỗn hợp và trộn trong 30 giây, sau đó thêm phần silic dioxit kết tủa còn lại để thu được thành phần phá bọt (Ví dụ 1).

Độ ổn định lưu trữ của thành phần phá bọt:

Để nghiên cứu độ ổn định lưu trữ của thành phần phá bọt theo sáng chế (Ví dụ 1), khoảng 200g lô đã chuẩn bị được đóng gói trong tấm nhựa PET-PE và bít kín. Các túi kín sau đó được bảo quản ở nhiệt độ 40°C và độ ẩm tương đối 85% trong khoảng thời gian 4 tuần, 10 tuần và 16 tuần. Hàm lượng của glyxerol monooleat được đo theo các khoảng đều đặn và các giá trị đo được cung cấp trong Bảng 1.

Thành phần phá bọt so sánh (Ví dụ A) được điều chế tương tự như thành phần phá bọt theo sáng chế (Ví dụ 1) ngoại trừ chất mang rỗng xốp trong ví dụ so sánh là natri cacbonat xốp thay vì zeolit.

Đo glyxerol monooleat trong thành phần phá bọt:

3 gram thành phần phá bọt đã điều chế được cân trong ống tarson 50mL. Với mẫu này, 10 gram cacbon tetraclorea đã được thêm vào và trộn kỹ trong máy trộn xoáy trong 10 phút. Dung dịch này sau đó được ly tâm ở 7000 vòng/phút và ở 25°C trong 20 phút. GMO sau đó được phân tích trong phương pháp quang phổ Infra Red pha dung môi.

Bảng 1

| Thành phần                                                                                    | Ví dụ 1 hàm lượng<br>có trong thành<br>phần phá bột (%<br>trọng lượng) | Ví dụ A hàm lượng<br>có trong thành phần<br>phá bột (% trọng<br>lượng) |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|
| Monoeste của glyxerol và axit<br>béo không bão hòa (Glyxerol<br>monooleat)*                   | 8                                                                      | 8                                                                      |
| Chất mang rỗng xốp theo sáng<br>chế (Zeolit 4A)                                               | 71,75                                                                  | 0                                                                      |
| Chất mang so sánh (Natri<br>cacbonat)                                                         | 0                                                                      | 71,75                                                                  |
| Chất độn (Natri sulfat)                                                                       | 20                                                                     | 20                                                                     |
| Chất hỗ trợ dòng chảy (silic<br>dioxid kết tủa)                                               | 0,25                                                                   | 0,25                                                                   |
| Hàm lượng glyxerol monooleat có mặt trong thành phần phá bột được lưu<br>trữ ở 40°C và 85% RH |                                                                        |                                                                        |
| Khi bắt đầu nghiên cứu                                                                        | 8,0                                                                    | 8,0                                                                    |
| Sau 4 tuần lưu trữ                                                                            | 1,58                                                                   | 8,0                                                                    |
| Sau 10 tuần lưu trữ                                                                           | 0,35                                                                   | 8,0                                                                    |
| Sau 16 tuần lưu trữ                                                                           | 0,05                                                                   | 8,0                                                                    |

\* Fynol DGO từ Fine organics với 65% trọng lượng glyxerol monooleat.

Dữ liệu trong bảng 1 chỉ ra rằng thành phần phá bột theo sáng chế (Ví dụ 1) có sẵn ở dạng hoạt chất ngay cả sau 16 tuần bảo quản ở nhiệt độ phòng so với thành phần phá bột so sánh (Ví dụ A) làm suy giảm quá trình lưu trữ.

Ví dụ 2: Ảnh hưởng của các este của axit béo khác nhau đến thể tích bột

Ví dụ này cho thấy ảnh hưởng của sự có mặt của các monoeste khác nhau đối với thể tích bọt được tạo ra trong lần giặt đầu tiên và hiệu quả chống tạo bọt trong giai đoạn giữ xả. Nước giặt của Ví dụ 2 có glyxerol monooleat được so sánh với nước giặt so sánh Ví dụ B và Ví dụ C chứa monoeste của glyxerol và axit stearic (18:0) là monoeste của glyxerol và axit béo bão hòa.

Điều chế nước giặt mẫu:

NaLAS 0,6gpl chứa nước giặt rửa mẫu được điều chế theo cách sau. 940mL nước cất đã được lấy và bỏ vào 0,235 gam canxi clorua, 0,1625 gam magie clorua đã được thêm vào và hòa tan bằng cách khuấy liên tục để thu được nước cứng có độ cứng 24FH. Với nước cứng 24FH này, 60ml dung dịch NaLAS 10gpl và 1 gram natri cacbonat và 0,38 gam natri sulfat đã được thêm vào để thu được nước giặt mẫu và được sử dụng để tiến hành nghiên cứu thể tích bọt.

