



(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)



1-0050359

(51)^{2021.01} D06M 13/152; D06M 13/192; D06M 13/224; D06M 15/53; D06M 13/262; D06M 13/292; D06M 13/372; D06M 13/188; D06M 13/256 (13) B

(21) 1-2022-05813

(22) 18/03/2021

(86) PCT/JP2021/011027 18/03/2021

(87) WO2021/193336 30/09/2021

(30) 2020-056940 27/03/2020 JP

(45) 25/08/2025 449

(43) 26/12/2022 417A

(73) MATSUMOTO YUSHI-SEIYAKU CO., LTD. (JP)

1-3, Shibukawa-cho 2-chome, Yao-shi, Osaka 5810075, Japan

(72) SHORO, Daisuke (JP); OMAE Akihiro (JP).

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

(54) DUNG DỊCH HOÀN TẤT XƠ TỔNG HỢP VÀ QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ DUNG DỊCH NÀY

(21) 1-2022-05813

(57) Sáng chế đề xuất dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp không làm tắc đường dẫn dung dịch hoàn tất ngay cả sau khi lưu trữ lâu dài dung dịch hoàn tất này trước khi sử dụng và cho phép sản xuất các xơ tổng hợp một cách ổn định.

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế chủ yếu chứa chất hoạt động bề mặt không ion (N), chất bôi trơn (L) khác với chất hoạt động bề mặt không ion (N), và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D), và tùy ý có thể còn chứa ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat hữu cơ (AP), chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA) và chất chống oxy hóa (E); trong đó chất hoạt động bề mặt không ion (N) là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm ete rượu đa chức polyoxyalkylen, este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen, ete rượu béo polyoxyalkylen, este axit béo của polyalkylen glycol, và este axit béo rượu đa chức chứa ít nhất một nhóm hydroxyl trong phân tử; và trong đó mã độ sạch theo ISO 4406:99 của dung dịch hoàn tất không lớn hơn 17/16/14 hoặc số lượng hạt tạp chất có cỡ hạt nhỏ nhất 4 μm bằng 130.000 hoặc ít hơn trong 100mL dung dịch hoàn tất.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp và ứng dụng của dung dịch này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong quá trình sản xuất các loại xơ tổng hợp công nghiệp, dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp thường được đưa lên các xơ bằng các trục phủ dung dịch hoàn tất. Các dung dịch hoàn tất này được dùng dưới dạng pha loãng được điều chế bằng cách pha loãng với các parafin có độ nhớt thấp, như các parafin C11-C15 thông thường, đến nồng độ tương đối thấp, tức 50% hoặc thấp hơn, và độ nhớt của chúng được điều chỉnh đến 10 mm²/s hoặc thấp hơn nhằm mục đích phủ đồng đều dung dịch hoàn tất lên các xơ.

Gần đây, tuy nhiên, các dung dịch hoàn tất này ngày càng được đưa lên các xơ bằng cách sử dụng thiết bị phun phủ dung dịch hoàn tất để phun nhũ tương nước của dung dịch hoàn tất hoặc dung dịch hoàn tất nồng độ cao được pha loãng với lượng ít hơn parafin có độ nhớt thấp để làm giảm lượng parafin có độ nhớt thấp thải ra môi trường và giảm chi phí vận hành dây chuyền phủ dung dịch hoàn tất.

Khi phủ dung dịch hoàn tất bằng thiết bị phun phủ dung dịch hoàn tất được nạp dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp nồng độ cao được pha loãng bằng một lượng nhỏ parafin có độ nhớt thấp, thì dung dịch hoàn tất này được phun lên xơ tổng hợp qua lỗ nhỏ của thiết bị phun phủ dung dịch hoàn tất. Tuy nhiên, dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp được nạp vào thiết bị phun phủ dung dịch hoàn tất như vậy có nhược điểm là thường bị giảm dần về lượng dung dịch hoàn tất được phun và cuối cùng làm tắc lỗ dẫn khiến cho quá trình phủ dung dịch hoàn tất bị gián đoạn và dây chuyền sản xuất xơ tổng hợp bị dừng lại.

Danh sách tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế:

Patent Nhật Bản số 6533002

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Các tác giả sáng chế này đã nghiên cứu nguyên nhân dẫn đến sự giảm dần lượng dung dịch hoàn tất được phun và cuối cùng làm tắc lỗ dẫn khiến cho quá trình phủ dung dịch hoàn tất bị gián đoạn, và thấy rằng các hạt mịn tạo ra trong dung dịch hoàn tất đã tích tụ bên trong máy bơm dung dịch hoàn tất và các lỗ nhỏ của thiết bị phun phủ dung dịch hoàn tất khiến cho lượng dung dịch hoàn tất phun ra bị suy giảm.

Sáng chế nhằm tạo ra dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp có đặc tính không làm tắc đường dẫn dung dịch hoàn tất ngay cả sau khi lưu trữ lâu dài dung dịch hoàn tất này trước khi sử dụng và cho phép sản xuất xơ tổng hợp một cách ổn định.

Giải pháp cho vấn đề

Các tác giả sáng chế này đã nghiên cứu giải pháp nhằm giải quyết vấn đề nêu trên, và đã phát hiện thấy rằng các hạt mịn trong dung dịch hoàn tất nêu trên là muối phức không tan trong chất pha loãng của dung dịch hoàn tất và được tạo thành trong quá trình bảo quản lâu dài dung dịch hoàn tất này thông qua phản ứng phức tạp giữa chất chống tĩnh điện, chất phụ gia chịu cực áp và sản phẩm cộng etylen-oxit của amin hữu cơ được sử dụng làm chất điều chỉnh độ pH. Các tác giả sáng chế cũng đã thấy rằng việc loại bỏ các hạt mịn nêu trên bằng cách xử lý thích hợp trong quá trình điều chế dung dịch hoàn tất là giải pháp đúng đắn và được ưu tiên để giải quyết vấn đề này.

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế chủ yếu chứa chất hoạt động bề mặt không ion (N), chất bôi trơn (L) khác chất hoạt động bề mặt không ion (N), và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D), và tùy ý có thể còn chứa ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat

hữu cơ (AP), chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA) và chất chống oxy hóa (E); trong đó chất hoạt động bề mặt không ion (N) là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm ete rượu đa chức polyoxyalkylen, este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen, ete rượu béo polyoxyalkylen, este axit béo của polyalkylen glycol, và este axit béo rượu đa chức chứa ít nhất một nhóm hydroxyl trong phân tử; và trong đó mã độ sạch (cleanliness code) theo ISO 4406:99 của dung dịch hoàn tất không lớn hơn 17/16/14 hoặc số lượng hạt tạp chất có cỡ hạt bằng ít nhất 4 μm bằng 130.000 hoặc ít hơn trong 100mL dung dịch hoàn tất.

Dung dịch hoàn tất này chủ yếu chứa chất chống oxy hóa (E), và tốt hơn nếu chất chống oxy hóa (E) này có chứa chất chống oxy hóa phenol cản trở (hindered phenol antioxidant) có một hoặc ít hơn nhóm butyl bậc ba và ít nhất một nhóm cacbonyl trên nhóm phenol.

Tốt hơn nếu hạt tạp chất bao gồm ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm lactat, muối lactat, monoethyl sulfosuxinat, muối monoethyl sulfosuxinat, sulfat vô cơ, muối sulfat vô cơ, phosphat vô cơ, và muối phosphat vô cơ, và tốt hơn nếu tổng lượng các hạt tạp chất này bằng hoặc nhỏ hơn 1.500ppm.

Tốt hơn nếu dung dịch hoàn tất này có điểm vẩn đục ở nhiệt độ cao (high-temperature cloud point) bằng 50°C hoặc cao hơn và điểm vẩn đục ở nhiệt độ thấp thấp hơn 10°C.

Dung dịch hoàn tất này chủ yếu chứa chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), và tốt hơn nếu chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H) này chứa sản phẩm ngưng tụ của sản phẩm cộng etylen oxit của dầu thầu dầu được hydro hóa và axit dicarboxylic.

Quy trình điều chế dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp theo sáng chế về cơ bản bao gồm bước (II) và bước (III) như được mô tả dưới đây và có thể tùy ý còn bao gồm bước (I) và/hoặc bước (IV) như được mô tả dưới đây,

trong đó chất hoạt động bề mặt không ion (N) được mô tả dưới đây là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm ete rượu đa chức polyoxyalkylen,

este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen, este rượu béo polyoxyalkylen, este axit béo của polyalkylen glycol, và este axit béo rượu đa chức chứa ít nhất một nhóm hydroxyl trong phân tử.

Bước (I): Điều chế hỗn hợp lỏng (i) bằng cách: trộn ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion (N), chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat hữu cơ (AP) và sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA), và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D); khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C trong ít nhất 1 giờ; để yên hỗn hợp trong ít nhất 10 giờ để thu được chất nổi trên bề mặt; và lọc chất nổi trên bề mặt này dưới các điều kiện lọc được mô tả dưới đây.

Bước (II): Điều chế dung dịch (ii) bằng cách: trộn ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất bôi trơn (L) (khác với chất hoạt động bề mặt không ion (N)) và chất hoạt động bề mặt không ion (N), và chất chống oxy hóa (E); khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 150°C để hòa tan chất chống oxy hóa (E); và làm nguội dung dịch này tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 100°C.

Bước (III): Điều chế dung dịch (iii) bằng cách trộn hỗn hợp lỏng (i) và/hoặc dung dịch (ii) và ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất bôi trơn (L) (khác với chất hoạt động bề mặt không ion (N)), chất hoạt động bề mặt không ion (N) và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D).

Bước (IV): Điều chế dung dịch hoàn tất cuối (iv) qua các bước: khuấy dung dịch (iii) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C trong ít nhất 1 giờ; để yên dung dịch này trong ít nhất 10 giờ; và lọc dung dịch thu được dưới các điều kiện lọc được mô tả dưới đây.

Điều kiện lọc

Giấy lọc: khối lượng từ 300 đến 400-g/m², chiều dày từ 0,5 đến 1 mm, độ thấm khí từ 100 đến 150-sec/100mL/in², độ chính xác lọc từ 1 đến 5 μm

Chất phụ trợ lọc: đất tảo silic

Độ dày của đất tảo silic trên giấy lọc: từ 5 đến 20 cm.

Hiệu quả có lợi của sáng chế

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế không làm tắc đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng và góp phần vào việc sản xuất xơ tổng hợp một cách ổn định.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế chứa các hợp phần cụ thể và có mã độ sạch theo ISO 4406:99 không cao hơn một mức nhất định. Dung dịch hoàn tất này được mô tả chi tiết như sau.

