



(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)



1-0025710

(51)⁷ C11D 1/62; C11D 3/37; C11D 3/00

(13) B

(21) 1-2017-02250

(22) 25/11/2015

(86) PCT/EP2015/077633 25/11/2015

(87) WO2016/096347 A1 23/06/2016

(30) 14197882.5 15/12/2014 EP

(45) 26/10/2020 391

(43) 25/09/2017 354A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, The Netherlands

(72) BOARDMAN Christopher (GB); CLOWES Elizabeth Ann (GB); GRAHAM Peter (GB); GRAINGER David Stephen (GB); HUNTER Robert Allan (GB); PERRY Janette (GB).

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

(54) CHẾ PHẨM DƯỠNG VẢI DẠNG LÔNG CÓ THỂ RÓT ĐƯỢC VÀ PHƯƠNG PHÁP PHÂN PHỐI CHẤT LÔNG ĐỂ DƯỠNG VẢI

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm dưỡng vải dạng lông có thể rót được chứa:

a) hoạt chất làm mềm vải dạng cation;

b) các hạt gia tăng độ nhớt, có kích thước hạt trung bình từ 25 đến 5000 micron, các hạt này chứa ít hơn 50% trọng lượng, theo trọng lượng hạt, polyme trương nở trong nước liên kết ngang và ít nhất 50% trọng lượng, theo trọng lượng hạt, của nước hấp thụ lượng polyme có ít nhất 0,1% trọng lượng của chế phẩm dưỡng vải; và

c) nước bổ sung,

chế phẩm này có độ nhớt trong khoảng từ 60 đến 3500 mPas ở 106 s⁻¹ ở 25°C.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng có thể rót được chứa polyme biến đổi độ nhớt và phương pháp phân phối chất lỏng dưỡng vải.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Sở thích của người tiêu dùng là chất dưỡng vải có độ nhớt ít nhất là 30 mPas ở 25°C và 106 s⁻¹. Nồng độ của hoạt chất dưỡng (dạng cation) càng cao và liều lượng cần thiết càng thấp, thì độ nhớt trong chế phẩm càng cao và càng dễ trở thành vấn đề đối với việc phân tán hiệu quả.

Mặt khác độ nhớt của chế phẩm dạng lỏng nếu quá loãng đối với sở thích của người tiêu dùng thì có thể được tăng lên bằng cách bổ sung polyme đặc. Chất phụ gia này có chứa các gel polyme có đường kính <10 micron khi trương nở trong nước. Những hạt này cho thấy tương tác keo mạnh và tăng độ nhớt khiến cho khả năng phân tán bị giảm đi. Khả năng phân tán kém dẫn đến các vấn đề lớn nếu sản phẩm được cấp phối từ ngăn kéo máy giặt và cũng được coi là không đạt yêu cầu khi giặt tay. Sự phân tán kém dẫn đến khả năng dưỡng vải kém.

Chất lỏng dưỡng vải có cấu trúc bao gồm nhiều pha trong đó hoạt chất làm mềm dạng cation (điển hình là hợp chất amoni bậc bốn) được phân tán trong nước. Nước và hệ phân tán của hoạt chất làm mềm không trộn lẫn được thường tồn tại như vi cấu trúc có kết cấu hai lớp, ví dụ như các túi nhiều lớp. Chất lỏng thu được thể hiện đặc tính dòng chảy phức (không phải dòng chảy Newton) và các khoảng từ ngắn đến trung bình diễn ra trong chất lỏng.

GB1428062 bộc lộ các chế phẩm làm mềm vải chứa hợp chất làm mềm dạng cation và nguyên liệu hạt không tan trong nước có kích thước hạt trung bình từ 1 đến 50 micron. Việc bổ sung nguyên liệu dạng hạt không hòa tan này được cho là tăng cường đặc tính của vải đã làm mềm. Các hạt thủy tinh và quả cầu nhỏ, tinh bột và các nguyên liệu có độ trương nở thấp khác được lấy làm ví dụ minh họa. Patent này còn gợi ý rằng không nên sử dụng các nguyên liệu dạng hạt có độ trương nở (> 15) vì sự trương nở này làm giảm các lợi ích. Sự lắng đọng của khối lượng lớn các hạt rắn này lên quần áo là không mong muốn.

WO2010/079100 bộc lộ các chế phẩm dưỡng vải chứa chất làm đặc polyme dạng cation thể hiện phân lượng thấp các polyme hòa tan trong nước và mức độ liên kết ngang tương đối cao, điều này cải thiện trọng lượng hiệu quả và giảm sự lắng đọng lại vết bẩn. Các polyme này chứa các hạt rất nhỏ để cải thiện sự phân tán mong muốn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng có thể rót được chứa:

a) hoạt chất làm mềm vải dạng cation;

b) các hạt gia tăng độ nhớt, có kích thước hạt trung bình từ 25 đến 5000 micron, các hạt này chiếm ít hơn 50% trọng lượng, theo trọng lượng hạt, của polyme có thể trương nở trong nước được liên kết ngang, và ít nhất 50% trọng lượng, theo trọng lượng hạt, của nước hấp thụ lượng polyme có ít nhất 0,1% trọng lượng chế phẩm dưỡng vải; và

c) nước bổ sung,

chế phẩm này có độ nhớt trong khoảng từ 60 đến 3500 mPas ở 106 s^{-1} ở 25°C .

Sáng chế còn đề xuất phương pháp phân phối chất lỏng để dưỡng vải bao gồm bước phân tán chế phẩm theo sáng chế trong nước.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn thông qua các ví dụ không làm giới hạn phạm vi của sáng chế sau đây và có liên quan đến hình vẽ được mô tả ngắn gọn như sau:

Hình 1 là đồ thị thể hiện sự phân bố kích thước hạt cho Ví dụ 1;

Hình 2 là đồ thị thể hiện sự phân bố kích thước hạt cho Ví dụ A;

Hình 3 là đồ thị thể hiện sự phân bố kích thước hạt cho Ví dụ 2;

Hình 4 là đồ thị thể hiện sự phân bố kích thước hạt cho Ví dụ B;

Hình 5 là đồ thị thể hiện sự so sánh Polyme 1 và so sánh polyme đặc Flosoft 270LS khi không có cation; và

Hình 6 là đồ thị thể hiện sự phân bố kích thước hạt cho ví dụ C.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm

Chế phẩm theo sáng chế là chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng có thể rót, phân tán được. Có thể phân tán được có nghĩa là các hạt phân tách trong chất lỏng để tạo thành

sự phân tán khi bổ sung nước. Sự phân tán tốt được đặc trưng bằng sự phân tách tốt, đồng đều của các hạt trong chất lỏng, và bởi tốc độ tách.

Phương pháp thích hợp để đánh giá sự phân tán được mô tả dưới đây. Phương pháp này cho thấy chỉ số phân tán (DI) trên thang điểm từ 1 đến 5.

17 ml chế phẩm được thử nghiệm được đổ từ bình chứa vào 1000 ml nước lạnh trong cốc dung tích 2000 ml. Sau 30 giây, hỗn hợp tạo thành được đánh giá trực quan và xếp hạng theo thang điểm từ 1 đến 5, sử dụng nửa điểm nếu thích hợp. Thang điểm được xác định như sau:

Hạng 1: Chế phẩm được phân tán đồng đều không có các cục hoặc các mẫu.

Hạng 2: Sản phẩm phân tán cho sự phân tán thậm chí chỉ với một vài cục hoặc mẫu.

Hạng 3: Sản phẩm phân tán cho chủ yếu là các cục hoặc mẫu, nhưng phân tán thì tốt và cho dung dịch hơi đục/có màu.

Hạng 4: Sản phẩm vỡ ra thành một số cục có kích thước trung bình và/hoặc các cục lớn với sự phân tán không tốt; nước vẫn trong và không màu.

Hạng 5: Sản phẩm không bị vỡ khi cho vào nước. Nó thường tạo thành một hoặc hai cục lớn trong nước sạch.

Nếu muốn, hỗn hợp có thể được khuấy bằng cách thực hiện 5 vòng quay với tốc độ 1 vòng/giây bằng que trộn dẹt trước khi được đánh giá lại bằng thang điểm đánh giá tương tự.

Chất dưỡng vải của sáng chế được phân tán trong nước trước hoặc trong quá trình sử dụng.

Các chế phẩm có độ nhớt tốt hơn là trong khoảng từ 80 đến 1000 mPas, tốt hơn nữa là từ 120 đến 500, thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 180 đến 350 mPas ở 25°C và 106s⁻¹. Bất kỳ máy đo độ nhớt thích hợp nào cũng có thể được sử dụng, ví dụ, Haake VT550, hoặc Thermo Fisher RS600.