Thành phần phá bọt (Ví dụ 1) theo sáng chế đã được sử dụng cho nghiên cứu thể tích bọt. Thành phần phá bọt so sánh (Ví dụ B) đã được điều chế theo cách tương tự như Ví dụ 1 ngoại trừ glyxerol monostearat được sử dụng thay vì glyxerol monooleat.

Các thành phần phá bọt khác nhau được thêm ở các nồng độ khác nhau vào nước giặt mẫu để thu được nước giặt. Thể tích bọt ban đầu và thể tích bọt cuối cùng của các nước giặt được đo và cung cấp trong Bảng 2. Nước giặt được điều chế là:

- a) Đối chứng: Nước giặt mẫu được mô tả ở trên được lấy làm đối chứng.
- b) Nước giặt so sánh (ví dụ C) với glyxerol monostearat với hàm lượng 1% trọng lượng (GMS): Nước giặt này được điều chế bằng cách lấy 1 lít nước giặt mẫu được mô tả ở trên và thêm 0,375 gram thành phần phá bọt (ví dụ B) với glyxerol monostearat với hàm lượng 8% trọng lượng.
- c) Nước giặt so sánh (ví dụ D) với glyxerol monostearat với hàm lượng 1,5% trọng lượng (GMS): Nước giặt này được điều chế bằng cách lấy 1 lít nước giặt mẫu được mô tả ở trên và thêm 0,56 gram thành phần phá bọt (ví dụ B) với glyxerol monostearat với hàm lượng 8% trọng lượng.

d) Nước giặt theo sáng chế (Ví dụ 2) với glyxerol momooleat với hàm lượng 1% trọng lượng (GMS): Nước giặt này được điều chế bằng cách lấy 1 lít nước giặt mẫu được mô tả ở trên và thêm 0,375 gram thành phần phá bọt (Ví dụ 1) với glyxerol momooleat với hàm lượng 8% trọng lượng.

Quy trình đo thể tích bọt: Để đo thể tích bọt, phương pháp lắc xi lanh tiêu chuẩn đã được sử dụng. 40mL nước giặt nói trên với thành phần phá bọt được lấy trong một bình thủy tinh có dung tích 250mL. Nước đã được lắc bằng cách đập nắp xi lanh và đảo ngược nó 20 lần. Sau đó, xi lanh được đặt trên một mặt phẳng của bàn trong 1 phút để lớp dung dịch nước tách ra và nó được lắc một lần nữa để thậm chí vượt qua mức bọt. Thể tích bọt (không bao gồm nước phân ước), tính bằng mL được đo và ghi lại là thể tích bọt ban đầu.

Để đo lượng bọt tạo ra trong chu kỳ giữ xả, nước giặt mẫu được đề cập ở trên trước tiên được pha loãng 10 lần. Việc pha loãng được thực hiện bằng cách thêm 36mL nước có độ cứng 24FH vào 4ml nước giặt, nước được thêm dọc theo hai bên của xi lanh và dung dịch được tạo ra được lắc và thể tích bọt được đo như trước đây đã đo bọt ban đầu.

Bảng 2

| Mẫu       | Thể tích bọt ban đầu<br>(ml) | Thể tích bọt sau lần giữ<br>xả đầu tiên (trong 10<br>lần pha loãng rượu, ml) |
|-----------|------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|
| Đối chứng | 180±10                       | 32±2                                                                         |
| Ví dụ 2   | 175±5                        | 13±3                                                                         |
| Ví dụ C   | 175±2                        | 30±1                                                                         |
| Ví dụ D   | 160±1                        | 22±2                                                                         |

Dữ liệu trong bảng 2 cho thấy trong ví dụ theo sáng chế có thành phần phá bọt với glyxerol monoleat ban đầu, chiều cao bọt tương đương với đối chứng, điều này được mong đợi ở giai đoạn trước khi giữ xả và đồng thời thể tích bọt giảm

khoảng 20 mL trong lần giữ xả đầu tiên. So với điều này, ví dụ so sánh cho thấy sự giảm bọt thấp hơn đáng kể trong lần giữ xả đầu tiên (Ví dụ C) ở cùng mức độ bổ sung. Ví dụ So sánh D với mức tăng glyxerol monostearat trong thành phần phá bọt cho thấy sự cải thiện của việc giảm bọt trong giai đoạn giữ xả nhưng ảnh hưởng xấu đến thể tích bọt trong giai đoạn trước khi giữ xả. Do đó, bảng này chứng minh rằng kết quả tốt nhất cho bọt ban đầu và hiệu quả phá bọt trong giai đoạn giữ xả thu được với các monoeste có axit béo không bão hòa trong phạm vi của sáng chế hoạt động tốt hơn so với monoeste có axit béo bão hòa.