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế có mã độ sạch theo ISO 4406:99 không cao hơn 17/16/14. Dung dịch hoàn tất có mã độ sạch cao hơn 17/16/14 không thể giải quyết vấn đề của sáng chế. Tốt hơn nếu dung dịch hoàn tất theo sáng chế có mã độ sạch không cao hơn 15/14/12, tốt hơn nữa nếu không cao hơn 14/13/11, và còn tốt hơn nữa nếu không cao hơn 13/11/9.

ISO 4406:99 là tiêu chuẩn quốc tế để tạo ra mã thể hiện sự phân bố các hạt tạp chất trong mẫu lỏng được xác định bằng cách đếm số lượng các hạt rắn trong 100mL mẫu. Số lượng thực của các hạt tạp chất đếm được là quá lớn để có thể được đưa ra trực tiếp và do vậy con số này được chuyển đổi thành logarit hệ số 2 để chỉ mức độ nhiễm bẩn. Tiêu chuẩn này quy định mã hiệu gồm ba phần cho biết số lượng quy đổi của ba loại hạt có cỡ hạt lần lượt bằng ít nhất 4 μm , ít nhất 6 μm và ít nhất 14 μm .

Số lượng hạt tạp chất, Cp, trong 100mL dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp được đếm bằng máy đếm hạt trong chất lỏng (ví dụ, HIAC Royco Liquid Particle Counter System 8011, được sản xuất bởi Hach Ultra Analytics).

Để đạt được hiệu quả của sáng chế, thì tốt hơn nếu số lượng hạt tạp chất có cỡ hạt bằng ít nhất 4 μm trong 100mL dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế không được lớn hơn 130.000, tốt hơn nữa nếu không lớn hơn 64.000, và còn tốt hơn nữa nếu không lớn hơn 32.000.

Tốt hơn nếu dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế chứa các hạt tạp chất với lượng không lớn hơn 1500ppm, tốt hơn nữa nếu không lớn hơn 1000ppm, còn tốt hơn nữa nếu không lớn hơn 500ppm, còn tốt hơn nữa nếu không lớn hơn 250ppm, và tốt nhất là không lớn hơn 125ppm. Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp chứa các hạt tạp chất với lượng lớn hơn 1500ppm có thể gây tắc đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng.

Giới hạn dưới của lượng hạt tạp chất chứa trong dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế cần được giữ ở mức 0,1ppm.

Tốt hơn nếu các hạt tạp chất trong dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm lactat, muối lactat, monoethyl sulfosuxinat, muối monoethyl sulfosuxinat, sulfat vô cơ, muối sulfat vô cơ, phosphat vô cơ, và muối phosphat vô cơ để đạt được hiệu quả của sáng chế.

Tốt hơn nếu điểm vẫn đục ở nhiệt độ cao của dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế không thấp hơn 50°C, tốt hơn nữa nếu không thấp hơn 55°C, và còn tốt hơn nữa nếu không thấp hơn 60°C để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng. Tốt hơn nếu giới hạn trên của điểm vẫn đục ở nhiệt độ cao bằng 90°C.

Tốt hơn nếu điểm vẫn đục ở nhiệt độ thấp của dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế không cao hơn 10°C, tốt hơn nữa nếu không cao hơn 5°C và còn tốt hơn nữa nếu không cao hơn 0°C để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng. Tốt hơn nếu giới hạn dưới của điểm vẫn đục ở nhiệt độ thấp bằng -10°C.

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế có độ nhớt quá thấp ở 25°C có thể bị phân tán khỏi thiết bị phủ dung dịch hoàn tất. Nếu độ nhớt quá cao, thì dung dịch hoàn tất này không được phủ đồng đều lên xơ. Tốt hơn nếu độ nhớt của dung dịch hoàn tất ở 25°C nằm trong khoảng từ 10 đến 100mm²/s, tốt hơn nữa nếu từ 20 đến 95 mm²/s, còn tốt hơn nữa nếu từ 30 đến 90 mm²/s, và còn tốt hơn nữa nếu từ 40 đến 85 mm²/s.

Tốt hơn nếu dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế có tỷ trọng cao ở 25°C, vì tỷ trọng quá thấp của dung dịch hoàn tất sẽ làm tăng tốc độ lắng cặn hoặc kết tụ các hạt tạp chất lơ lửng trong dung dịch hoàn tất này. Tốt hơn nếu tỷ trọng của dung dịch hoàn tất ít nhất bằng 0,75, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 0,80, và còn tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 0,85.

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế chủ yếu chứa chất bôi trơn (L), chất hoạt động bề mặt không ion (N) và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D).

Tốt hơn nếu dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế còn chứa ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat hữu cơ (AP), chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), sản phẩm cộng etylen-oxit của amin hữu cơ (RA), và chất chống oxy hóa (E) để đạt được hiệu quả của sáng chế.

Chất bôi trơn (L)

Chất bôi trơn (L) là thành phần thiết yếu của dung dịch hoàn tất theo sáng chế và không bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion (N). Chất bôi trơn (L) này bao gồm các chất bôi trơn đã biết thường được sử dụng trong dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp, như 1) este của rượu monohydric béo và axit béo (L1), 2) este của rượu đa chức béo và axit béo (L2), 3) este của rượu monohydric béo và axit polycarboxylic béo (L3), 4) este thơm có nhân thơm trên mỗi phân tử (L4), 5) este chứa lưu huỳnh (L5), và 6) dầu khoáng (L6). Một chất hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai chất bôi trơn (L) này có thể được sử dụng.

1) Este (L1)

Este (L1) được sản xuất bằng cách este hóa rượu monohydric béo với axit béo (axit carboxylic monohydric béo), và không chứa các nhóm polyoxyalkylen trong phân tử. Một este hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai este (L1) này có thể được sử dụng.

Tốt hơn nếu este (L1) là hợp chất có công thức hóa học (1) dưới đây.



(trong đó R^1 là nhóm $C_4\text{-}C_{24}$ alkyl hoặc alkenyl, và R^2 là nhóm $C_6\text{-}C_{24}$ alkyl hoặc alkenyl).

Tốt hơn nếu R^1 có số nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 6 đến 22, tốt hơn nữa nếu từ 8 đến 20, và còn tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 18. Số nguyên tử cacbon của R^1 ít hơn 4 có thể dẫn đến màng dung dịch hoàn tất yếu trên bề mặt xơ làm tăng lượng tơ bị đứt. Mặt khác, số nguyên tử cacbon cao hơn 24 có thể dẫn đến độ ma sát cao giữa xơ và kim loại làm tăng lượng tơ bị đứt. R^1 có thể là nhóm alkyl hoặc nhóm alkenyl, và nhóm alkyl được ưu tiên để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng.

Tốt hơn nếu R^2 có số nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 6 đến 22, tốt hơn nữa nếu từ 8 đến 20, và còn tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 18. Số nguyên tử cacbon của R^2 ít hơn 6 có thể dẫn đến màng dung dịch hoàn tất yếu trên bề mặt xơ làm tăng lượng tơ bị đứt. Mặt khác, số nguyên tử cacbon lớn hơn 24 có thể dẫn đến độ ma sát cao giữa xơ và kim loại làm tăng lượng tơ bị đứt. R^2 có thể là nhóm alkyl hoặc nhóm alkenyl, và nhóm alkenyl được ưu tiên để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng.

Este (L1) không bị hạn chế cụ thể, và bao gồm, ví dụ, 2-đexyltetradecanoyl erucat, 2-đexyltetradecanoyl oleat, 2-octylđodexyl stearat, isooctyl palmitat, isooctyl stearat, butyl palmitat, butyl stearat, butyl oleat, isooctyl oleat, lauryl oleat, isotriđexyl stearat, hexađexyl stearat, isostearyl oleat, oleyl octanoat, oleyl laurat, oleyl palmitat, oleyl stearat và oleyl oleat. Trong số các este này, 2-đexyltetradecanoyl oleat, 2-octylđodexyl stearat, isooctyl palmitat, isooctyl stearat, lauryl oleat, isotriđexyl stearat, hexađexyl stearat, isostearyl oleat, và oleyl oleat được ưu tiên.

2) Este (L2)

Este (L2) được sản xuất bằng cách este hóa rượu đa chức béo với axit béo (axit carboxylic monohydric béo), và không chứa các nhóm polyoxyalkylen trong phân tử. Một este hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai este (L2) này có thể được sử dụng.

Rượu đa chức béo cấu thành este (L2) không bị hạn chế cụ thể miễn là nó có ít nhất hai nhóm hydroxyl trong phân tử, và một rượu hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai

rượu này có thể được sử dụng. Tốt hơn nếu rượu đa chức này có ít nhất ba nhóm hydroxyl trong phân tử, tốt hơn nữa nếu có ba hoặc bốn nhóm hydroxyl, và còn tốt hơn nữa nếu có ba nhóm hydroxyl để tạo thành màng dung dịch hoàn tất đủ mạnh.

Rượu đa chức béo này bao gồm, ví dụ, glycol etylen, diglycol etylen, triglycol etylen, propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, 1,2-butandiol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, neopentyl glycol, xyclohexandiol, xyclohexandimetanol, glyxerin, trimetylol propan, pentaerythritol, erythritol, diglyxerin, sorbitan, sorbitol, đitrimetylol propan, đipentaerythritol, triglyxerin, tetraglyxerin, và sucroza. Trong số các rượu đa chức này, glyxerin, trimetylol propan, pentaerythritol, erythritol, diglyxerin, sorbitan, sorbitol, đitrimetylol propan, đipentaerythritol và sucroza được ưu tiên, glyxerin, trimetylol propan, pentaerythritol, erythritol, diglyxerin và sorbitan được ưu tiên hơn, và glyxerin và trimetylol propan được ưu tiên hơn nữa.

Axit béo cấu thành este (L2) có thể là loại bão hòa hoặc không bão hòa. Số lượng liên kết không bão hòa của axit béo trong phân tử không bị hạn chế cụ thể, và tốt hơn nếu axit béo này có một hoặc hai liên kết không bão hòa trong phân tử, vì axit béo có ba hoặc nhiều hơn liên kết không bão hòa sẽ làm tăng độ nhớt của dung dịch hoàn tất xơ tạo thành do sự oxy hóa và thoái biến của este axit béo sẽ làm hỏng tính nhờn của dung dịch hoàn tất. Tốt hơn nếu axit béo này có số nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 8 đến 24, tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 20, và còn tốt hơn nữa nếu từ 12 đến 18 để đồng thời đạt được đủ độ bền của màng dung dịch hoàn tất và tính nhờn của các sợi tơ. Một axit béo hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai axit béo này có thể được sử dụng, và hỗn hợp gồm các axit béo bão hòa và không bão hòa cũng có thể được sử dụng.

Este (L2) này có ít nhất hai liên kết este trong phân tử, tốt hơn nếu có ít nhất ba liên kết este trong phân tử và tốt hơn nữa nếu có ba liên kết este trong phân tử để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng.