Chế phẩm này tốt hơn là không có polyme đặc thông thường, có nghĩa là 0 đến 1% trọng lượng polyme đặc thông thường có thể được sử dụng trong chế phẩm, tốt hơn là từ 0 đến 0,05% trọng lượng, tốt hơn là từ 0 đến 0,01% trọng lượng, tốt nhất là bằng 0% trọng lượng. Thuật ngữ polyme đặc thông thường, trong bối cảnh của sáng chế này, có nghĩa là các phân tử polyme kéo dài đạt được trên các thang chiều dài trong pha dung dịch (ví dụ các vật liệu xenluloza biến đổi như hydroxyl-etyl xenluloza

(HEC), natri carboxy-metyl xenluloza (SCMC), hoặc gum Xanthan), các chất kết dính kết hợp mà liên kết giữa vi hạt chất hoạt động bề mặt hoặc các miền tinh thể lỏng (ví dụ các polyacrylat biến đổi kỵ nước (keo nở kiềm kỵ nước - HASE)), và các hạt nhỏ microgel có đủ pha thể tích để tăng độ nhớt của pha dung dịch được mô tả bởi sự cân bằng Krieger-Dougherty (ví dụ polyacrylat (carbome)). Các hạt microgel của chất đặc thông thường nhỏ hơn nhiều (<10 micron) trong chế phẩm so với các hạt được sử dụng trong sáng chế và thể hiện sự tương tác keo mạnh làm tăng khả năng của chúng để tạo ra sự phân tán nhớt nhưng có bất lợi là sự phân tán trở nên tồi tệ hơn như tăng độ nhớt.

Các chế phẩm của sáng chế hiện nay không chỉ mang lại lợi ích cải thiện độ đậm đặc và sự phân tán khi pha loãng với nước, mà còn có lợi ích cho môi trường và bền vững phát sinh từ các hạt tăng độ nhớt lớn. Trong chế phẩm, phần lớn khối lượng của các hạt này là nước, điều đó cho phép chế phẩm này mang lại những lợi ích mà người tiêu dùng mong muốn mà không sử dụng các hóa chất không cần thiết. Hơn nữa, trong trường hợp mà bất kỳ các hạt lắng đọng lên vải đang được dưỡng, chúng sẽ có khối lượng và tác động rất thấp khi sấy khô.

Các hạt tăng độ nhớt

Các hạt này được thêm vào chất lỏng cơ sở có độ nhớt vốn có thấp và có khả năng phân tán tốt để có thể tăng độ nhớt miễn là nó không bị pha loãng. Các hạt này được hình thành từ polyme liên kết ngang có thể trương nở trong nước và có thể trương lên đến mức độ nào đó bằng cách hấp thụ một phần nước trong chế phẩm. Các hạt trương nở lên này sẽ lấp đầy khoảng trống.

Những hạt tăng độ nhớt này có kích thước khô trung bình từ 10 đến 400 micron. Tuy nhiên, với sự có mặt của nước, polyme trương nở, khi đó các hạt có kích thước trung bình từ 25 đến 5000 micron, tốt hơn là từ 25 đến 1000 micron, và tốt hơn nữa là từ 50 đến 500 micron, thậm chí từ 60 đến 300 micron hoặc từ 100 đến 225 và đặc biệt là từ 140 đến 200 micron. Trừ khi được mô tả theo cách khác, tất cả các kích thước đo sẽ được nêu như kích thước khi có mặt nước, tức là khi trương nở lên. Nhìn chung, các polyme ưu tiên hấp thụ khoảng 50 lần trọng lượng nước của chúng để tạo thành các hạt tăng độ nhớt. Thấp hơn sẽ là trường hợp nếu cation vắng mặt và sự trương nở diễn ra trong nước tinh khiết. Sau đó, polyme tương tự có thể hấp thụ đến 450 lần trọng lượng của nó. Tốt hơn là lượng các hạt trong chế phẩm sẽ hấp thụ ít hơn 50% lượng nước hiện có trong chế phẩm.

Tất cả các kích cỡ hạt được tính như là các giá trị trung bình của khối lượng. Các hạt khô có nghĩa là độ ẩm dư trong các hạt nhỏ hơn 10% trọng lượng, (được xác định bởi sự giảm trọng lượng sau 2 giờ trong lò sấy ở 105°C).

Polyme trong hạt không hoà tan trong nước. Trong bối cảnh của sáng chế, không tan trong nước được định nghĩa là các nguyên liệu có độ hoà tan ít hơn 1×10^{-3} % trọng lượng trong nước khử khoáng ở 20°C, tốt hơn là ít hơn 1×10^{-4} trọng lượng, tốt hơn nữa là ít hơn từ 1×10^{-8} đến 1×10^{-6} % trọng lượng.

Nguyên liệu polyme nên được chọn sao cho hạt không phản ứng với các nguyên liệu khác trong chế phẩm; nói cách khác, nó là trơ trong bối cảnh của chế phẩm.

Trong khi polyme trong các hạt được tạo thành là không hòa tan, nguyên liệu polyme thô có thể chứa một số thành phần hòa tan, chủ yếu phát sinh từ sự liên kết ngang không hoàn toàn. Lượng các thành phần hòa tan tốt hơn là ít hơn 15% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít hơn 10% trọng lượng, và tốt hơn nữa là ít hơn 7,5% trọng lượng của polyme.

Các hạt polyme có thể trương nở được ưu tiên sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế có mặt trong polyme trương nở liên kết ngang có chứa ít nhất một monome dạng cation và tùy chọn không ion và hoặc các monome dạng anion; trong đó polyme này có hàm lượng polyme chiết xuất được (hòa tan), được xác định ở đây, thấp hơn 15%, và nồng độ chất tạo liên kết ngang từ 500 ppm đến 10.000 ppm liên quan đến polyme, cho biết polyme thu được bằng cách trùng hợp trên gel. Trong phương án được ưu tiên, hàm lượng chiết xuất của polyme tốt hơn là dưới 10 phần trăm, và tốt hơn nữa là dưới 7,5 phần trăm dựa trên tổng trọng lượng của polyme trước khi hydrat hóa.

Tốt hơn là polyme trương nở liên kết ngang tạo thành gel polyme ở trạng thái ướt, tức là khi kết hợp với dung môi thích hợp như nước.

Các polyme có thể là polyme đồng nhất hoặc polyme đồng trùng hợp.

Tốt hơn là sử dụng quá trình trùng hợp trên gel để sản xuất polyme mà được sử dụng để tạo ra các hạt. Quá trình trùng hợp này tạo ra các hạt khô có kích thước lớn theo yêu cầu. Khối polyme được tạo ra bằng cách trùng hợp trên gel có thể được chia thành các mảnh nhỏ hơn và, nếu cần thiết, được phân loại để thu được các hạt polyme ba chiều trong phạm vi kích thước yêu cầu, ví dụ bằng sàng lọc. Người thực hiện có

trình độ có thể sẽ tiếp cận với các phương pháp trùng hợp khác tạo ra các hạt polyme trong phạm vi kích thước yêu cầu để có được các hạt tăng độ nhớt lớn khi kết hợp với nước.

Các polyme liên kết ngang để có mạng lưới ba chiều trong đó nước có thể được hấp thụ. Khi nước thâm nhập vào mạng, thể tích của hạt sẽ tăng từ 10 đến 100 lần thể tích ban đầu của hạt khi có nguyên liệu cation. Hạt thu được là hạt tăng độ nhớt. Việc bao gồm các hạt này với nước trong chế phẩm gốc sẽ làm tăng độ nhớt của chế phẩm.

Hiệu suất tổng thể của các chế phẩm làm mềm vải chứa các hạt được cải thiện so với cùng chế phẩm gốc bao gồm chất làm đặc polyme dạng cation kích thước nhỏ hơn thông thường. Đặc biệt, các chất này được xác định là có độ ổn định cao hơn theo thời gian và lưu biến học mong muốn hơn.

Các polyme dạng cation tương nỡ liên kết ngang thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế có thể được điều chế bằng phương pháp trùng hợp bằng gel, bằng cách trùng hợp:

- ít nhất một monome dạng cation,
- và tùy ý các monome không ion và/hoặc monome dạng anion khác,
- với sự có mặt của chất tạo liên kết ngang và tùy ý của chất chuyển mạch.

Tốt hơn là, tổng điện tích của polyme là dương, mặc dù polyme không ion cũng có thể thích hợp. Polyme dạng cation cần có ít nhất một monome dạng cation. Nói cách khác, khi polyme chứa các monome dạng anion và/hoặc không ion, lượng điện tích dương là lớn hơn lượng điện tích âm.

Phản ứng trùng hợp bằng gel là kỹ thuật trùng hợp thông dụng bao gồm việc polyme hóa các monome hòa tan trong nước trong môi trường nước để có được gel sau đó được cắt hoặc cắt lát và làm khô để có được polyme ở dạng bột. Polyme thu được có thể được thêm vào trong nước hoặc trong một dung môi khác trước khi sử dụng. Nó cũng có thể được sử dụng làm bột.

Các polyme liên kết ngang có thể được điều chế bằng cách sử dụng quá trình trùng hợp trên gel bao gồm các bước sau:

- thêm vào môi trường chứa nước, thông thường là nước, ít nhất một monome dạng cation, và tùy chọn các monome không ion và/hoặc monome dạng anion khác, với sự có mặt của chất tạo liên kết ngang và chất chuyển mạch;
- bắt đầu sự trùng hợp;

- thu được gel;
- chuyển gel thành các hạt rắn, thường là bột.