Ví dụ 3: Ảnh hưởng của việc bổ sung thành phần phá bọt đến tác động của hương liệu trong chế phẩm tẩy giặt

Bảng thử nghiệm về tác động hương liệu đã được thực hiện với 7 tham luận viên được đào tạo. Các tham luận viên đã đưa ra các mẫu khác nhau như được cung cấp trong bảng 3 dưới đây. Các thành viên tham gia hội thảo đã chấm điểm các mẫu theo thang điểm 10 trong đó điểm 0 cho thấy không có mùi và điểm cao nhất là 10 cho thấy mùi hôi. Điểm trung bình cho mỗi mẫu được đưa ra trong Bảng 3.

Bảng 3

| Mẫu                                                           | Điểm trung bình |
|---------------------------------------------------------------|-----------------|
| Glyxerol monooleat nguyên chất                                | 8,7             |
| Glyxerol monooleat được hấp phụ trên natri cacbonat (Ví dụ A) | 7,0             |
| Glyxerol monooleat được hấp phụ trên zeolit (Ví dụ 1)         | 2,9             |

Bảng trên cho thấy rằng việc hấp phụ glyxerol monooleat trên chất mang rỗng xốp theo sáng chế đã làm giảm đáng kể mùi so với ví dụ so sánh (Ví dụ A) có natri cacbonat làm chất mang rỗng xốp.

Ví dụ 4: Ảnh hưởng của thành phần phá bọt đến sức căng bề mặt

Ví dụ này cho thấy tác dụng của thành phần phá bọt theo sáng chế này về sức căng bề mặt của hệ chất hoạt động bề mặt trong các chế phẩm tẩy giặt.

Chất liệu:

Dung dịch NaLAS dự trữ: Dung dịch dự trữ được điều chế bằng cách hòa tan khoảng 148 gram axit LAS trong nước cất và sau đó trung hòa nó bằng dung dịch natri hydroxit 48%. Độ pH của dung dịch dự trữ được duy trì ở mức từ 8 đến 8,5. Hàm lượng chất hoạt động bề mặt anion được đo bằng phương pháp chuẩn độ hyamine tiêu chuẩn được xác định là 156gpl.

Dung dịch dự trữ được pha loãng: Dung dịch NaLAS 10gpl đã được điều chế bằng cách thêm 32,05 ml dung dịch NaLAS dự trữ 156gpl trong bình nón 500 ml và thể tích được tạo thành bằng nước cất. Do đó, dung dịch NaLAS 10gpl thu được được sử dụng để điều chế nước giặt.

Xác định sức căng bề mặt cân bằng:

Sức căng bề mặt cân bằng của hệ thống chất hoạt động bề mặt được thu nhận bằng phương pháp tấm Wilhmely trong máy đo độ căng Kruss (K12). Trước khi bắt đầu thử nghiệm, dụng cụ đã được hiệu chuẩn bằng nước siêu tinh khiết. Nhiệt độ được duy trì ở 25°C với sự trợ giúp của máy điều nhiệt.

Phương pháp tấm Wilhemly: Tấm bạch kim mỏng được sử dụng làm đầu dò. Tấm được định hướng vuông góc với giao diện nước không khí. Để đảm bảo làm ướt hoàn hảo, tấm được làm sạch và đốt lửa trước khi thử nghiệm. Khi ngâm, dung dịch chất hoạt động bề mặt bám vào tấm bạch kim do sức căng bề mặt tác động dọc theo chu vi của tấm, làm tăng diện tích bề mặt và dẫn đến một lực có xu hướng kéo đầu dò về phía mặt phẳng. Lực tác động lên tấm bằng trọng lượng của mặt khum của chất lỏng nâng lên trên bề mặt ngang. Lực này được đo bằng cách sử dụng cân bằng vi mô và sức căng bề mặt được tính bằng phương trình,

$$\gamma = \frac{F}{P \cos \theta}$$

Trong đó,

$\gamma$  - Sức căng bề mặt.

$\theta$  - Góc tiếp xúc được đo cho mặt khum của chất lỏng.

P - Chu vi của tấm bạch kim,  $P = 2 (L+t)$ .

F - Lực tác động để nâng cao tấm.

Góc tiếp xúc ở đây được coi bằng không do năng lượng bề mặt cao của bạch kim.

Điều chế nước giặt

Để tránh bất kỳ tạp chất nào đến từ thành phần khác trong chế phẩm tẩy giặt, hệ thống mẫu đã được chuẩn bị để xác định sức căng bề mặt giao diện không khí-nước.

Để tạo ra nước giặt mẫu của dung dịch NaLAS 0,7gpl, khoảng 17,5ml dung dịch dự trữ được pha loãng (10gpl NaLAS) được lấy trong bình định mức 250ml và thể tích được tạo thành tối đa 250ml bằng nước cất. 0,375 gram natri cacbonat này và 0,4675 gam natri clorua được thêm vào để thu được nước giặt mẫu. Nước giặt mẫu này cũng được sử dụng như làm đối chứng.