Trị số iot của este (L2) không bị hạn chế cụ thể.

Tốt hơn nếu khối lượng phân tử trung bình trọng số của este (L2) nằm trong khoảng từ 300 đến 1.200, tốt hơn nữa nếu từ 300 đến 1.000, và còn tốt hơn nữa nếu từ 500 đến 1.000. Este (L2) có khối lượng phân tử trung bình khối thấp hơn 300 có thể khiến cho màng dung dịch hoàn tất không có đủ độ bền và làm tăng lượng tơ bị đứt hoặc sinh khối khi dùng nhiệt kéo xơ. Mặt khác, este có khối lượng phân tử trung bình trọng số lớn hơn 1.200 có thể làm giảm tính nhờn của dung dịch hoàn tất thu được, làm tăng lượng tơ bị đứt và làm giảm chất lượng xơ dẫn đến chất lượng kém của vải dệt thoi và vải dệt kim. Khối lượng phân tử trung bình khối nêu trong sáng chế này được xác định bằng cách phân tích mẫu có nồng độ 3-mg/cc bằng thiết bị GPC hiệu năng cao (HLC-8220GPC được sản xuất bởi Tosoh Corporation) trong đó mẫu thử được nạp vào các cột riêng biệt (KF-402HQ và KF-403HQ được sản xuất bởi Show Denko K.K.) và tính toán từ các giá trị đỉnh GPC được phát hiện bởi bộ dò chiết suất vi sai.

Este (L2) này bao gồm, ví dụ, trimetylolpropan tricaprilat, trimetylolpropan tricaprinat, trimetylolpropan trilaurat, trimetylolpropan trioleat, trimetylolpropan (laurat, myristylat, palmitat), trimetylolpropan (laurat, myristylat, oleat), trimetylolpropan (este tri-dầu hạt cọ-axit béo), trimetylolpropan (este tri-dầu dừa-axit béo), dầu dừa, dầu hạt cải, dầu cọ, glycerin trilaurat, glycerin trioleat, glycerin triisostearat, pentaerythritol tetracaprylat, pentaerythritol tetracaprinat, pentaerythritol tetralaurat, erythritol tetralaurat, pentaerythritol (tetra-dầu hạt cọ-axit béo este), pentaerythritol (tetra-dầu dừa-axit béo este), và 1,6-hexanediol dioleat. Các este này không chứa nhóm hydroxyl trong phân tử của chúng.

Este (L2) này có thể thu được bằng cách este hóa các axit béo và rượu đa chức béo có bán trên thị trường bằng các quy trình đã biết. Các este tự nhiên được chiết từ trái cây, các hạt giống hoặc hoa có cấu trúc hóa học của este (L2) có thể được sử dụng. Các este tự nhiên có thể được sử dụng mà không cần xử lý hoặc sau khi tinh chế theo quy trình đã biết nếu cần. Hơn nữa, este tinh chế có thể được tinh chế tiếp bằng cách phân tách dựa trên sự khác nhau về điểm nóng chảy theo quy trình đã biết. Este thu được bằng phản ứng chuyển hóa este của ít nhất hai este tự nhiên (mỡ và dầu) cũng có thể được sử dụng.

3) Este (L3)

Este (L3) được sản xuất bằng cách este hóa rượu monohydric béo với axit polycarboxylic béo, và không chứa các nhóm polyoxyalkylen trong phân tử. Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai este (L3) có thể được sử dụng.

Rượu monohydric béo cấu thành este (L3) không bị hạn chế cụ thể, và một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai rượu monohydric béo có thể được sử dụng. Rượu monohydric béo này có thể là bão hòa hoặc không bão hòa. Số liên kết không bão hòa trong phân tử rượu monohydric béo không bị hạn chế cụ thể, và rượu monohydric béo có một liên kết không bão hòa trong phân tử được ưu tiên vì rượu monohydric béo có hai hoặc nhiều liên kết không bão hòa trong phân tử dễ bị oxy hóa và phân hủy hơn dẫn tới làm tăng độ nhớt của dung dịch hoàn tất thu được và làm giảm tính nhờn của dung dịch hoàn tất. Tốt hơn nếu rượu monohydric béo này có số nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 8 đến 24, tốt hơn nữa nếu từ 14 đến 24 và còn tốt hơn nữa nếu từ 18 đến 22 để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng. Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai rượu monohydric béo có thể được sử dụng, và hỗn hợp của rượu monohydric béo bão hòa và rượu monohydric béo không bão hòa có thể được sử dụng.

Rượu monohydric béo này bao gồm rượu octyl, rượu isooctyl, rượu lauryl, rượu myristyl, rượu myristoleyl, rượu xetyl, rượu isoxetyl, rượu palmitoleyl, rượu stearyl, rượu isostearyl, rượu oleyl, rượu elaidyl, rượu vacxenyl, rượu gadoleyl, rượu arachidyl, rượu isoeicosanoyl, rượu eicosenoyl, rượu behenyl, rượu isođocosanyl, rượu eruxyl, rượu lignoxeryl, rượu isotetracosanyl, rượu nervonyl, rượu xerotinyl, rượu montanyl và rượu melissyl. Trong số các rượu này, rượu octyl, rượu isooctyl, rượu lauryl, rượu myristyl, rượu myristoleyl, rượu xetyl, rượu isoxetyl, rượu palmitoleyl, rượu stearyl, rượu isostearyl, rượu oleyl, rượu elaidyl, rượu vacxenyl, rượu gadoleyl, rượu arachidyl, rượu isoeicosanoyl, rượu eicosenoyl, rượu behenyl, rượu isođocosanyl, rượu eruxyl, rượu lignoxeryl, rượu isotetracosanyl và rượu nervonyl được ưu tiên; rượu myristoleyl, rượu palmitoleyl, rượu oleyl, rượu elaidyl, rượu vacxenyl, rượu gadoleyl, rượu eicosenoyl, rượu

eruxyl và rượu nervonyl được ưu tiên hơn; và rượu oleyl, rượu elaidyl, rượu vacxenyl, rượu gadoleyl, rượu eicosenoyl và rượu eruxyl được ưu tiên hơn nữa.

Axit polycarboxylic béo cấu thành este (L3) có ít nhất hai nhóm carboxyl, và không bị hạn chế cụ thể. Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai axit polycarboxylic béo có thể được sử dụng. Axit polycarboxylic béo được dùng trong dung dịch hoàn tất theo sáng chế không bao gồm các axit polycarboxylic chứa lưu huỳnh, như axit thiodipropionic. Tốt hơn nếu axit polycarboxylic béo này có hai nhóm carboxyl và không có nhóm hydroxyl trong phân tử.

Axit polycarboxylic béo này bao gồm axit xitric, axit isoxitric, axit malic, axit aconitic, axit oxaloaxetic, axit oxalosuccinic, axit succinic, axit fumaric, axit maleic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelaic và axit sebacic. Trong số các axit polycarboxylic béo này, axit aconitic, axit oxaloaxetic, axit oxalosuccinic, axit succinic, axit fumaric, axit maleic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelaic và axit sebacic được ưu tiên, và axit fumaric, axit maleic, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelaic và axit sebacic được ưu tiên hơn.

Este (L3) bao gồm, ví dụ, dioctyl adipat, dilauryl adipat, dioleoyl adipat, diisooctyl adipat, dioctyl sebacat, dilauryl sebacat, dioleoyl sebacat và diisooctyl sebacat.

Este (L3) có ít nhất hai liên kết este trong phân tử. Trị số iot của este (L3) không bị hạn chế cụ thể.

Tốt hơn nếu khối lượng phân tử trung bình khối của este (L3) nằm trong khoảng từ 500 đến 1.000, tốt hơn nữa nếu từ 500 đến 800, và còn tốt hơn nữa nếu từ 500 đến 700. Este (L3) có khối lượng phân tử trung bình khối thấp hơn 500 có thể khiến cho màng dung dịch hoàn tất không có đủ độ bền và làm tăng lượng tơ bị đứt hoặc sinh khói khi dùng nhiệt kéo xơ. Mặt khác, este (L3) có khối lượng phân tử trung bình khối cao hơn 1.000 có thể có điểm nóng chảy cao, gây đóng cặn tuyết trong các quy trình dệt thoi và dệt kim dùng các bó tơ được tắm dung dịch hoàn tất này và dẫn đến chất lượng vải dệt kém.

4) Este thơm (L4)

Este thơm (L4) chứa ít nhất một nhân thơm trong phân tử. Cụ thể, este thơm này bao gồm este của axit carboxylic thơm và rượu (L4-1) và este của rượu thơm và axit carboxylic (L4-2). Este thơm (L4) này không chứa nhóm polyoxyalkylen trong phân tử. Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai este thơm (L4) có thể được sử dụng.

5) Este chứa lưu huỳnh (L5)

Este chứa lưu huỳnh là ít nhất một este được chọn từ nhóm chỉ bao gồm các dieste và các monoeste của axit thiodipropionic và rượu béo.

Este chứa lưu huỳnh này có đặc tính chống oxy hóa. Este chứa lưu huỳnh trong dung dịch hoàn tất có chức năng cải thiện độ bền nhiệt của dung dịch hoàn tất. Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai este chứa lưu huỳnh có thể được sử dụng. Tốt hơn nếu phân tử lượng của axit thiodipropionic cấu thành este chứa lưu huỳnh này nằm trong khoảng từ 400 đến 1.000, tốt hơn nữa nếu từ 500 đến 900, và còn tốt hơn nữa nếu từ 600 đến 800. Rượu béo cấu thành este chứa lưu huỳnh có thể là rượu bão hòa hoặc rượu không bão hòa. Rượu béo này có thể là rượu mạch thẳng hoặc rượu mạch nhánh, và rượu mạch nhánh được ưu tiên. Tốt hơn nếu rượu béo này có số nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 8 đến 24, tốt hơn nữa nếu từ 12 đến 24, và còn tốt hơn nữa nếu từ 16 đến 24. Rượu béo bao gồm, ví dụ, rượu octyl, rượu 2-etyl-hexyl, rượu đexyl, rượu lauryl, rượu myristyl, rượu isoxetyl, rượu oleyl và rượu isostearyl. Trong số các rượu này, rượu oleyl và rượu isostearyl được ưu tiên.

Dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp theo sáng chế có thể chứa dầu khoáng làm chất bôi trơn khác với các chất bôi trơn nêu trên. Dầu khoáng được đề cập ở đây không phải là chất pha loãng có độ nhớt thấp dùng để pha loãng dung dịch hoàn tất, mà là dầu khoáng được bao gồm trong thành phần không bay hơi của dung dịch hoàn tất. Dầu khoáng này không bị hạn chế cụ thể, và bao gồm các dầu máy, dầu thoi và parafin lỏng. Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai dầu khoáng này có thể được sử dụng. Tốt hơn nếu độ nhớt của dầu khoáng ở 30°C nằm trong khoảng từ 100 đến 500 sec.