Gel thu được được chuyển thành bột theo cách thông thường, ví dụ bằng cách cắt khối gel thành các miếng và/hoặc bằng cách ép đùn khối gel qua các lỗ thô, tùy chọn cắt gel trước hoặc sau khi đùn, và bằng cách làm khô các miếng gel. Máy nghiền phản lực cũng có thể được sử dụng.

Polyme trương nở liên kết ngang có thể được thêm vào chế phẩm làm mềm dưới dạng bột, hoặc như chất lỏng phân tán. Lượng bổ sung được ưu tiên chiếm từ 0,1% đến 10% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 7%. Lượng này tương ứng với polyme ở dạng bột khô chưa hấp thụ nước.

Sự trùng hợp nói chung là sự trùng hợp hoàn toàn thường được gây ra bởi cặp oxy hóa khử, ví dụ natri persulfat và natri metabisulfite.

Nồng độ chất tạo liên kết ngang có trong khoảng từ 500 ppm đến 10000 ppm về trọng lượng so với tổng số monome.

Danh sách không giới hạn về các chất tạo liên kết ngang bao gồm: metylen bisacrylamit (MBA), etylen glycol diacrylat, dimethacrylat polyetylen glycol dimethacrylat, diacrylamit, triallylamin, glyoxal, các hợp chất của glycidyl ete như etylenglycol diglycidyl ete, alylpentaerytritol trimetylolpropan dialylete, hoặc các chất thông thường khác cho phép tạo liên kết ngang.

Các chất tạo liên kết ngang thích hợp là metylen bisacrylamit (MBA), triallylamin và alylpentaerytritol.

Khi chất tạo liên kết ngang được sử dụng là metylen bisacrylamit, nồng độ của nó tốt hơn là nằm trong khoảng từ 500 ppm đến 5000 ppm theo trọng lượng so với các monome.

Khi chất tạo liên kết ngang được sử dụng là triallylamin, nồng độ của nó tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1000 và 10000 ppm theo trọng lượng các monome.

Các monome dạng cation thích hợp để sử dụng cho việc điều chế polyme trương nở liên kết ngang được chọn tốt hơn là từ các nhóm monome và các dẫn xuất bậc bốn hoặc tạo muối sau: dimetylaminopropylmetacrylamit, dimetylaminopropylacrylamit, dialylamin, metyldialylamin, dialkylaminoalkyl-acrylat, dialkylaminoalkyl-metacrylat, dialkylaminoalkyl-acrylamit, và dialkylaminoalkyl-metacrylamit.

Một số monome dạng cation cụ thể được xác định là nhất định có hiệu suất tối ưu khi xét về tính chất phân tán. Do đó, monome dạng cation được ưu tiên được chọn từ nhóm bao gồm dimethylaminoethyl-metacrylat và các dẫn xuất bậc bốn hoặc dẫn xuất được tạo muối của chúng và/hoặc dimethylaminopropylmetacrylamit và các dẫn xuất bậc bốn hoặc dẫn xuất được tạo muối của nó.

Trong phương án được ưa tiên nhất, monome dạng cation là muối dimethylaminoethyl metacrylat metyl clorua hoặc muối dimethylaminoethyl metacrylat bậc bốn.

Polyme liên kết ngang để sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế có thể được điều chế bằng cách trùng hợp:

- hơn 50% mol của monome dạng cation, tốt hơn là trên 70% mol, tốt nhất là trên 80% mol;
- tùy ý, các monome không ion và/hoặc anion khác;
- với sự có mặt của chất tạo liên kết ngang với lượng nằm trong khoảng từ 500 ppm đến 10000 ppm so với tổng trọng lượng monome, tổng số monome là 100%.

Các tỷ lệ phần trăm này dựa trên tổng số monome. Tuy nhiên, lượng chất tạo liên kết ngang và lượng chất chuyển mạch trong ppm tương ứng với trọng lượng của toàn bộ monome là tương đối so với 100 mol% monome nêu trên.

Các chất chuyển mạch, như rượu isopropyllic, natri hypophosphit, mercaptoetanol, có thể được sử dụng trong hỗn hợp trùng hợp để kiểm soát độ dài mạch polyme và mật độ liên kết ngang.

Khi chất chuyển mạch được sử dụng, nồng độ của nó nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 1000 ppm về trọng lượng so với tổng lượng monome.

Các monome không ion được ưu tiên cho sử dụng để điều chế polyme liên kết ngang để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế được chọn từ nhóm bao gồm acrylamit, metacrylamit, N-alkyl acrylamit, N-vinyl pyrrolidon, N-vinyl focmamit, N-vinyl axetamit, vinylaxetat, rượu vinylic, este acrylat và rượu alylic. Tốt hơn là monome không ion là acrylamit.

Các monome dạng anion được ưu tiên sử dụng để điều chế polyme liên kết ngang để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit maleic, axit fumaric, cũng như các monome thực hiện chức năng của axit sulfonic hoặc axit phosphonic, như monome

dạng anion biểu hiện axit 2-acrylamido-2-metyl propan sulfonic (ATBS) là axit, hoặc tạo muối một phần hoặc hoàn toàn. Tốt hơn nữa là, các monome dạng anion là axit acrylic và axit 2-acrylamido-2-metyl propan sulfonic (ATBS) là ở dạng axit, hoặc được tạo thành muối một phần hoặc hoàn toàn.

Tùy ý, polyme liên kết ngang cũng có thể chứa các monome có tính kỵ nước.

Tốt hơn là, polyme dạng cation trương nở có liên kết ngang có thể thu được bằng cách trùng hợp bằng gel của dimetyl aminoethyl metacrylat bậc bốn với metyl clorua (monome dạng cation), acrylamit (monome không ion) và metylen bisacrylamit (chất tạo liên kết ngang).

Hàm lượng polyme có thể chiết xuất bằng nước là tỷ lệ giữa khối lượng của polyme có thể chiết xuất khi polyme được phân tán trong nước và tổng khối lượng của polyme.

Phương pháp xác định hàm lượng polyme có thể chiết xuất bằng nước của polyme liên kết ngang được dựa trên nguyên tắc cơ bản của phép chuẩn độ keo, được biết đến rộng rãi bởi các nhà hóa học và người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Phương pháp này bao gồm việc tách phần tan trong nước (polyme có thể chiết xuất) ra khỏi phần không tan trong nước của polyme để thu được chất lọc chỉ chứa phần tan trong nước, và sau đó đo bằng phép chuẩn độ keo của polyme hòa tan trong nước chứa trong chất lọc. Hàm lượng polyme có thể chiết xuất bằng nước là tỷ lệ giữa khối lượng của polyme trong chất lọc và tổng khối lượng của polyme.

Bước 1: Chiết xuất polyme

Bước này bao gồm việc tách polyme không tan (các hạt trương nở) từ polyme tan trong nước: 0,5 g (m_0 theo đơn vị g) của polyme được thêm vào cốc chứa 800ml nước đã khử. Hỗn hợp được khuấy nhẹ với máy khuấy từ trong 6 giờ. Sau đó, 8 g NaCl được thêm vào để hoàn thành việc chiết xuất. Dung dịch muối được khuấy thêm trong 1 giờ. Hỗn hợp polyme sau đó được lọc trên sàng 100 μm , và 15 phút sau, hỗn hợp lọc sẽ được thu hồi để đo khối lượng của nó (M_0 theo đơn vị g). Lượng polyme "chiết được bằng nước" chứa trong hỗn hợp lọc sau đó được chuẩn độ.

Bước 2: Chuẩn độ polyme

Nguyên lý chuẩn độ là phương pháp chuẩn độ keo đã được biết đến được sử dụng để xác định mật độ điện tích của polyme dạng cation. Phương pháp chuẩn độ keo

được thực hiện như sau: Dung dịch kali polyvinyl sulfat (PVSK) được điều chế bằng cách hoà tan trong nước được khử ion hóa một polyme PVSK có trọng lượng phân tử 243.300 g/mol, để thu được dung dịch có nồng độ 0,0025 N (N/400).

Dung dịch axit clohydric 0,1 N được điều chế trong nước khử ion.

Chuẩn độ được tiến hành trên 30 g dung dịch polyme (lọc) được axit hóa với axit clohydric (pH = 4) và nhuộm với 2 đến 3 giọt chất chỉ thị màu xanh. Dung dịch PVSK được bổ sung từ từ cho đến khi màu chuyển từ xanh sang tím (cân bằng).

Hàm lượng polyme có khả năng chiết xuất bằng nước (tỷ lệ phần trăm của "chất chiết xuất") sau đó được xác định theo (i) thể tích của PVSK đo ở trạng thái cân bằng, (ii) thành phần polyme, (iii) trọng lượng polyme và (iv) số mol chất phản ứng nhờ phương trình sau:

$$\% \text{ "Chất chiết xuất" } = \left[V_{eq} \times \frac{N}{400} \times \frac{M_0}{30} \right] / \left[\frac{m_0 \times x}{y} \right] \times 100$$

V_{eq} : thể tích theo ml của dung dịch PVSK được thêm vào ở trạng thái cân bằng.

N/400: nồng độ PVSK trong dung dịch PVSK (N = 1).