Nước giặt theo sáng chế được điều chế bằng cách lấy khoảng 16,25ml dung dịch dự trữ được pha loãng (10gpl NaLAS) trong bình định mức 250ml và sau đó thể tích được tạo thành tối đa 250ml bằng nước cất. 0,375 gram natri cacbonat và 0,4675 gam natri clorua đã được thêm vào. Sau đó, khoảng 0,1 gram thành phần phá bọt theo Ví dụ 1 được thêm vào để thu được nước giặt theo sáng chế có khoảng 1% thể tích glyxerol monooleat và 0,65gpl NaLAS.

Nước giặt theo sáng chế được điều chế bằng cách lấy khoảng 16,87 ml dung dịch dự trữ được pha loãng (10gpl NaLAS) trong bình định mức 250ml và sau đó thể tích được tạo thành tối đa 250ml bằng nước cất. 0,375 gram natri cacbonat này và 0,4675 gam natri clorua được thêm vào. Sau đó, khoảng 0,14 gram thành phần phá bọt theo Ví dụ 1 được thêm vào để thu được nước giặt theo sáng chế có khoảng 0,5% thể tích glyxerol monooleat và 0,675gpl NaLAS.

Tất cả các mẫu nước giặt ở trên được lấy trong máy đo độ căng Kruss để đo sức căng bề mặt. 7 điểm được đo trong 30 phút để có được dữ liệu cân bằng. Sức căng bề mặt cân bằng trung bình được cung cấp trong Bảng 4.

Bảng 4

| Các mẫu nước giặt                                               | Avg. eq. ST(mN/m) |
|-----------------------------------------------------------------|-------------------|
| Đối chứng (0,7gpl NaLaS)                                        | 29,83             |
| Ví dụ 3 (0,65 gpl NaLaS và 1% thể tích glyxerol monooleat)      | 28,56             |
| Ví dụ 4 LAS (0,675 gpl NaLaS và 1% thể tích glyxerol monooleat) | 28,74             |

Trong bảng 4, nước giặt theo sáng chế có thành phần phá bọt (ví dụ 3, ví dụ 4) với glyxerol monooleat làm giảm sức căng bề mặt của hệ thống so với đối chứng.

### Yêu cầu bảo hộ

1. Thành phần phá bọt kết hợp vào chế phẩm tẩy rửa, thành phần này chứa:
  - (i) monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa được hấp phụ bởi,
  - (ii) chất mang rỗng xốp có đường kính lỗ trung bình từ  $3 \times 10^{-4}$  micromet đến  $5 \times 10^{-3}$  micromet và trong đó dung dịch chất mang rỗng xốp với hàm lượng 1% trọng lượng trong nước cất ở nhiệt độ  $25^{\circ}\text{C}$  có độ pH trong khoảng từ 6,5 đến 8,5.
2. Thành phần phá bọt theo điểm 1, trong đó axit béo không bão hòa có chiều dài chuỗi cacbon chứa 18 đến 24 nguyên tử cacbon.
3. Thành phần phá bọt theo điểm 1, trong đó chất mang rỗng xốp là nhôm silicat dạng tinh thể.
4. Thành phần phá bọt theo điểm 3, trong đó các nhôm silicat dạng tinh thể là các zeolit.
5. Thành phần phá bọt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành phần phá bọt chứa chất độn với hàm lượng từ 20 đến 80% trọng lượng.
6. Thành phần phá bọt theo điểm 5, trong đó chất độn là muối sulfat hoặc clorua của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ.
7. Thành phần phá bọt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành phần phá bọt chứa chất hỗ trợ dòng chảy.
8. Thành phần phá bọt theo điểm 7, trong đó chất hỗ trợ dòng chảy là silic dioxit, ưu tiên là silic dioxit kết tủa.
9. Thành phần phá bọt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa là glyxerol monooleat.
10. Thành phần phá bọt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành phần phá bọt chứa monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa với hàm lượng từ 4% trọng lượng đến 30% trọng lượng.
11. Thành phần phá bọt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ trọng lượng của hàm lượng chất lỏng so với hàm lượng chất rắn trong chế phẩm là từ 1:9 đến 9:1.

12. Quy trình điều chế thành phần phá bọt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên bao gồm các bước trộn đều monoeste của glyxerol và axit béo không bão hòa với chất mang rỗng xốp để thu được hỗn hợp đồng nhất.
13. Chế phẩm tẩy rửa chứa thành phần phá bọt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11.
14. Chế phẩm tẩy rửa theo điểm 13, trong đó chế phẩm tẩy rửa được chọn từ dạng bột, dạng viên, dạng thanh hoặc dạng hạt.