Tốt hơn nếu chất bôi trơn (L) được tinh chế để loại bỏ các chất xúc tác, v. v... trước khi điều chế dung dịch hoàn tất để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng.

Chất hoạt động bề mặt không ion (N)

Dung dịch hoàn tất theo sáng chế chủ yếu chứa chất hoạt động bề mặt không ion (N) cùng với chất bôi trơn (L) để tạo thành màng dung dịch hoàn tất chắc chắn trên bề mặt sợi tơ, truyền tính kết dính cho bó tơ và cải thiện hiệu quả sản xuất sợi tơ. Chất hoạt động bề mặt không ion (N) này không bao gồm chất bôi trơn (L) nêu trên. Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai chất hoạt động bề mặt không ion (N) có thể được sử dụng.

Chất hoạt động bề mặt không ion (N) này là ít nhất một chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm chỉ bao gồm ete rượu đa chức polyoxyalkylen, este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen, ete rượu béo polyoxyalkylen, este axit béo của polyalkylen glycol, và este axit béo rượu đa chức.

Ete rượu đa chức polyoxyalkylen

Ete rượu đa chức polyoxyalkylen có cấu trúc trong đó alkylen oxit bao gồm etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit được bổ sung vào mạch phân tử của rượu đa chức.

Rượu đa chức này bao gồm glycol etylen, glyxerin, trimetylol propan, pentaerythritol, diglyxerin, sorbitan, sorbitol, ditrimetylol propan, dipentaerythritol và sucroza. Trong số các rượu đa chức này, glyxerin, trimetylol propan và sucroza được ưu tiên.

Tốt hơn nếu số mol alkylen oxit được bổ sung trong rượu đa chức polyoxyalkylen nằm trong khoảng từ 3 đến 100, tốt hơn nữa nếu từ 4 đến 70 và còn tốt hơn nữa nếu từ 5 đến 50. Tốt hơn nếu tỷ lệ etylen oxit trong alkylen oxit bằng ít nhất 50% mol, và tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 80% mol.

Tốt hơn nếu khối lượng phân tử trung bình khối của ete rượu đa chức polyoxyalkylen nằm trong khoảng từ 300 đến 10.000, tốt hơn nữa nếu từ 400 đến 8.000 và còn tốt hơn nữa nếu từ 500 đến 5.000. Ete có khối lượng phân tử trung

binh khối nhỏ hơn 300 có thể không có đặc tính để ngăn ngừa việc tơ bị đứt và phải dừng quy trình. Mặt khác, ete có khối lượng phân tử trung bình khối lớn hơn 10.000 sẽ làm tăng ma sát của dung dịch hoàn tất thu được, dẫn đến không thể ngăn ngừa được hiện tượng tơ bị đứt và phải dừng quy trình hoặc thậm chí còn làm tăng những rắc rối đó.

Ete rượu đa chức polyoxyalkylen này bao gồm glycol polyetylen, polyoxyetylen glycerin, polyoxyetylen trimetylol propan, polyoxyetylen pentaerythritol, polyoxyetylen điglycerin, polyoxyetylen sorbitan, polyoxyetylen-polyoxypropylen sorbitan, polyoxyetylen sorbitol, polyoxyetylen-polyoxypropylen sorbitol, polyoxyetylen đitrimetylol propan, polyoxyetylen đipentaerythritol và polyoxyetylen sucroza, và không bị giới hạn trong phạm vi gồm các hợp chất này.

Este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen

Este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen được sản xuất bằng cách este hóa rượu đa chức polyoxyalkylen với axit béo, trong đó polyoxyalkylen bao gồm etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit.

Rượu đa chức này bao gồm glycerin, trimetylol propan, pentaerythritol, erythritol, điglycerin, sorbitan, sorbitol, đitrimetylol propan, đipentaerythritol và sucroza. Trong số các rượu đa chức này, glycerin, điglycerin, sorbitan và sorbitol được ưu tiên.

Axit béo bao gồm, ví dụ, axit lauric, axit myristic, axit myristoleic, axit palmitic, axit palmitoleic, axit isoxetylic, axit stearic, axit isostearic, axit oleic, axit elaidic, axit linoleic, axit lionlenic, axit arachidic, axit eicosenoic, axit behenic, axit isodocosanoic, axit eruxic, axit lignoxeric và axit isotetracosanoic.

Tốt hơn nếu số mol của alkylen oxit được bổ sung trong este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen nằm trong khoảng từ 3 đến 100, tốt hơn nữa nếu từ 5 đến 70 và còn tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 50. Tốt hơn nếu tỷ lệ etylen oxit trong alkylen oxit bằng ít nhất 50% mol, và tốt hơn nữa nếu bằng ít nhất 80 % mol.

Tốt hơn nếu khối lượng phân tử trung bình khối của este axit béo rượu đa

chức polyoxyalkylen nằm trong khoảng từ 300 đến 7.000, tốt hơn nữa nếu từ 500 đến 5.000 và còn tốt hơn nữa nếu từ 700 đến 3.000. Este có khối lượng phân tử trung bình khối nhỏ hơn 300 có thể gây sinh khói trong quá trình gia nhiệt và tác động có hại đến môi trường làm việc và không thể giảm được số lần phải dừng quy trình. Mặt khác, este có khối lượng phân tử trung bình khối lớn hơn 7.000 sẽ làm tăng ma sát của dung dịch hoàn tất thu được và không thể ngăn ngừa được hiện tượng tơ bị đứt và việc phải dừng quy trình hoặc thậm chí còn làm tăng những rắc rối đó.

Este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen này bao gồm polyoxyetylen glycerin monolaurat, polyoxyetylen glycerin đilaurat, polyoxyetylen glycerin trilaurat, polyoxyetylen trimetylol propan trilaurat, polyoxyetylen sorbitan monooleat, polyoxyetylen sorbitan dioleat, polyoxyetylen sorbitan trioleat, polyoxyetylen-polyoxypropylen sorbitan monooleat, polyoxyetylen-polyoxypropylen sorbitan dioleat, polyoxyetylen-polyoxypropylen sorbitan trioleat, polyoxyetylen-polyoxypropylen sorbitan trilaurat và polyoxyetylen sucroza trilaurat, và không bị giới hạn trong phạm vi gồm các hợp chất này.

Ete rượu béo polyoxyalkylen

Ete rượu béo polyoxyalkylen có cấu trúc trong đó các alkylen oxit bao gồm etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit được bổ sung vào mạch phân tử của rượu monohydric béo.

Ete rượu béo polyoxyalkylen này bao gồm, ví dụ, các sản phẩm cộng alkylen oxit của các rượu béo, như rượu octyl, rượu 2-etyl-hexyl, rượu đexyl, rượu lauryl, rượu tridexyl, rượu myristyl, rượu stearyl, rượu isostearyl và rượu oleyl.

Tốt hơn nếu số mol của alkylen oxit được bổ sung trong ete rượu béo polyoxyalkylen nằm trong khoảng từ 1 đến 100, tốt hơn nữa nếu từ 2 đến 70 và còn tốt hơn nữa nếu từ 3 đến 50. Tốt hơn nếu tỷ lệ etylen oxit trong các alkylen oxit bằng ít nhất 20% mol, tốt hơn nữa nếu bằng ít nhất 30% mol và còn tốt hơn nữa nếu bằng ít nhất 40% mol.

Este polyalkylen glycol axit béo

Este polyalkylen glycol axit béo được sản xuất bằng cách este hóa polyoxyglycol etylen hoặc polyoxyetylen-polyoxypropylen glycol với axit béo. Tốt hơn nếu khối lượng phân tử trung bình khối của polyalkylen glycol nằm trong khoảng từ 100 đến 1.000, tốt hơn nữa nếu từ 150 đến 800 và còn tốt hơn nữa nếu từ 200 đến 700.

Este polyalkylen glycol axit béo này bao gồm glycol polyetylen monolaurat, glycol polyetylen đilaurat, glycol polyetylen monooleat, glycol polyetylen dioleat, glycol polyetylen monostearat, glycol polyetylen distearat, polyetylen-glycol polypropylen monolaurat, polyetylen-glycol polypropylen đilaurat, polyetylen-glycol polypropylen monooleat và polyetylen-glycol polypropylen dioleat, và không bị giới hạn trong phạm vi gồm các este này.

Este axit béo rượu đa chức

Este axit béo rượu đa chức được sản xuất bằng cách este hóa rượu đa chức với axit béo, và không bao gồm chất bôi trơn (L) trên đây.

Rượu đa chức này bao gồm glycol etylen, trimetylol propan, pentaerythritol, erythritol, diglycol etylen, diglyxerin, sorbitan, sorbitol, ditrimetylol propan và sucroza. Trong số các rượu đa chức, glycol etylen, glyxerin, diglyxerin, sorbitan và sorbitol được ưu tiên.

Axit béo này bao gồm axit lauric, axit myristic, axit myristoleic, axit palmitic, axit palmitoleic, axit isoxetylic, axit stearic, axit isostearic, axit oleic, axit elaidic, axit linoleic, axit lionlenic, axit isoeicosanoic, axit gadoleic, axit eicosenoic, axit behenic, axit isođocosanoic, axit eruxic và axit lignoxeric.

Este axit béo rượu đa chức này chứa ít nhất một hoặc hai nhóm hydroxyl. Tốt hơn nếu khối lượng phân tử trung bình khối của este axit béo rượu đa chức nằm trong khoảng từ 100 đến 1.000, tốt hơn nữa nếu từ 200 đến 800 và còn tốt hơn nữa nếu từ 300 đến 600.

Este axit béo này bao gồm glyxerin monolaurat, glyxerin đilaurat, glyxerin monooleat, glyxerin dioleat, sorbitan monooleat, sorbitan dioleat, sucroza

monolaurat và sucroza đilaurat, và không bị giới hạn trong phạm vi gồm các este này.

Tốt hơn nếu chất hoạt động bề mặt không ion (N) được tinh chế bằng cách loại bỏ các chất xúc tác và các chất tương tự để cải thiện độ bền nhiệt của dung dịch hoàn tất thu được.

Chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H)

Chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H) là ít nhất một este được chọn từ nhóm chỉ bao gồm este của axit béo hydroxy chứa polyoxyalkylen và rượu đa chức (dưới đây đôi khi được gọi là este polyhydroxy) và este polyhydroxy có ít nhất một nhóm hydroxyl bị chặn bởi axit béo. Chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H) không có mặt trong chất bôi trơn (L) và chất hoạt động bề mặt không ion (N).

Este polyhydroxy và este polyhydroxy có ít nhất một nhóm hydroxyl bị chặn bởi axit béo

Este polyhydroxy này là este của axit béo hydroxy chứa polyoxyalkylen và rượu đa chức, và tốt hơn nếu ít nhất hai nhóm hydroxyl của rượu đa chức được este hóa. Do đó, este axit béo hydroxy chứa polyoxyalkylen rượu đa chức chứa nhiều nhóm hydroxyl.