M_0 : khối lượng theo gam trong tổng lượng chất lọc thu hồi được trong bước 1.

" m_0 ": khối lượng theo gam của polyme được thêm vào trong nước ở bước 1.

x tương ứng với phần trăm trọng lượng của các monome dạng cation dựa trên tổng số monome.

y tương ứng với trọng lượng phân tử của monome dạng cation.

Chuyên gia sẽ xác định được cách để thay đổi lượng liên kết ngang để thu được polyme cuối cùng có phần polyme tan trong nước đủ nhỏ và lưu biến học mong muốn. Ví dụ, sự gia tăng nồng độ của chất tạo liên kết ngang, các tham số khác được xác định là giống nhau, dẫn đến làm việc giảm hàm lượng polyme có thể chiết xuất được. Điều ngược lại cũng đúng.

Hoạt chất làm mềm vải dạng cation

Các chế phẩm theo sáng chế chứa hoạt chất làm mềm vải dạng cation.

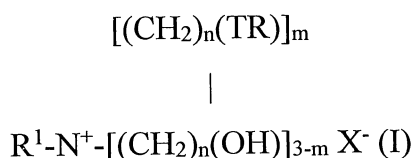
Các chế phẩm dưỡng vải theo sáng chế có thể được pha loãng hoặc đặc. Các sản phẩm pha loãng thường chứa khoảng 8% trọng lượng, tốt hơn là từ 2 đến 8% trọng lượng hoạt chất làm mềm, trong khi đó các sản phẩm đặc có thể chứa từ 8 đến 50% trọng lượng, tốt hơn là từ 8 đến 25% trọng lượng hoạt chất này. Chế phẩm chứa hơn

25% trọng lượng hoạt chất được định nghĩa là "siêu đặc", phụ thuộc vào hệ hoạt chất, và cũng được dự định được bao gồm trong sáng chế này. Ví dụ, hoạt chất làm mềm vải có thể được sử dụng với lượng từ 0,5% đến 35% trọng lượng, tốt hơn là từ 2% đến 30% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 5% đến 25% trọng lượng và tốt nhất là từ 8% đến 20% trọng lượng chế phẩm.

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

Thông thường, hoạt chất làm mềm vải của TEA bao gồm hỗn hợp các dạng mono-, di- và tri-este của hợp chất, trong đó thành phần liên kết di-este không chiếm nhiều hơn 70% trọng lượng của hợp chất làm mềm vải, tốt hơn là không nhiều hơn 60%, ví dụ 55%, hoặc 45% hợp chất làm mềm vải và ít nhất 10% thành phần liên kết monoeste, ví dụ 11% monoeste. Loại hoạt chất được làm cứng được ưu tiên thường có phân bố mono:di:tri este là từ 18 đến 22 monoeste: từ 58 đến 62 dieste: từ 18 đến 22 trieste; ví dụ 20:60:20. Hoạt chất làm mềm vải TEA có thể có sự phân phối là mono:di:tri este điển hình từ 25 đến 45%, tốt hơn là từ 30 đến 40% monoeste: từ 45 đến 60%, tốt hơn là từ 50 đến 55% dieste và từ 5 đến 25%, tốt hơn từ 10 đến 15% trieste; ví dụ 40:50:10.

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



trong đó mỗi R được chọn độc lập từ nhóm alkyl có từ 5 đến 35 nguyên tử cacbon hoặc alkenyl; R¹ đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, nhóm alkenyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydroxyalkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon ; T nói chung là O-CO. (tức là nhóm este liên kết với R qua nguyên

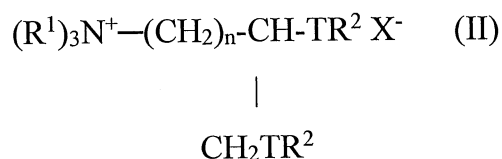
tử cacbon của nó), nhưng thay vào đó, có thể là CO-O (tức là nhóm este liên kết với R qua nguyên tử oxy của nó); n là một số được chọn từ 1 đến 4; m là một số được chọn từ 1, 2, hoặc 3; và X⁻ là đối ion anion, như halide hoặc alkyl sulfat, ví dụ: clorua hoặc metylsulfat. Các biến thể di-este của công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

Các chất được đặc biệt ưu tiên là các chế phẩm giàu dieste của trietanolamoni metylsulfat, còn gọi là "TEA este quat".

Các ví dụ trên thị trường bao gồm Stepantex™ UL85, ví dụ Stepan, Prapagen™ TQL, của Clariant, và Tetranyl™ AHT-1, của Kao, (cả di-[este mỡ được làm cứng] của trietanolamoni metylsulfat), AT-1 (di-[este mỡ] và L5/90 (di-[este từ dừa] của trietanolamoni metylsulfat), đều từ Kao, và Rewoquat™ WE15 (di-este của trietanolamoni metylsulfat có gốc axit axyl thu được từ axit béo không bão hòa có từ 10 đến 20 nguyên tử cacbon và 16 đến 18 nguyên tử cacbon), ví dụ Evonik.

Cũng thích hợp là các hoạt chất amoni bậc bốn làm mềm như Stepantex VK90, Stepantex VT90, SP88 (ex-Stepan), Ceca Noramin, Prapagen TQ (ex-Clariant), Dehyquart AU-57 (ex-Cognis), Rewoquat WE18 (ex-Degussa) và Tetranyl L190 P, Tetranyl L190 SP và Tetranyl L190 S (tất cả đều từ Kao).

Nhóm thứ hai của QAC thích hợp để sử dụng trong sáng chế được biểu diễn bằng công thức (II):

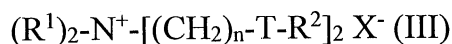


trong đó mỗi nhóm R¹ được chọn độc lập từ các nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hydroxyalkyl hoặc nhóm alkenyl có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon; và trong đó mỗi nhóm R² được chọn độc lập từ nhóm alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 28 nguyên tử cacbon; và trong đó n, T, và X⁻ như đã định nghĩa ở trên.

Các chất ưu tiên của nhóm thứ hai này bao gồm 1,2 bis[tallowyloxy]-3-trimetylamoni propan clorua, 1,2-bis[tallowyloxy được làm cứng]-3-trimetylamoni propan clorua, 1,2-bis[oleoyloxy]-3-trimetylamoni propan clorua, và 1,2-bis[stearoyloxy]-3-trimetylamoni propan clorua. Các chất này được mô tả trong patent

Mỹ số US 4137180 (Lever Brothers). Tốt hơn là các chất này cũng bao gồm lượng monoeste tương ứng.

Nhóm QAC thứ ba thích hợp để sử dụng trong sáng chế được biểu diễn bằng công thức (III):



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

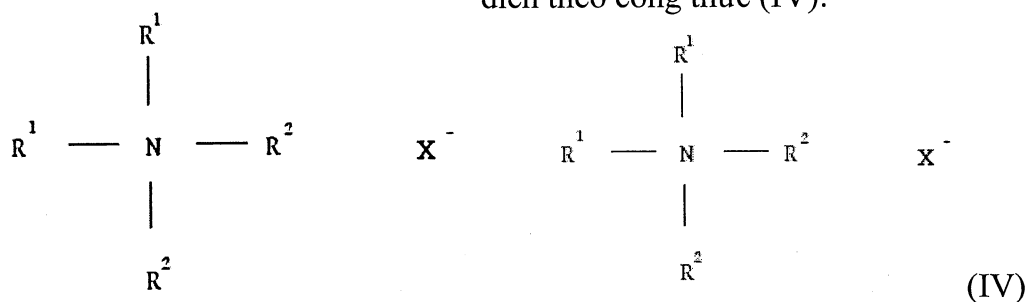
Chỉ số iốt của chất dưỡng vải amoni bậc bốn là tốt hơn là từ 0 đến 80, tốt hơn nữa là từ 0 đến 60, và tốt nhất là từ 0 đến 45. Chỉ số iốt có thể được lựa chọn thích hợp. Về cơ bản các chất bão hòa có chỉ số iốt từ 0 đến 5, tốt hơn là từ 0 đến 1 có thể được sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế. Các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

Tốt hơn nữa là chỉ số iốt trong khoảng từ 20 đến 60, tốt hơn là từ 25 đến 50, tốt hơn nữa là từ 30 đến 45. Loại chất này là hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin mềm, tốt hơn là trietanolamin di-alkyleste metylsulfat. Các hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin liên kết este này chứa mạch chất béo không bão hòa.

Chỉ số iốt được sử dụng trong bối cảnh của sáng chế đề cập đến số đo mức độ không bão hòa có mặt trong chất bằng phương pháp quang phổ nmr như được mô tả trong Anal. Chem. , 34, 1136 (1962) Johnson and Shoolery.

Loại hợp chất làm mềm khác là chất amoni bậc bốn không chứa este được biểu

diễn theo công thức (IV):



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

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

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

Các chất CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm thích hợp (như được định nghĩa dưới đây) để sử dụng trong sáng chế này tạo ra từ 35 đến 100% các nhóm hydroxyl của polyol mạch vòng hoặc sacarit khử được este hóa hoặc ete hóa với các nhóm sao cho các CPE hoặc RSE đang ở dạng lỏng hoặc rắn mềm như yêu cầu. Các nhóm này thường chứa mạch không bão hòa, phân nhánh hoặc mạch dài.

Thông thường CPE hoặc RSE có 3 hoặc nhiều nhóm este hoặc ete hoặc hỗn hợp của chúng, ví dụ từ 3 đến 8, đặc biệt là từ 3 đến 5. Tốt hơn là nếu hai hoặc nhiều nhóm este hoặc ete của CPE hoặc RSE độc lập với nhau trong mạch alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon. Các nhóm alkyl hoặc alkenyl có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon có thể là các mạch cacbon phân nhánh hoặc mạch thẳng.

Tốt hơn là, từ 35 đến 85% nhóm hydroxyl, tốt nhất là từ 40 đến 80%, thậm chí tốt hơn nữa là từ 45 đến 75%, ví dụ từ 45 đến 70%, được este hoá hoặc ete hóa.

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

CPE hoặc RSE có ít nhất một trong các mạch độc lập gắn liền với các nhóm este hoặc ete có ít nhất một liên kết không bão hòa. Điều này tạo ra phương pháp có lợi để tạo ra CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm. Tốt hơn là nếu phần lớn các mạch béo không bão hòa, ví dụ dầu cải dầu, dầu hạt bông, dầu đậu nành, oleic, mỡ động vật, panmitoleic, linoleic, eruxic hoặc các nguồn khác của axit béo không bão hòa được gắn với các nhóm este/ete.

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

Tốt hơn là, các mạch este hoặc ete của CPE hoặc RSE phần lớn là không bão hòa. Tốt hơn là, CPE hoặc RSE bao gồm sucroza tetraallowat, sucroza tetraphat, sucroza tetraoleat, sucroza tetraeste của dầu đậu nành hoặc dầu hạt bông, xelobioza tetraoleat, sucroza trioleat, sucroza triapeat, sucroza pentaoleat, sucroza pentarapeat, sucroza hexaoleat, sucroza hexarapeat, sucroza trieste, pentaeste and hexaeste của dầu đậu nành hoặc dầu hạt bông, glucoza tiroleat, glucoza tetraoleat, xyloza trioleat, hoặc sucroza tetra-, tri-, penta- hoặc hexa-este với bất kỳ hỗn hợp của mạch axit béo chủ yếu không bão hòa. CPE hoặc RSE được ưu tiên nhất là những chất có mạch axit béo đơn không bão hòa, tức là khi nhiều axit béo không bão hòa bất kỳ đã được loại bỏ bằng hydro hóa một phần. Tuy nhiên, một số CPE hoặc RSE có gốc là mạch axit béo không bão hòa, ví dụ: sucroza tetralinoleat, có thể được sử dụng khi hầu hết nhiều axit béo đã được loại bỏ bằng hydro hóa một phần.

Các CPE hoặc RSE lỏng ưu tiên cao nhất là bất kỳ chất nào ở trên nhưng là khi đã giải phóng nhiều axit béo không bão hòa bằng hydro hóa một phần. Tốt hơn là 40% hoặc nhiều hơn các mạch axit béo chứa liên kết không bão hòa, tốt hơn nữa là 50% hoặc nhiều hơn, tốt nhất là 60% hoặc nhiều hơn. Trong hầu hết các trường hợp là từ 65% đến 100%, ví dụ từ 65% đến 95% chứa liên kết không bão hòa.

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

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

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

CPE lỏng hoặc rắn mềm có thể được điều chế bằng các phương pháp được biết đến với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Chúng bao gồm phương pháp axyl hóa polyol mạch vòng hoặc sacarit khử với axit clorua; trans este hóa polyol mạch vòng hoặc axit béo sacarit được khử bằng các chất xúc tác khác nhau; axyl hóa

polyol mạch vòng hoặc sacarit được khử với axit alhydrit và axyl hóa polyol mạch vòng hoặc sacarit được khử với axit béo. Xem, ví dụ, US 4386213 và AU 14416/88 (đều của chủ đơn P&G).

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

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

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

Chiều dài của mạch không bão hòa (và no nếu có) trong CPE hoặc RSE là từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, tốt hơn là từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon. Có thể bao gồm một hoặc nhiều mạch có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, tuy nhiên những mạch này ít được ưu tiên.

CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm thích hợp để sử dụng trong sáng chế này được mô tả như các chất có tỷ lệ chất rắn: chất lỏng nằm trong khoảng từ 50:50 đến 0:100 ở 20°C như được xác định bởi thời gian giãn nở T_2 theo NMR, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 43:57 đến 0:100, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 40:60 đến 0:100, như, 20:80 đến 0:100. Thời gian giãn nở T_2 theo NMR thường được sử dụng để mô tả các tỷ lệ chất rắn/chất lỏng trong các sản phẩm rắn mềm như chất béo và bơ thực vật. Đối với mục đích của sáng chế, thành phần bất kỳ có tín hiệu với T_2 dưới 100 μ s được coi là thành phần rắn và thành phần bất kỳ với $T_2 \geq 100$ μ s được coi là thành phần chất lỏng.

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

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

Khi có mặt, CPE hoặc RSE tốt hơn là có mặt trong chế phẩm với lượng từ 0,5 đến 50% tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm, tốt hơn nữa là từ 1 đến 30% trọng lượng, như từ 2 đến 25%, ví dụ: từ 2 đến 20%.

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

Chất làm mềm vải gốc silicon (và các hợp chất làm mềm khác không phải bậc bốn)

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa thêm chất làm mềm vải gốc silicon. Tốt hơn là, silicon làm mềm vải là polydimetylsiloxan.

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

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

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

Đối với nhũ tương silicon, kích thước hạt có thể nằm trong khoảng từ 1 nm đến 100 micron và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 nm đến khoảng 10 micron bao gồm nhũ tương (<150 nm), nhũ tương tiêu chuẩn (nằm trong khoảng từ 200 nm đến khoảng 500 nm) và các nhũ tương macro (nằm trong khoảng từ 1 micron đến khoảng 20 micron).

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

Chất làm mềm khác và các chất tạo phức béo

Chất làm mềm khác có thể được sử dụng. Khi sử dụng, chúng thường có mặt trong khoảng từ 0,1 đến 20%, đặc biệt là từ 0,5 đến 10%, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm. Các chất làm mềm khác được ưu tiên bao gồm este béo và chất béo N-oxit. Este béo có thể được sử dụng bao gồm các monoeste béo, như glyxerol monostearat, este đường mỡ, như những chất được bộc lộ trong WO 01/46361 (Unilever).

Các chế phẩm của sáng chế có thể bao gồm chất tạo phức béo.

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

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

Lượng các thành phần liên kết mono-este cao hơn trong các chế phẩm bao gồm các chất amoni bậc bốn gốc TEA được cho là có thể làm mất ổn định chế phẩm của chúng do sự suy giảm kết bông. Bằng cách sử dụng chất tạo phức béo để phức hợp với thành phần liên kết mono-este, sự suy giảm kết bông giảm đáng kể.

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

Các axit béo được ưu tiên bao gồm axit béo mỡ động vật được làm cứng (có sẵn dưới tên thương mại Pristerene™, của Croda). Các rượu béo ưu tiên bao gồm rượu mỡ cứng (có sẵn dưới tên thương hiệu Stenol™ và Hydrenol™, ví dụ BASF và Laurex™ CS, của Huntsman).

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

Chất hoạt động bề mặt không chứa ion

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

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



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

Trong công thức chung cho chất hoạt động bề mặt không ion được etoxylat hóa, Y thường là:



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

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

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

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

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



trong đó R được chọn từ nhóm bao gồm mạch alkyl bậc một, bậc hai và phân nhánh và/hoặc nhóm axyl hydrocarbyl bậc một, bậc hai, và phân nhánh (khi $Y = -C(O)O$, $R \neq$ nhóm axyl hydrocarbyl); các nhóm alkenyl hydrocarbyl bậc một, bậc hai và phân nhánh; và các nhóm hydrocarbyl phenol được thế alkenyl bậc một, bậc hai và phân nhánh;

phân nhánh; các nhóm hydrocarbyl có chiều dài mạch từ 10 đến 60, tốt hơn là từ 10 đến 25, ví dụ 14 đến 20 nguyên tử cacbon.

Trong công thức chung cho chất hoạt động bề mặt không ion được etoxylat hóa, Y thường là:



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

Lutensol™ AT25 (BASF) dựa trên mạch coco và 25 nhóm EO là ví dụ của chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp. Các chất hoạt động bề mặt thích hợp khác bao gồm Renex 36 (Trideceth-6), của Croda; Tergitol 15-S3, của Dow Chemical Co; Dihydrol LT7, của Thai Ethoxylate ltd; Cremophor CO40, của BASF và Neodol 91-8, của Shell.