Axit béo hydroxy chứa polyoxyalkylen có cấu trúc trong đó nhóm polyoxyalkylen được liên kết với nhóm hydrocacbon của axit béo qua nguyên tử oxy, và đầu khác của nhóm polyoxyalkylen, mà không liên kết với nhóm hydrocacbon của axit béo, tạo thành nhóm hydroxyl.

Este polyhydroxy này bao gồm, ví dụ, sản phẩm cộng alkylen oxit của este của axit béo hydroxy C_6 - C_{22} (tốt hơn nếu C_{16} - C_{20}) và rượu đa chức.

Axit béo hydroxy C_6 - C_{22} bao gồm, ví dụ, axit hydroxycaprylic, axit hydroxycapric, axit hydroxylauric, axit hydroxystearic và axit rixinoleic, và axit hydroxyoctadecanoic và axit rixinoleic được ưu tiên. Rượu đa chức bao gồm, ví dụ, glycol etylen, glycerin, sorbitol, sorbitan, trimetylol propan và pentaerythritol, và

glyxerin được ưu tiên. Alkylen oxit bao gồm các alkylen oxit C_2-C_4 , như etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit.

Tốt hơn nếu số mol của alkylen oxit được bổ sung trong axit béo hydroxy chứa polyoxyalkylen nằm trong khoảng từ 3 đến 60, và tốt hơn nữa nếu từ 8 đến 50. Tốt hơn nếu tỷ lệ etylen oxit trong alkylen oxit bằng ít nhất 50% mol, và tốt hơn nữa nếu bằng ít nhất 80 % mol.

Trong việc bổ sung ít nhất hai loại alkylen oxit vào axit béo hydroxy, thứ tự bổ sung các alkylen oxit không bị hạn chế cụ thể, và các alkylen oxit này có thể tạo thành copolyme khối hoặc ngẫu nhiên. Các alkylen oxit này có thể được bổ sung theo quy trình đã biết, và thường được bổ sung với sự có mặt của chất xúc tác bazơ.

Este polyhydroxy này có thể được điều chế, ví dụ, bằng cách este hóa rượu đa chức và hydroxyl axit béo (hydroxyl axit monocarboxylic) dưới các điều kiện tiêu chuẩn để điều chế este và bằng cách liên kết các alkylen oxit với este trong phản ứng cộng. Tốt hơn nếu este polyhydroxy này cũng có thể được điều chế bằng phản ứng cộng của các dầu tự nhiên, như dầu thầu dầu, hoặc dầu được hydro hóa, như dầu thầu dầu được hydro hóa, với các alkylen oxit.

Trong este polyhydroxy có ít nhất một nhóm hydroxyl bị chặn bởi axit béo, tốt hơn nếu số nguyên tử cacbon của axit béo chặn nhóm hydroxyl nằm trong khoảng từ 6 đến 24, và tốt hơn nữa nếu từ 12 đến 18. Số nguyên tử cacbon của nhóm hydrocacbon trong axit béo có thể thay đổi. Nhóm hydrocacbon có thể là hydrocacbon mạch thẳng hoặc hydrocacbon mạch nhánh mà có thể là bão hòa hoặc không bão hòa, và có thể có cấu trúc đa vòng. Axit béo như vậy bao gồm, ví dụ, axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit palmitoleic, axit stearic, axit oleic, axit eicosanic, axit behenic và axit lignoxeric. Quy trình và điều kiện phản ứng để este hóa không bị giới hạn cụ thể, và các quy trình và các điều kiện tiêu chuẩn bất kỳ có thể được dùng

Este polyhydroxy và este polyhydroxy có ít nhất một nhóm hydroxyl bị chặn bởi axit béo này bao gồm, ví dụ, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen, đặc biệt là dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20), dầu thầu dầu polyoxyetylen, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen monooleat, dầu thầu dầu được hydro hóa

polyoxyetylen dioleat, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen trioleat, đặc biệt là dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20) trioleat, dầu thầu dầu polyoxyetylen trioleat, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen tristearat, và dầu thầu dầu polyoxyetylen tristearat, đặc biệt là dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20) tristearat. Trong số các este này, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen trioleat và dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen tristearat được ưu tiên do chúng có độ tương hợp với các hợp phần dung dịch hoàn tất và các đặc tính tạo màng dung dịch hoàn tất chắc chắn và làm giảm lượng tơ bị đứt.

Tốt hơn nếu chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H) là sản phẩm ngưng tụ của dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen và axit dicarboxylic để đạt được hiệu quả của sáng chế.

Muối sulfonat hữu cơ (AS)

Muối sulfonat hữu cơ (AS) bao gồm muối sulfonat thơm và muối sulfonat béo.

Muối sulfonat thơm bao gồm natri toluen sulfonat, kali etylbenzen sulfonat, lithi propylbenzen sulfonat, natri butylbenzen sulfonat, kali hexylbenzen sulfonat, lithi octylbenzen sulfonat, natri nonylbenzen sulfonat, trietanol amin nonylbenzen sulfonat, kali đexylbenzen sulfonat, natri đodexylbenzen sulfonat, kali đodexylbenzen sulfonat, natri tetradexylbenzen sulfonat, và kali octadexylbenzen sulfonat. Trong số those các muối sulfonat, các muối sulfonat thơm có nhóm C_1 - C_{12} alkyl trong phân tử, như natri toluen sulfonat, natri nonylbenzen sulfonat, trietanol amin nonylbenzen sulfonat, natri đodexylbenzen sulfonat, và kali đodexylbenzen sulfonat, được ưu tiên.

Muối sulfonat béo không bị hạn chế cụ thể và bao gồm, ví dụ, natri alkan sulfonat, natri 1-octyl sulfonat, kali 1-đecan sulfonat, natri 1-lauryl sulfonat, natri 1-myristyl sulfonat, kali 1-xetyl sulfonat, natri 1-stearyl sulfonat, natri isooctyl sulfonat, natri isođecan sulfonat, natri isolauryl sulfonat, natri isomyristyl sulfonat, natri isoxetyl sulfonat, natri isostearyl sulfonat, kali đisobutyl sulfosuxinat, natri đì-2-ethylhexyl sulfosuxinat, natri dioctyl sulfosuxinat, và natri đinonyl sulfosuxinat.

Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai muối sulfonat này có thể được sử dụng. Trong số các muối này, muối chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm các hợp chất có công thức hóa học 7 và 8 sau đây được ưu tiên. Muối chứa các hợp chất này đạt được hiệu quả tốt hơn của sáng chế, như làm giảm nhiều hơn vết ố trên xơ gây ra bởi sự tích tụ và trắng lắng phủ dung dịch hoàn tất trong quá trình sản xuất xơ.

Muối phosphat hữu cơ (AP)

Muối phosphat hữu cơ (AP) không bị hạn chế cụ thể và bao gồm, Muối oleyl phosphat alkylaminoete POE (8), muối isoxetyl phosphat alkylaminoete POE, muối oleyl phosphat đibutyl etanolamin, muối isoxetyl phosphat laurylaminoete POE (10), muối isoxetyl phosphat stearylaminete POE (10), muối tridexyl phosphat laurylaminoete POE (3), và muối oleylete phosphat POE (8)-laurylaminoete POE (2).

Ký hiệu POE (8) có nghĩa là 8 mol polyoxyetylen được bổ sung vào hợp chất.

Sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA)

Sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA) là hợp chất có cấu trúc trong đó etylen oxit được bổ sung vào amin hữu cơ.

Amin hữu cơ này bao gồm, 1) các amin béo, như metyl amin, đimetyl amin, trimetyl amin, etyl amin, đietyl amin, trietyl amin, butyl amin, đibutyl amin, tributyl amin, octyl amin, lauryl amin, stearyl amin và oleyl amin; 2) các amin alkanol, như monoetanol amin, dietanol amin, trietanol amin, isopropanol amin, diisopropanol amin, và triisopropanol amin; và 3) các amin alkanol béo, như N,N-bis(hydroxyetyl)butyl amin, N,N-bis(hydroxyetyl)octyl amin, và N,N-bis(hydroxyetyl)lauryl amin.

Tốt hơn nếu số mol etylen oxit được bổ sung vào các amin này nằm trong khoảng từ 1 đến 40, tốt hơn nữa nếu từ 2 đến 30, và còn tốt hơn nữa nếu từ 3 đến 20 để đạt được hiệu quả của sáng chế.

Các ví dụ cụ thể của sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA) bao gồm laurylaminoete POE (10), oleylaminoete POE (15), alkylaminoete mỡ bò POE (10), và muối oleat alkylaminoete mỡ bò POE (10).

Chất pha loãng có độ nhớt thấp (D)

Chất pha loãng có độ nhớt thấp (D) không bị hạn chế cụ thể và bao gồm, ví dụ, dung môi hữu cơ, dầu khoáng có độ nhớt thấp, và nước.

Các ví dụ cụ thể của dung môi hữu cơ là hexan, etanol, isopropanol, rượu oleyl, glycol etylen, propylen glycol, dietyl ete, toluen, xylen, dimetyl formamit, metyletyl keton, cloform, và glyxerin.

Các ví dụ của dầu khoáng có độ nhớt thấp bao gồm dầu khoáng có độ nhớt động học bằng 5 mm²/s hoặc thấp hơn ở 30°C. Cụ thể, các dầu khoáng như vậy là undecan mạch thẳng, dodecan mạch thẳng, tridecan mạch thẳng, tetradecan mạch thẳng, các parafin C₁₁-C₁₃ (ví dụ, N-Paraffin số 1408, được sản xuất bởi Sasol Limited), các parafin C₁₂ (ví dụ, CACTUS Normal Paraffin N-12D, được sản xuất bởi Japan Energy Corporation), các parafin C₁₃-C₁₅ (ví dụ, CACTUS Normal Paraffin YHNP, được sản xuất bởi Japan Energy Corporation), và các parafin C₁₄ (ví dụ, CACTUS Normal Paraffin N-14, được sản xuất bởi Japan Energy Corporation). Các chất pha loãng có độ nhớt thấp có thể được sử dụng riêng lẻ, hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai chất pha loãng có độ nhớt thấp này có thể được sử dụng miễn là chúng tương hợp với nhau.

Chất chống oxy hóa (E)

Chất chống oxy hóa (E) không bị hạn chế cụ thể và các chất chống oxy hóa hữu cơ được ưu tiên để đạt được hiệu quả của sáng chế. Các chất chống oxy hóa hữu cơ này bao gồm trioctadexyl phosphit, N, N-diphenyl-p-phenylen diamin, diolelyl-thiodipropionat, và các chất chống oxy hóa phenol cản trở. Trong số các chất chống oxy hóa này, các chất chống oxy hóa phenol cản trở được ưu tiên để đạt được hiệu quả của sáng chế.