Thành phần tùy chọn khác

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa các thành phần khác của chất lỏng dưỡng vải mà được biết đối với người có trình độ trong lĩnh vực này. Trong số các chất này có thể đề cập đến: chất chống bọt, hương liệu và nước hoa (cả dầu tự do và vật liệu đóng gói), chất chống côn trùng, thuốc nhuộm bóng hoặc nhuộm màu, chất bảo quản (ví dụ chất diệt khuẩn), các chất giữ pH, chất mang hương liệu, hydrotropes, các chất chống lắng đọng lại, chất giải phóng vết bẩn, chất đa điện phân, chất chống co, chất chống nhăn, chất chống oxy hóa, thuốc nhuộm, chất nhuộm màu, chất chống nắng, chất chống ăn mòn, chất tạo nếp ly xếp, các chất chống tĩnh điện, chất chelat hóa và hỗ trợ việc là ủi (quần áo). Các sản phẩm của sáng chế có thể chứa chất lỏng lạnh như ngọc trai và/hoặc chất làm mờ. Tốt hơn là chất chelat hóa là HEDP, viết tắt của axit Etidronic hoặc axit 1-hydroxyetan 1,1-diphosphonic.

Dạng sản phẩm

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

Các chế phẩm lỏng có độ pH nằm trong khoảng từ 2,0 đến 6, tốt hơn nữa là từ 2,2 đến 4,5, tốt nhất là khoảng từ 2,5 đến 2,8. Các chế phẩm của sáng chế cũng có thể chứa các chất điều chỉnh độ pH tốt hơn là axit clohydric hoặc axit lactic.

Chế phẩm tốt hơn là chất lỏng đã sẵn sàng để sử dụng bao gồm pha nước. Pha nước có thể bao gồm các loại tan trong nước, như muối khoáng hoặc rượu mạch ngắn (có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon).

Tốt hơn là chế phẩm để sử dụng trong chu kỳ xả của hoạt động giặt ở nhà, ở đây, nó có thể được thêm trực tiếp ở trạng thái nguyên chất vào máy giặt, thông qua ngăn định lượng hoặc, đối với máy giặt cửa trên, trực tiếp vào thùng. Các chế phẩm cũng có thể được sử dụng trong hoạt động giặt tay trong nhà.

Điều chế chế phẩm theo sáng chế

Các chế phẩm theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách điều chế chế phẩm dưỡng vải và thêm các hạt. Ngoài ra, polyme có thể được thêm ở dạng khô cho chế phẩm và cho phép hydrat hóa tại chỗ. Các chế phẩm chức năng tốt hơn là được làm theo cách thông thường, như được biết với người có trình độ trong kỹ thuật, và sau đó kết hợp với các hạt đã hình thành của sáng chế để tạo thành chế phẩm theo sáng chế. Trong một phương án, các chế phẩm của sáng chế được tạo ra bằng cách kết hợp ít nhất là hoạt chất làm mềm cation trong nước, với các hạt đã hình thành.

Các chế phẩm của sáng chế thường có thể được tạo thành bằng cách kết hợp chất tan chứa hoạt chất làm mềm vải với pha nước. Polyme có thể được kết hợp với pha nước, hoặc có thể được đưa vào chế phẩm sau khi kết hợp pha nóng chảy và pha nước.

Tốt hơn là phương pháp điều chế như sau:

1. Đun nước đến khoảng 40 đến 80°C.
2. Bổ sung thành phần phụ bất kỳ, như chất chống bọt, chất chelat hóa và chất bảo quản.
3. Nóng chảy hoạt chất làm mềm và tùy chọn rượu béo để tạo thành hỗn hợp cùng nóng chảy.
4. Thêm hỗn hợp cùng nóng chảy vào nước nóng.
5. Thêm axit để đạt độ pH được ưu tiên, nếu cần.
6. Thêm thuốc nhuộm và hương liệu.
7. Làm lạnh

Các hạt được hình thành có thể được đưa ra sau khi pha hoặc bổ sung vào nước xả.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ của sáng chế được thể hiện bởi số. Ví dụ so sánh được thể hiện bằng chữ.

Ví dụ 1: Tổng hợp polyme dạng cation. Polyme 1, bằng cách trùng hợp bằng gel

Dung dịch monome được điều chế bằng cách thêm và khuấy các thành phần sau đây vào cốc thủy tinh:

- 9,0 phần của dung dịch acrylamit (nồng độ 50%, monome có trọng lượng phân tử là 71 g/mol) tức là 4,5 phần acrylamit

- 71,0 phần dimethyl aminoethyl metacrylat bậc 4 với methyl clorua (nồng độ 75% trọng lượng, monome có trọng lượng phân tử là 207,7 g/mol), tức là 53,25 phần của monome

- 20,0 phần của nước khử ion hóa

- 800 ppm metylen bis acrylamit (ppm tương ứng với trọng lượng của monome)

- 7550 ppm formate natri (ppm tương ứng với trọng lượng của monome)

- PH được điều chỉnh bằng axit phosphoric: [từ 3,4 đến 3,8]

Thành phần polyme (tỷ lệ monome) về trọng lượng là 92,0% dimethyl aminetyl metacrylat bậc bốn và 8,0% acrylamit. Sau 30 phút khuấy, dung dịch monome được làm nguội đến 10°C, chuyển vào bình Dewar, và sau đó xả bằng nitơ trong 15 phút để loại oxy. Phản ứng trùng hợp được thực hiện một cách dễ dàng bằng cách bổ sung cặp oxy hóa khử natri persulfat (20 ppm/Tổng trọng lượng monome) và muối Mohr (10 ppm/Tổng trọng lượng monome). Muối đã được pha loãng trước bằng nước ở giới hạn 25 g/l với việc bổ sung azobisisobutironitrile, phân tán ở 500 ppm/Tổng trọng lượng monome.

Nhiệt độ của dung dịch tự động tăng lên 75°C trong 2 giờ, và sau đó được giữ lại thêm 2 giờ nữa ở 75°C. Hỗn hợp kết quả là gel dính. Gel này được cắt thành miếng từ 2 đến 5 mm rồi sấy khô trong lò trong 24 giờ ở 80°C. Các miếng khô sau đó đã được nghiền hoặc xay để thành bột khô. Bột này sau đó được lọc để loại bỏ các hạt có đường kính nhỏ hơn 10 micron bằng cách đưa chúng qua cái sàng. Độ ẩm còn lại của bột này <10,0%, được xác định bởi sự giảm trọng lượng sau 2 giờ trong lò sấy ở 105°C.

Kích thước hạt của bột khô được đo từ 10 đến 60 micron bằng cách sử dụng máy Malvern Mastersizer Scirocco 2000 ở áp suất 2,0 bar (áp suất tiêu chuẩn).

Ví dụ 1 & 2 và A & B: Các chế phẩm dưỡng vải

Các chế phẩm dưỡng vải được làm bằng các thành phần trong Bảng 1.

Bảng 1

Chất	Ví dụ 1	Ví dụ A	Ví dụ 2	Ví dụ B
Stepantex SP88	12	12	12	12
Lutensol AT25	1	1	1	1
HEDP	0,005	0,005	0,005	0,005
Hương liệu	1,15	1,15	1,15	1,15
CaCl ₂	0,0025%	0,0025%	0,0025%	0,0025%
Polyme 1*	0,5	0	0,5	0
Flosoft 270LS	0	0,5	0	0,5
HCl	0,04	0,04	0,04	0,04
Thành phần phụ và nước	cho đến 100%	cho đến 100%	cho đến 100%	cho đến 100%

Các ví dụ 1 và A được điều chế theo quy trình sau:

- Nước xả được đun nóng đến 50°C;
- Polyme (Polyme 1, hoặc polyme Flosoft 270LS như được bộc lộ trong WO2010/079100) được thêm vào máy nghiền;
- Thành phần phụ được thêm, tiếp theo là hoạt chất lỏng (SP88 este kết hợp với TEA amoni bậc bốn từ Stepan và Lutensol AT25, không ion từ BASF) và CaCl₂;
- Hỗn hợp đã được nghiền và làm nguội đến 36°C và chế phẩm hương liệu dầu tự do đã được bổ sung và trộn thêm cho giai đoạn cuối cùng.

Các ví dụ 2 và B được điều chế theo quy trình sau:

- Nước xả được giữ ở 50°C;
- Thành phần phụ được bổ sung theo sau là Lutensol AT25;
- Polyme 1 hoặc Flosoft 270LS được bổ sung với máy nghiền;
- SP88 nóng chảy sau đó đã được thêm vào nghiền thêm và bổ sung CaCl₂;
- Hỗn hợp đã được xay và làm nguội đến 36°C tại thời điểm đó hương liệu dầu tự do đã được bổ sung và trộn thêm cho giai đoạn cuối cùng.

Tính chất phân tán của các chế phẩm mẫu 1 & 2 và A & B

Phương pháp đo sự phân tán

Dụng cụ: Lưu biến kế DHR2 thiết bị TA (hoặc bất kỳ lưu biến kế tương tự).

Dụng cụ đo hình học: Hệ thống kiểu ống hình trụ đồng tâm bao gồm cánh quạt (cánh quạt có cánh cắt ngang với các lưỡi cắt vuông) và phần tĩnh (ống hình trụ có nắp đáy). Ống hình trụ có đường kính bên trong 26 mm và chiều sâu trục 35 mm; nắp đáy được nối với bồn nước mạch vòng bên ngoài để kiểm soát nhiệt độ đến 25°C. Đường kính lưỡi cắt của cánh quạt là 20 mm trong khi chiều cao của lưỡi là 20 mm.

Phương pháp: Với dụng cụ đo lường hình học được đặt trên thiết bị và với cánh quạt có cánh cắt đặt 0,5 mm trên nền của xi lanh khối lượng di dời đến đỉnh của lưỡi dao là khoảng 9 cm³. Khối lượng này đã đầy một nửa với các thành phần đường vải đang được thử nghiệm. Quy trình thực nghiệm bao gồm ba phần:

i) Lưu biến kế được khởi động ở tốc độ 54 rad/s và độ nhớt được ghi lại mỗi giây trong tổng số 300 giây. Sau 20 giây, lượng nước bằng nhau (của chế phẩm này) được bơm vào dụng cụ đo hình học và tín hiệu tán sắc được ghi lại vào cuối 300 giây.

ii) Tại thời điểm này không có gì bảo đảm rằng sản phẩm đã được phân tán hoàn toàn vào trong nước nên việc trộn đã được thực hiện để hoàn thành bằng cách chạy lưu biến kế tại 90 rad/s trong 300s nữa.

iii) Việc đọc độ nhớt cuối cùng trong điều kiện đo lường ban đầu đã được thực hiện bằng cách đo với tốc độ 54 rad/s trong 300 giây nữa.

Phân tích dữ liệu: Điểm T90 (thời gian mà đạt 90% độ phân tán) được coi là thời điểm mà giá trị độ nhớt từ bước (i) vượt quá 90% giá trị độ nhớt cuối cùng thu được ở bước (iii). Thời gian được điều chỉnh để tính thời gian trước khi bổ sung nước.

Kết quả

Kết quả thử nghiệm độ phân tán T90 được thể hiện trong Bảng 2. Các giá số nhỏ hơn cho thấy hỗn hợp đạt đến trạng thái cân bằng nhanh hơn. Cũng thể hiện trong Bảng 2 là độ nhớt được đo bằng nhớt kế cốc và bob với tốc độ cắt ngang 106s⁻¹ ở 25°C.

Bảng 2

	Ví dụ 1	Ví dụ A	Ví dụ 2	Ví dụ B
Độ nhớt	330	259	214	189
T90	30	326	30	143

Các mẫu được làm bằng Polyme 1 mất nhiều thời gian hơn để đạt được trạng thái cân bằng khi trộn với nước (phân tán) so với polyme đã biết của lĩnh vực kỹ thuật trước đây. Trong cả hai trường hợp này, mặc dù thực tế là độ nhớt của hai chế phẩm bao gồm polyme tăng độ nhớt hạt lớn hơn các chế phẩm Flosoft 270LS kỹ thuật trước đây.

Phân tích kích thước hạt của các chế phẩm ví dụ 1 & 2 và A & B

Kích thước hạt được phân tích bằng cách sử dụng Malvern Mastersizer Scirocco 2000.

Hình 1 thể hiện sự phân bố kích thước hạt cho Ví dụ 1. Đỉnh thấp hơn là do sự có mặt của các túi chất làm mềm cation. Có thể thấy rằng các hạt polyme liên kết ngang có thể trương nở lên trong chế phẩm là phần lớn (% khối lượng) trên đường kính 100 micron.

Hình 2 thể hiện dữ liệu tương ứng cho Ví dụ A. Giống như ví dụ 1 có đỉnh đầu tiên cho thấy các hạt cation nhỏ, sau đó là đỉnh thứ hai thể hiện hầu hết polyme có trong chế phẩm này là các hạt nhỏ hơn 12 micron.

Hình 3 thể hiện dữ liệu cho Ví dụ 2. Đồ thị là trung bình ba phép đo.

Hình 4 thể hiện dữ liệu cho Ví dụ B. Cả hai phép đo riêng và trung bình của ba hình đều cho thấy rằng có sự khác biệt nhỏ giữa các phép đo khác nhau. Như với Ví dụ A, các đỉnh chiếm ưu thế xảy ra từ 0,5 đến 1 micron và từ 4 đến 12 micron.

Hình 5 thể hiện sự so sánh Polyme 1 và so sánh polyme đặc Flosoft 270LS khi không có các thành phần cation và các thành phần khác của các chế phẩm dưỡng vải. Đường cong có đỉnh nhỏ hơn dưới 1 micron là polyme Flosoft đã biết trong giải pháp kỹ thuật trước chiếm 0,2% trọng lượng trong nước và cao nhất với trên 100 micron là Polyme 1 chiếm 0,5% trọng lượng trong nước. Nồng độ khác nhau không ảnh hưởng đến vị trí của các đỉnh.

Để chứng minh rằng một số đỉnh quan sát được trong các chế phẩm dưỡng vải không phải là do sự có mặt của polyme trong Ví dụ so sánh C đã được tạo ra mà không có bất kỳ polyme nào có mặt. Nếu không, nó giống như ví dụ 2 và B. Hình 6 thể hiện kết quả sự phân bố kích thước hạt.

Ví dụ so sánh C không có polyme thể hiện rằng các đỉnh có kích thước hạt thấp được tìm thấy trong các ví dụ sáng tạo và so sánh ở trên là kết quả của các thành phần khác trong chế phẩm chứ không phải các hạt polyme liên kết ngang.

Ví dụ 3: Chế phẩm dưỡng vải 3 & D

Chế phẩm gốc chất làm mềm vải gốc este cation amoni bậc bốn được điều chế, có chứa 20% trọng lượng phần cứng TEAQ (Stepantex SP88 (của Stepan)) theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm gốc, phần còn lại là thành phần phụ và nước. 50% (theo khối lượng của chế phẩm cuối cùng) chế phẩm gốc chất làm mềm vải được kết hợp với 50% khối lượng của gel polyme chứa các hạt tăng độ nhớt polyme cao của sáng chế (Polyme 1) để sản xuất chế phẩm 3. Nồng độ Polyme 1 trong 50% thể tích là 2% trọng lượng của polyme khi được phân phối. Do đó, Chế phẩm 1 chứa 50% theo khối lượng của chế phẩm làm mềm vải và 50% khối lượng của gel polyme theo khối lượng của chế phẩm cuối cùng.

Chế phẩm D được làm theo cùng một cách, nhưng sử dụng polyme đặc trước khi hydrat hóa (Flosoft 270LS của SNF) thay vì Polyme 1. Phần polyme đặc chiếm 50% trọng lượng của chế phẩm cuối cùng. Nồng độ polyme trong 50% thể tích là 2% trọng lượng của polyme khi được phân phối.

Các thành phần được sử dụng cho các chế phẩm được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3: Các chế phẩm 3 & D, thể hiện số lượng (% trọng lượng) của các thành phần

Chất	Chế phẩm 3	Chế phẩm D
Stepantex SP88	10	10
Flosoft 270LS	-	1,0
Polyme 1	1,0	-
Thành phần phụ và nước	Cho đến 100%	Cho đến 100%

Đặc tính phân tán của các chế phẩm 3 & D

Phương pháp đo độ phân tán

17 ml chế phẩm được thử nghiệm đã được đổ từ nắp bình ComfortTM tiêu chuẩn vào 1000 ml nước lạnh trong cốc dung tích 2000 ml. Sau 30 giây hỗn hợp tạo thành được đánh giá trực quan và xếp hạng theo thang điểm từ 1 đến 5, sử dụng nửa điểm nếu thích hợp. Thang điểm được xác định như sau:

Hạng 1: Chế phẩm được phân tán đồng đều không có các cục hoặc các mảnh.

Hạng 2: Sản phẩm phân tán cho ra sự phân tán đồng đều với chỉ với một vài cục nhỏ hoặc mảnh.

Hạng 3: Sản phẩm phân tán dễ tạo ra chủ yếu là các cục nhỏ hoặc các mảnh, nhưng độ phân tán là tốt và tạo ra dung dịch hơi đục/có màu.

Hạng 4: Sản phẩm vỡ thành một ít cục kích thước vừa và/hoặc lớn mà không phân tán tốt; nước vẫn còn trong và không màu.

Hạng 5: Sản phẩm không bị vỡ khi cho vào nước. Nó thường tạo thành một hoặc hai cục lớn trong nước trong suốt.

Nếu muốn, hỗn hợp có thể được khuấy bằng cách thực hiện 5 vòng quay với tốc độ 1 vòng/giây bằng que trộn dẹt trước khi được đánh giá lại bằng thang điểm đánh giá tương tự. Các kết quả được đưa ra trong Bảng 4.

Bảng 4: Độ nhớt và điểm phân tán cho các chế phẩm ví dụ 3 & D

	Độ nhớt	Điểm sự phân tán	
	@ 106 s-1	Trước khi khuấy	Sau khi khuấy
D	694	4,5	3,5
3	682	3	1,5

Chế phẩm 3 theo sáng chế được quan sát là cải thiện đáng kể đặc tính phân tán so với chế phẩm tương tự D bao gồm polyme đặc thông thường.