Tốt hơn nếu các chất chống oxy hóa phenol cản trở có một hoặc ít hơn nhóm butyl bậc ba và ít nhất một nhóm cacbonyl trên nhóm phenol.

Các chất chống oxy hóa phenol cản trở này bao gồm, ví dụ, 2,6-đi-t-butyl-4-metyl phenol, n-octadexyl-3-(4'-hydroxy-3',5'-đi-t-butylphenyl) propionat, 2,2'-metylenbis (4-metyl-6-t-butylphenol), 2,2'-metylenbis (4-etyl-6-t-butylphenol), 2,4-bis (octyl thiometyl)-o-cresol, 2-t-butyl-6-(3-t-butyl-2-hydroxy-5-metylbenzyl)-4-metylphenyl acrylat, 2,4-đi-t-amyl-6-[1-(3,5-đi-t-amyl-2-hydroxyphenyl)etyl] phenyl acrylat, 2-[1-(2-hydroxy-3,5-đi-tert-pentylphenyl)] acrylat, tetrakis [metylen-3-(3,5-đi-t-butyl-4-hydroxyphenyl) propionat] metan, 1,3,5-tris (4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-đimetylbenzyl) isoxyanuric axit, bis [3-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl)propionic axit][etylen bis(oxyetylen)], 3,9-bis[-2-[3-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl)propynyloxy]-1,1-đimetylenyl]-2,4,-8,10-tetraoxaspiro[5,5]undecan, và 4,4'-butylidenbis(3-metyl-6-t-butylphenol).

Một hoặc hỗn hợp gồm ít nhất hai chất chống oxy hóa phenol cản trở có thể được sử dụng.

Quy trình điều chế dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp

Quy trình điều chế dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp theo sáng chế chủ yếu bao gồm bước (II) và bước (III) và có thể tùy ý có bước (I) và/hoặc bước (IV).

Bước (I)

Ở bước (I), hỗn hợp lỏng (i) được điều chế qua các bước: trộn ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), muối sulfonat hữu cơ (AS) và muối phosphat hữu cơ (AP), sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA), và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D); khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C trong ít nhất 1 giờ; để yên hỗn hợp trong ít nhất 10 giờ để thu được chất nổi trên bề mặt; và lọc chất nổi trên bề mặt này dưới các điều kiện lọc được mô tả dưới đây.

Điều kiện lọc

Giấy lọc: khối lượng 300 đến 400-g/m², chiều dày từ 0,5 đến 1 mm, độ thấm khí từ 100 đến 150-sec/100mL/in², độ chính xác lọc từ 1 đến 5 µm.

Chất phụ trợ lọc: đất tảo silic

Độ dày của đất tảo silic trên giấy lọc: từ 5 đến 20 cm

Chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat hữu cơ (AP), sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA) và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D) là các chất đã được đề cập trong phần mô tả dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp nêu trên (đoạn 0011).

Bước khuấy cần được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C, tốt hơn nếu từ 35 đến 80°C, tốt hơn nữa nếu từ 40 đến 70°C, và còn tốt hơn nữa nếu từ 45 đến 60°C để ngăn ngừa hiện tượng tắc nghẽn đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng. Nhiệt độ khuấy thấp hơn 30°C có thể làm cho các hạt tạp chất kết tụ không đủ và còn lưu lại với lượng đáng kể trong hỗn hợp lỏng sau khi lọc. Nhiệt độ khuấy cao hơn 100°C có thể gây ra sự tách pha của hỗn hợp lỏng do có sự bay hơi của các hợp phần dễ bay hơi trong hỗn hợp lỏng.

Bước khuấy này cần được thực hiện trong ít nhất 1 giờ, tốt hơn nếu trong ít nhất 3 giờ, tốt hơn nữa nếu trong ít nhất 6 giờ, và còn tốt hơn nữa nếu trong ít nhất 9 giờ. Việc khuấy với thời gian ít hơn 1 giờ không thể làm kết tụ đủ các hạt tạp chất.

Bước (II)

Ở bước (II), dung dịch (ii) được điều chế qua các bước: trộn ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất bôi trơn (L) và chất hoạt động bề mặt không ion (N), và chất chống oxy hóa (E); khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 150°C để hòa tan chất chống oxy hóa (E); và làm nguội dung dịch này tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 100°C.

Chất bôi trơn (L), chất hoạt động bề mặt không ion (N) và chất chống oxy hóa (E) là các chất đã được đề cập trong phần mô tả dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp nêu trên (đoạn 0011).

Việc khuấy ở bước (II) cần được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 150°C, tốt hơn nếu từ 80 đến 130 °C, tốt hơn nữa nếu từ 90 đến 120 °C, và còn tốt hơn nữa nếu từ 100 đến 110°C. Nhiệt độ khuấy thấp hơn 60°C có thể hòa tan không đầy đủ chất chống oxy hóa. Nhiệt độ khuấy cao hơn 150°C có

thể gây ra sự phân hủy chất bôi trơn.

Điều quan trọng là chất chống oxy hóa (E) được hòa tan một cách đồng đều trong dung dịch (ii).

Bước (III)

Ở bước (III), dung dịch (iii) được điều chế bằng cách trộn hỗn hợp lỏng (i), dung dịch (ii) và ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất bôi trơn (L), chất hoạt động bề mặt không ion (N) và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D).

Chất bôi trơn (L) và chất hoạt động bề mặt không ion (N) có thể là các chất đã được sử dụng trong bước (I) hoặc có thể là các chất khác.

Tốt hơn nếu chất pha loãng có độ nhớt thấp (D) được bổ sung cuối cùng.

Bước (IV)

Ở bước (IV), dung dịch hoàn tất cuối (iv) được điều chế qua các bước: khuấy dung dịch (iii) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C trong ít nhất 1 giờ; để yên dung dịch này trong ít nhất 10 giờ; và lọc dung dịch thu được dưới các điều kiện lọc được mô tả dưới đây.

Điều kiện lọc

Giấy lọc: khối lượng 300 đến 400-g/m², chiều dày từ 0,5 đến 1 mm, độ thấm khí từ 100 đến 150-sec/100mL/in², độ chính xác lọc từ 1 đến 5 µm;

Chất phụ trợ lọc: đất tảo silic;

Độ dày của đất tảo silic trên giấy lọc: từ 5 đến 20 cm.

Việc khuấy ở bước (III) cần được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C, tốt hơn nếu từ 35 đến 90°C, và tốt hơn nữa nếu từ 40 đến 80°C. Việc khuấy ở bước (III) cần được thực hiện trong ít nhất 1 giờ, tốt hơn nữa nếu trong 1,5 giờ, và còn tốt hơn nữa nếu trong 2 giờ.

Hỗn hợp và dung dịch này cần được để yên trong ít nhất là 10 giờ, tốt hơn nữa nếu trong ít nhất 12 giờ, và còn tốt hơn nữa nếu trong ít nhất 20 giờ, mặc dù thời gian để yên lâu hơn 24 giờ sẽ làm giảm công suất tạo xơ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được minh họa tiếp bằng ví dụ về các phương án thực hiện. Sáng chế không bị giới hạn ở phạm vi của các phương án dưới đây. Ký hiệu “%” trong phần mô tả và các bảng dưới đây có nghĩa là “% khối lượng”.

Mã độ sạch theo ISO 4406:99

ISO 4406:99 là tiêu chuẩn quốc tế để tạo ra mã thể hiện sự phân bố các hạt tạp chất trong mẫu lỏng, được xác định bằng cách đếm các hạt rắn trong 100mL mẫu. Số lượng thực của các hạt tạp chất đếm được là quá lớn để có thể được thể hiện trực tiếp và do vậy con số này được chuyển đổi thành logarit hệ số 2 để chỉ mức độ nhiễm bẩn. Tiêu chuẩn này quy định mã hiệu gồm ba phần cho biết số lượng quy đổi của ba loại hạt có cỡ hạt lần lượt bằng ít nhất 4 μm , ít nhất 6 μm và ít nhất 14 μm .

Số lượng hạt tạp chất, Cp, trong 100mL dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp được đếm bằng máy đếm hạt trong chất lỏng (ví dụ, HIAC Royco Liquid Particle Counter System 8011, được sản xuất bởi Hach Ultra Analytics).

Hàm lượng lactat (ppm)

Mẫu (phần chất không bay hơi của dung dịch hoàn tất) được hòa tan trong metanol và được trung hòa bằng dung dịch kali hydroxit-ete vương miện metanolic. Sau đó, metanol được hóa hơi trong điều kiện áp suất thấp và 4-bromphenaxyl bromua được bổ sung làm chất đánh dấu. Sau đó axetonitril được bổ sung vào để thu được 10mL. Sau khi cho hỗn hợp này phản ứng ở 80°C trong 15 phút, sản phẩm phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và được phân tích bằng HPLC để xác định hàm lượng lactat.

Hàm lượng phosphat và hàm lượng sulfat

Dung dịch ion phosphat-ion sulfat chuẩn được điều chế bằng cách hòa tan

2,0003g đinatri hydro phosphat (JIS K 9020, để đo độ pH) đã được sấy khô ở 110°C trong 5 giờ và 2,1765g kali sulfat (JIS K 8962, chất thử loại đặc biệt) gia nhiệt ở 750°C trong 1 giờ trong nước cực tinh khiết để thu được 1L. Dung dịch chuẩn này chứa 1000ppm ion phosphat và 1000ppm ion sulfat.

Mẫu (phần chất không bay hơi của dung dịch hoàn tất) được hòa tan trong nước cực tinh khiết tới nồng độ nằm trong khoảng từ 5 đến 20%. Dung dịch nước này được phân tích bằng sắc ký ion để xác định lượng ion phosphat và ion sulfat trong mẫu. Lượng ion phosphat và ion sulfat xác định được được quy đổi thành lượng đinatri hydro phosphat và kali sulfat để thu được hàm lượng phosphat và hàm lượng sulfat trong mẫu.

Hàm lượng monoethyl sulfosuxinat

Diethyl sulfosuxinat 70%, NEOCOL P (được sản xuất bởi DKS Co. Ltd.), được hòa tan trong ADEKA CARPOL MH-4 (được sản xuất bởi ADEKA Corporation), và dung dịch thu được được để yên ở 50°C qua đêm. Kết tủa tạo thành được thu gom bằng cách lọc để thu được muối monoethyl sulfosuxinat để sử dụng làm chất thử chuẩn.

Mẫu (phần chất không bay hơi của dung dịch hoàn tất) được hòa tan trong nước cực tinh khiết tới nồng độ nằm trong khoảng từ 5 đến 20%. Dung dịch nước này được phân tích bằng sắc ký ion để xác định lượng monoethyl sulfosuxinat trong mẫu.

Ví dụ 1 đến 10 và Ví dụ so sánh 1 đến 4

Các hợp phần liệt kê trong các Bảng từ 1 đến 3 được trộn và được khuấy đồng đều để điều chế dung dịch hoàn tất. Xác định mã độ sạch theo ISO 4406:99, hàm lượng lactat (ppm), hàm lượng monoethyl sulfosuxinat (MOSSNa) (ppm), hàm lượng phosphat (ppm), hàm lượng sulfat (ppm), dạng bên ngoài, điểm vẫn đục ở nhiệt độ cao, và điểm vẫn đục ở nhiệt độ thấp của mỗi dung dịch hoàn tất thu được. Khả năng gây tắc vòi phủ dung dịch hoàn tất bởi các dung dịch hoàn tất thu được được đánh giá theo phương pháp sẽ được mô tả dưới đây. Kết quả được thể hiện trong các Bảng từ 1 đến 3.

Các con số thể hiện lượng chất không bay hơi trong dung dịch hoàn tất trong các Bảng từ 1 đến 3 là tỷ lệ của mỗi chất không bay hơi so với khối lượng của các chất không bay hơi trong mỗi dung dịch hoàn tất.

Các chữ số La Mã được hiển thị bên cạnh lượng chất không bay hơi trong các Bảng từ 1 đến 3 thể hiện bước (I), (II) hoặc (III) trong đó chất không bay hơi được trộn.

Các từ “Radiolite[®] (I)” có nghĩa là hỗn hợp được lọc ở bước (I), và “Radiolite[®] (IV)” có nghĩa là hỗn hợp được lọc ở bước (IV).

Các chữ viết tắt trong các Bảng từ 1 đến 3 được dùng để chỉ các hợp phần như sau.

L-1: pentaerythritol tetracaprylat

L-2: glycerin trioleat

L-3: dầu cọ

L-4: dầu dừa

L-5: trimetylolpropan (este tri-dầu hạt cọ-axit béo)

L-6: 1,6-hexanediol dioleat

L-7: 2-octylđodecyl stearat

L-8: oleyl oleat

L-9: octylether caprylat POE (4)

L-10: dioleyl thiodipropionat

N-1: polyglycerin dioleat (với mức độ ngưng tụ glycerin nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và trung bình bằng 2)

N-2: triđexylete POE (10)/POP (5) (copolyme ngẫu nhiên)

N-3: stearylete POE (12)/POP (14) (copolyme ngẫu nhiên)

N-4: ete khối POE (7)/POP (15)/POE (7)

N-5: dioleat PEG600

N-6: trimetylolpropan trilaurat POE (15)

N-7: sorbitan trioleat POE (20)

H-1: dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20)

H-2: dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20) trioleat

H-3: dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20) tristearat

H-4: este của ete dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20) (2 mol) và axit maleic (1 mol) có nhóm hydroxyl đầu cuối bị chặn bởi axit stearic

H-5: este của ete dầu thầu dầu được hydro hóa POE (25) (2 mol) và axit maleic (1 mol) có nhóm hydroxyl đầu cuối bị chặn bởi axit stearic

AS-1: natri di-2-ethylhexyl sulfosuxinat

AS-2: natri alkan sulfonat

AP-1: muối isoxetyl phosphat laurylaminoete POE (10)

AP-2: muối isoxetyl phosphat stearylamoete POE (10)

AP-3: muối triđexyl phosphat laurylaminoete POE (3)

AP-4: muối oleylete phosphat POE (8)-laurylaminoete POE (2)

RA-1: laurylaminoete POE (10)

RA-2: oleylaminoete POE (15)

RA-3: alkylamoete mỡ bò POE (10)

RA-4: alkylamoete mỡ bò POE (10) oleat muối

E-1: axit 1,3,5-tris(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-đimetylbenzyl) isoxyanuric

E-2: bis[axit 3-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl)propionic][etylen bis (oxyetylen)]

E-3: 3,9-bis[2-[3-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl) propynyl-oxy]-1,1-đimetylenyl]-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5,5]undecan

D-1: undecan mạch thẳng

D-2: dodecan mạch thẳng

D-3: tridecan mạch thẳng

D-4: tetradecan mạch thẳng

D-5: glycol etylen

D-6: rượu oleyl

D-7: glyxerin

D-10: nước

Chữ “n” trong từ “POE(n)” có nghĩa là số mol oxit etylen được bổ sung.

Ví dụ 1

Bước (I)

Một phần khối lượng đinatri-2-ethylhexyl suxinat, 1 phần khối lượng oleylete phosphat POE (8)-muối lauryl aminoete POE (2), 1 phần khối lượng oleyl aminoete POE (15), 9 phần khối lượng undecan mạch thẳng, và 1 phần khối lượng rượu oleyl được trộn và được khuấy ở 50°C trong 6 giờ và hỗn hợp thu được được để yên trong 12 giờ cho tạo thành chất nổi trên bề mặt. Sau đó chất nổi trên bề mặt này được lọc qua tấm giấy lọc (320 g/m², dày 0,74 mm, thời gian lọc 80 giây (JIS P 3801), độ bền đứt 378 (JIS P 8112), và cỡ hạt giữ lại 3-µm (JIS Z 8901, giữ lại 90% hoặc nhiều hơn các hạt phân tán trong nước thử nghiệm), với đất tảo silic chiều dày 1cm đặt trên giấy lọc làm chất phụ trợ lọc) để thu được hỗn hợp lỏng (i-1).

Bước (II)

50 phần khối lượng glyxerin trioleat và 5 phần khối lượng dioleyl thiodipropionat với vai trò chất bôi trơn (L) và 1 phần khối lượng axit 1,3,5-tris (4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)isoxyanuric với vai trò chất chống oxy hóa (E) được trộn và được khuấy ở 110°C trong 1 giờ. Sau khi chất chống oxy hóa (E) đã được hòa tan, hỗn hợp thu được được làm nguội tới 40°C để thu được dung dịch (ii-1).

Bước (III)

Hỗn hợp lỏng (i-1), dung dịch (ii-1), 7 phần khối lượng polyglycerin dioleat (với mức độ ngưng tụ glycerin nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và trung bình bằng 2), 9 phần khối lượng stearylete POE (12)/POP (14) (copolyme ngẫu nhiên) và 9 phần khối lượng sorbitan trioleat POE (20) với vai trò chất bôi trơn (N); 6 phần khối lượng dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20), 4 phần khối lượng trioleat dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20), 3 phần khối lượng tristearat dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20), 2 phần khối lượng este của ete dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20) (2 mol) và axit maleic (1 mol) có nhóm hydroxyl đầu cuối bị chặn bởi axit stearic, và 1 phần khối lượng este của ete dầu thầu dầu được hydro hóa POE (20) (3 mol) và axit maleic (1 mol) có nhóm hydroxyl đầu cuối bị chặn bởi axit stearic với vai trò chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H); và 6 phần khối lượng dodecan mạch thẳng, 8 phần khối lượng tridecan mạch thẳng, 2 phần khối lượng tetradecan mạch thẳng, 1 phần khối lượng glycol etylen và 2 phần khối lượng nước với vai trò chất pha loãng có độ nhớt thấp (D) được trộn để thu được dung dịch (iii-1).

Dạng bên ngoài

10 mililit mẫu được đưa vào ống kết tủa ly tâm và được ly tâm ở 3000 vòng/phút trong 60 phút ở 25°C. Sau đó, phần đáy của ống kết tủa ly tâm được kiểm tra xem có kết tủa nào được tạo thành hay không.

Điểm vẫn đục ở nhiệt độ cao

50g mẫu (phần chứa chất dễ bay hơi) được cho vào cốc 100 mL và làm nóng dần trong lò điện. Nhiệt độ mà tại đó toàn bộ mẫu chuyển sang màu đục được xác định là điểm vẫn đục ở nhiệt độ cao.

Điểm vẫn đục ở nhiệt độ thấp

50g mẫu (phần chứa chất dễ bay hơi) được cho vào cốc 100 mL và được làm mát trong tủ áp bằng cách giảm dần nhiệt độ. Nhiệt độ mà tại đó toàn bộ mẫu chuyển sang màu đục được xác định là điểm vẫn đục ở nhiệt độ thấp.

Bảng 1

		Ví dụ									
		1		2		3		4		5	
Chất không bay hơi (% khối lượng)	L-1							23	II		
	L-2	50	II							7	II
	L-3					30	II				
	L-4							8	II		
	L-5					27	II	24	II	47	II
	L-6										
	L-7			30	II						
	L-8			24	II						
	L-9			4	III						
	L-10	5	II			2	II	2	II	7	II
	N-1	7	III	13	III			17	III		
	N-2										

N-3	9	III	18	III					5	III
N-4			2	III						
N-5					15	III				
N-6										
N-7	9	III							15	III
H-1	6	III			5	III	14	III		
H-2	4	III			10	III				
H-3										
H-4			5	III	5	III	5	III	15	III
H-5	6	III								
AS-1	1	I					2	III		
AS-2			1	III	2	III	2	III	1	III
AP-1					2	III				
AP-2			1	III					1	III
AP-3							2	III		
AP-4	1	I								
RA-1					1	III				
RA-2	1	I							1	III
RA-3										
RA-4										
E-1	1	II			1	II	1	II	1	II
E-2										
E-3			2	II						
D-1	9	I	6	III					20	III

	D-2	6	III	2	III	6	III	10	III	7	III
	D-3	8	III	3	III	9	III	15	III	10	III
	D-4	2	III	1	III	3	III	5	III	3	III
	D-5	1	III	1	III	2	III				
	D-6	1	I	1	III						
	D-7							2	III	1	III
	D-10	2	III	1	III	1	III	1	III	2	III
	Tổng lượng chất không bay hơi	100		100		100		100		100	
	Tổng lượng dung dịch hoàn tất	129		115		121		133		143	
	Radiolite® (I)	500									
	Radiolite® (IV)			500		500		500		500	
Số lượng hạt trong 100mL	Mã độ sạch ISO (4406:99)	15/14/11		14/12/10		13/11/8		16/15/13		13/11/9	
	$\geq 4\mu\text{m}$	27689		9023		4627		32568		4856	
	$\geq 6\mu\text{m}$	10578		3814		1427		16137		1431	
	$\geq 14\mu\text{m}$	1987		546		249		4123		267	
Các hạt tạp chất	Lactat, ppm	97		24				131			
	MOSSN, ppm	118						267			
	Sulfat, ppm	21		14		17		27		16	
	Phosphat, ppm	137		75		25		211		36	
	Tổng	373		113		42		636		52	

Đánh giá	Mức độ gây tắc vòi phun	B	A	A	B	A
	Dạng bên ngoài (phân tách ly tâm)	B	B	B	B	B
	Điểm vận đực ở nhiệt độ cao (°C)	75	65	61	75	75
	Điểm vận đực ở nhiệt độ thấp (°C)	3	8	9	9	5

Bảng 2

		Ví dụ									
		6		7		8		9		10	
Chất không bay hơi (% khối lượng)	L-1	26	II								
	L-2			48	II	52	II			39	II
	L-3							30		20	II
	L-4										
	L-5	26	II					17	II		
	L-6										
	L-7										
	L-8										
	L-9										
	L-10	2	II	2	II	7	II	6	II	10	III
	N-1	17	I	7	I	4	I	4	III		
	N-2	5	I								

	D-1			30	III	30	III			10	III
	D-2	17	III	15	I	15	I	10	III	10	III
	D-3	25	III	5	III	5	III	10	III	10	III
	D-4	8	I								
	D-5			1	III	1	III	2	III	2	III
	D-6										
	D-7	1	I								
	D-10			1	III			1	III	1	III
	Tổng lượng chất không bay hơi	100		100		100		100		100	
	Tổng lượng dung dịch hoàn tất	151		152		151		123		133	
	Radiolite® (I)	500		500		500					
	Radiolite® (IV)	15/13/11		15/13/11		14/13/11		13/12/10		11/9/7	
Số lượng hạt trong 100mL	Mã độ sạch ISO (4406:99)	22578		16571		15678		8249		1278	
	$\geq 4\mu\text{m}$	7768		6734		5968		3215		365	
	$\geq 6\mu\text{m}$	1634		1357		1247		697		75	
	$\geq 14\mu\text{m}$	128		25		27		71			
Các hạt tạp chất	Lactat, ppm	103		147		137					
	MOSSN, ppm	27		24		31		24		5	
	Sulfat, ppm	24		34		27		29		7	
	Phosphat, ppm	282		230		222		124		12	
	Tổng	15/13/11		15/13/11		14/13/11		13/12/10		11/9/7	

Đánh giá	Mức độ gây tắc vòi phun	B	B	B	A	A
	Dạng bên ngoài (phân tách ly tâm)	B	B	B	B	B
	Điểm vận đục ở nhiệt độ cao (°C)	69	71	72	71	69
	Điểm vận đục ở nhiệt độ thấp (°C)	7	5	5	5	5

Bảng 3

		Ví dụ so sánh							
		1		2		3		4	
Chất không bay hơi (% khối lượng)	L-1							50	II
	L-2							5	II
	L-3							5	II
	L-4			15	II				
	L-5			40	II				
	L-6	30	II						
	L-7					40	II		
	L-8					15	II		
	L-9							5	III
	L-10	20	II	4	II				
	N-1	15	III			10	III		

	N-2								
	N-3								
	N-4								
	N-5								
	N-6			10	III	10	III	10	III
	N-7	5	III	10	III				
	H-1	15	III	15	III	10	III	5	III
	H-2					10	III		
	H-3							10	III
	H-4	5	III					5	III
	H-5								
	AS-1	4	III	1	III				
	AS-2							1	III
	AP-1								
	AP-2							1	III
	AP-3	2	III						
	AP-4			2	III	2	III		
	RA-1					2	III		
	RA-2	3	III						
	RA-3			2	III			1	III
	RA-4							1	III
	E-1	1	II	1	II				
	E-2					1	II		

	E-3							1	III
	D-1	10						10	III
	D-2	10	III	15	III	10	III	10	III
	D-3	10	III	20	III	20	III		
	D-4					10	III		
	D-5								
	D-6			1	III	1	III	1	III
	D-7	1	III			1	III		
	D-10	1	III	1	III	1	III	1	III
	Tổng lượng chất không bay hơi	100			100				
	Tổng lượng dung dịch hoàn tất	132			137				
	Radiolite® (I)								
	Radiolite® (IV)								
Số hạt trong 100mL	Mã độ sạch ISO (4406:99)	20/19/16		19/18/15		18/17/14		18/16/14	
	$\geq 4\mu\text{m}$	699381		317442		165593		134612	
	$\geq 6\mu\text{m}$	275729		133949		69909		54323	
	$\geq 14\mu\text{m}$	51161		25827		12017		9510	
Các hạt tạp chất	Lactat, ppm	743		759		1203		867	
	MOSSN, ppm	8236		3467		0		0	
	Sulfat, ppm	357		445		465		384	
	Phosphat + Sulfat, ppm	455		530		537		406	
	Tổng	9791		5201		2205		1657	

Đánh giá	Mức độ gây tắc vòi phun	D	D	C	C
	Dạng bên ngoài (phân tách ly tâm)	D	D	C	C
	Điểm vận đục ở nhiệt độ cao (°C)	60	59	61	62
	Điểm vận đục ở nhiệt độ thấp (°C)	4	5	4	5

Như được thể hiện trong Bảng 1, dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế chủ yếu chứa chất bôi trơn (L), chất hoạt động bề mặt không ion (N) và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D) và tùy ý chứa ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat hữu cơ (AP), chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA) và chất chống oxy hóa (E). Mã độ sạch theo ISO 4406:99 của dung dịch hoàn tất không lớn hơn 17/16/15 hoặc số lượng hạt tạp chất có cỡ hạt nhỏ nhất 4 μm bằng 130.000 hoặc ít hơn trong 100mL dung dịch hoàn tất. Nhờ có các đặc tính như vậy, nên các dung dịch hoàn tất này đã giải quyết được vấn đề của sáng chế.

Như được thể hiện trong Bảng 3, các dung dịch hoàn tất trong các Ví dụ so sánh từ 1 đến 4 có mã độ sạch theo ISO 4406:99 cao hơn 17/16/15, và các dung dịch hoàn tất này không thể giải quyết vấn đề của sáng chế

Khả năng áp dụng công nghiệp

Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo sáng chế cho phép sản xuất các xơ tổng hợp một cách ổn định mà không gây tắc đường dẫn dung dịch hoàn tất sau khi cất giữ lâu dài dung dịch hoàn tất trước khi sử dụng. Do đó, dung dịch hoàn tất này được ưu tiên để sản xuất các bó xơ tổng hợp để chế biến thành hàng dệt công nghiệp, như vải bạt, sợi lốp, dây an toàn, túi khí, lưới cá, dây thùng, và các loại vải dệt thoi và vải dệt kim cho hàng dệt may.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp, chủ yếu chứa chất hoạt động bề mặt không ion (N), chất bôi trơn (L) khác với chất hoạt động bề mặt không ion (N), và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D), và tùy ý còn chứa ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat hữu cơ (AP), chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA) và chất chống oxy hóa (E), trong đó:
 - . chất hoạt động bề mặt không ion (N) là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm ete rượu đa chức polyoxyalkylen, este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen, ete rượu béo polyoxyalkylen, este axit béo của polyalkylen glycol, và este axit béo rượu đa chức chứa ít nhất một nhóm hydroxyl trong phân tử; và
 - . mã độ sạch theo ISO 4406:99 của dung dịch hoàn tất không lớn hơn 17/16/14 hoặc số lượng hạt tạp chất có cỡ hạt nhỏ nhất 4 μm bằng 130.000 hoặc ít hơn trong 100mL dung dịch hoàn tất.
2. Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo điểm 1, trong đó dung dịch hoàn tất này chủ yếu chứa chất chống oxy hóa (E), và chất chống oxy hóa (E) này chứa chất chống oxy hóa phenol cản trở có một hoặc ít hơn nhóm butyl bậc ba và ít nhất một nhóm cacbonyl trên nhóm phenol.
3. Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó các hạt tạp chất bao gồm ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm lactat, muối lactat, monoethyl sulfosuxinat, muối monoethyl sulfosuxinat, sulfat vô cơ, muối sulfat vô cơ, phosphat vô cơ, và muối phosphat vô cơ, và tổng lượng các hạt tạp chất này bằng 1500ppm hoặc ít hơn.
4. Dung dịch hoàn tất xơ tổng hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó dung dịch hoàn tất này có điểm vẫn đục ở nhiệt độ cao bằng 50°C hoặc cao hơn và điểm vẫn đục ở nhiệt độ thấp bằng 10°C hoặc thấp hơn.

5. Dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó dung dịch hoàn tất này chủ yếu chứa chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), và chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H) này chứa sản phẩm ngưng tụ của sản phẩm cộng etylen oxit của dầu thầu dầu được hydro hóa và axit dicarboxylic.
6. Quy trình điều chế dung dịch hoàn tất sơ tổng hợp, chủ yếu bao gồm bước (II) và bước (III) và tùy ý còn bao gồm bước (I) và/hoặc bước (IV) dưới đây, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion (N) là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm chỉ bao gồm ete rượu đa chức polyoxyalkylen, este axit béo rượu đa chức polyoxyalkylen, ete rượu béo polyoxyalkylen, este axit béo của polyalkylen glycol, và este axit béo rượu đa chức chứa ít nhất một nhóm hydroxyl trong phân tử:
- . bước (I): điều chế hỗn hợp lỏng (i) bằng cách: trộn ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion (N), chất gia cường màng dung dịch hoàn tất (H), muối sulfonat hữu cơ (AS), muối phosphat hữu cơ (AP) và sản phẩm cộng etylen oxit của amin hữu cơ (RA), và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D); khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C trong ít nhất 1 giờ; để yên hỗn hợp thu được trong ít nhất 10 giờ để thu được chất nổi trên bề mặt; và lọc chất nổi trên bề mặt này dưới các điều kiện lọc dưới đây;
 - . bước (II): điều chế dung dịch (ii) bằng cách: trộn ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm chất bôi trơn (L) (khác với chất hoạt động bề mặt không ion (N)) và chất hoạt động bề mặt không ion (N), và chất chống oxy hóa (E); khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 150°C để hòa tan chất chống oxy hóa (E); và làm nguội dung dịch thu được tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 100°C;
 - . bước (III): điều chế dung dịch (iii) bằng cách trộn hỗn hợp lỏng (i) và/hoặc dung dịch (ii) và ít nhất một hợp phần được chọn từ nhóm chỉ bao

gồm chất bôi trơn (L) (khác với chất hoạt động bề mặt không ion (N)), chất hoạt động bề mặt không ion (N) và chất pha loãng có độ nhớt thấp (D);

- . bước (IV): điều chế dung dịch hoàn tất cuối (iv) bằng cách: khuấy dung dịch (iii) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C trong ít nhất 1 giờ; để yên dung dịch này trong ít nhất 10 giờ; và lọc dung dịch thu được dưới các điều kiện lọc dưới đây:

điều kiện lọc:

giấy lọc: khối lượng từ 300 đến 400-g/m², chiều dày từ 0,5 đến 1 mm, độ thấm khí từ 100 đến 150-sec/100mL/in², độ chính xác lọc từ 1 đến 5µm,

chất phụ trợ lọc: đất tảo silic,

độ dày của đất tảo silic trên giấy lọc: từ 5 đến 20 cm.