Ví dụ 4: Các chất làm đặc polyme trong các chế phẩm dưỡng vải từ giải pháp kỹ thuật trước: từ E đến G

Chế phẩm gốc chất làm mềm vải dựa trên este đã được điều chế bằng polyme đặc thông thường, bao gồm 12% trọng lượng TEAQ đã được hóa cứng một phần (Stepantex SP88 (của Stepan)) theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm gốc, phần còn lại là thành phần phụ và nước.

Các chế phẩm được tạo ra bằng cách kết hợp polyme với pha nước trước khi cho tan chảy và thành phần phụ. Thành phần được sử dụng cho các chế phẩm này được thể hiện trong Bảng 5.

Bảng 5: Các chế phẩm từ E đến G, thể hiện hàm lượng (% trọng lượng) của các thành phần

Chất	Chế phẩm E	Chế phẩm F	Chế phẩm G
Stepantex SP88	12	12	12
Flosoft 270LS	0,5	-	-
Luvigel Star	-	0,1	0,07

Thành phần phụ và nước	Cho đến 100%	Cho đến 100%	Cho đến 100%
---------------------------	--------------	-----------------	-----------------

Đặc tính phân tán của các chế phẩm từ E đến G

Các kết quả được đưa ra trong Bảng 6.

Bảng 6: Độ nhớt và điểm phân tán đối với các chế phẩm từ E đến G

	Độ nhớt	Điểm sự phân tán	
	@ 106 s ⁻¹	Khuấy trước	Khuấy sau
E	441	4,5	3,5
F	329	3,5	2,5
G	232	3,5	2,5

Điều này cho thấy sự mâu thuẫn không mong muốn giữa độ nhớt và sự phân tán áp dụng cho các chất làm đặc polyme trong kỹ thuật trước đây trước khi thêm vào chế phẩm dưỡng vải. Có thể thấy rằng độ nhớt của chế phẩm càng cao, điểm phân tán càng thấp.

Ví dụ từ 4 đến 6

Chế phẩm gốc chất làm mềm vải gốc este cation amoni bậc bốn, bao gồm 20% trọng lượng TEAQ được làm cứng một phần (Stepantex VT90 (của Stepan)) theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm gốc, phần còn lại là thành phần phụ và nước.

60% (trọng lượng của chế phẩm cuối cùng) của chế phẩm gốc chất làm mềm vải được kết hợp với 40% khối lượng của gel polyme liên kết ngang (Polyme 1, của SNF) để sản xuất các Hợp chất từ 4 đến 6. Nồng độ Polyme 1 trong 40% thể tích là 2% trọng lượng của polyme khi được phân phối. Hàm lượng của 2% trọng lượng polyme trong chế phẩm đã được thay đổi như thể hiện trong Bảng 7, như % trọng lượng của các chế phẩm.

Bảng 7: Các chế phẩm từ 4 đến 6 (% trọng lượng)

Chất	Chế phẩm 4	Chế phẩm 5	Chế phẩm 6
Stepantex SP88	12	12	12
Polyme 1	0,4	0,5	0,6
Thành phần phụ và nước	Cho đến 100%	Cho đến 100%	Cho đến 100%

Đặc tính phân tán của các chế phẩm từ 4 đến 6

Các kết quả được trình bày trong Bảng 8.

Bảng 8: Độ nhớt và điểm phân tán cho các chế phẩm từ 4 đến 6

	Độ nhớt	Điểm sự phân tán	
	@ 106 s ⁻¹	Trước khi khuấy	Sau khi khuấy
4	136,67	1,5	0,5
5	207,20	2,5	0,5
6	341,12	2,5	1

Điều này chứng tỏ sự cải thiện sự phân tán đối với khoảng độ nhớt cho sáng chế.

So sánh các đặc tính của Chế phẩm 5 với các đặc tính của Chế phẩm G; và của Chế phẩm 6 với chế phẩm F cho thấy sự phân tán được cải thiện với độ nhớt tương tự cho các chế phẩm theo sáng chế.

Ví dụ 7 & H

Chế phẩm gốc chất làm mềm vải được điều chế dựa trên este, bao gồm 20% trọng lượng TEAQ được làm cứng một phần (Stepantex SP88 (của Stepan)) theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm gốc, phần còn lại là thành phần phụ và nước.

50% (theo trọng lượng của chế phẩm cuối cùng) của chế phẩm gốc chất làm mềm vải được kết hợp với 50% trọng lượng của gel polyme liên kết ngang (Polyme 1, của SNF) để sản xuất chế phẩm ví dụ 7. Nồng độ Polyme 1 trong 50% thể tích là 1% trọng lượng của polyme khi được phân phối. Như vậy, Chế phẩm 7 chiếm 50% khối lượng chế phẩm làm mềm vải và 50% trọng lượng của gel polyme, theo trọng lượng của chế phẩm cuối cùng.

Chế phẩm H là chất dưỡng vải sẵn có thương mại, dưới tên Molto, của Unilever, Indonesia có chứa polyme đặc thông thường thay vì Polyme 1.

Đặc tính của ngăn phân tán các chế phẩm 7 & H

Phương pháp đo sự phân tán

Số đo chính xác lượng lòn lại trong ngăn của máy giặt cửa trước thu được bằng cách sử dụng phương pháp chỉ thị trọng lực và chiết suất sử dụng chức năng BRIX.

(i) Ngăn phân phối của máy giặt đã được cân trước, và chế phẩm dưỡng vải được thêm vào (35g) vào ngăn chắt dưỡng vải của ngăn của máy giặt.

(ii) Máy giặt được thiết lập chu trình "xả".

(iii) Khi dẫn bằng xiphông đã hoàn thành, ngăn máy đã được gỡ bỏ và cân, do đó ghi lại trọng lượng dư lượng còn lại.

(iv) Nước đã khử khoáng được thêm vào để rửa phần còn lại với thể tích cố định là 100 ml.

(v) Sử dụng pipet dùng một lần, cặn và nước được trộn lẫn với nhau, đảm bảo rằng chất cặn bám vào các mặt của ngăn kéo được trộn với nước.

(vi) Hỗn hợp chứa nước sau đó được chuyển bằng pipet dùng một lần vào chai thủy tinh đựng bột thể tích 125ml, được đóng kín và lắc để trộn.

(vii) Chỉ số khúc xạ của chế phẩm được đo theo tiêu chuẩn tham chiếu.

Mỗi chế phẩm đã được thử nghiệm lặp lại

Tiêu chuẩn đại diện cho 100% lượng còn lại trong ngăn định lượng đã được điều chế cho mỗi mẫu sàng lọc (35% dung dịch của chế phẩm trong nước đã khử khoáng).

$$\% \text{ Lượng còn lại} = \frac{\text{BRIX của mẫu thử nghiệm}}{\text{RIX của chỉ số khúc xạ tiêu chuẩn}} \times 100$$

Các kết quả được thể hiện trong Bảng 9.

Bảng 9

Chế phẩm	Độ nhớt @ 106 s ⁻¹	Hiệu suất	
		% trọng lượng bã	giá trị BRIX
A	123,45	58,91	27,78
1	178,41	30,71	2,17

Chế phẩm 7 được quan sát là đã cải thiện đáng kể tính chất phân phối trên sản phẩm tương tự có chứa polyme đặc thông thường.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng có thể rót được chứa:

a) hoạt chất làm mềm vải dạng cation;

b) các hạt gia tăng độ nhớt, có kích thước hạt trung bình từ 25 đến 5000 micron, các hạt này chứa ít hơn 50% trọng lượng, theo trọng lượng hạt, polyme trương nở trong nước được liên kết ngang và ít nhất 50% trọng lượng, theo trọng lượng hạt, của nước hấp thụ lượng polyme là ít nhất 0,1% trọng lượng chế phẩm dưỡng vải; và

c) nước bổ sung,

chế phẩm này có độ nhớt trong khoảng từ 60 đến 3500 mPas ở 106 s^{-1} ở 25°C , trong đó polyme trong hạt không hòa tan trong nước và hạt là trơ.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó các hạt có kích thước hạt trung bình từ 35 đến 1000 micron.

3. Chế phẩm theo điểm 2, trong đó các hạt có kích thước hạt trung bình từ 50 đến 500 micron, tốt hơn là từ 60 đến 300 micron.

4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyme là polyme trương nở liên kết ngang chứa ít nhất một monome dạng cation và tùy ý các monome không ion và/hoặc monome dạng anion.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyme có hàm lượng polyme có thể chiết tách hơn 15%, và nồng độ chất tạo liên kết ngang từ 500 ppm đến 10.000 ppm theo trọng lượng polyme.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyme thu được bằng cách trùng hợp bằng gel.

7. Chế phẩm theo điểm 6, trong đó monome dạng cation được chọn từ nhóm bao gồm các monome sau và các dẫn xuất bậc bốn hoặc dẫn xuất được tạo muối của chúng: dimetylaminopropylmetacrylamit; dimetylaminopropylacrylamit; dialylamin;

metyldialylamin; dialkylaminoalkyl-acrylat; dialkylaminoalkyl metacrylat; dialkylaminoalkyl-acrylamit; và dialkylaminoalkyl-metacrylamit.

8. Chế phẩm theo điểm 7, trong đó monome dạng cation được chọn từ nhóm bao gồm dimethylaminoethyl-metacrylat và các dẫn xuất bậc bốn hoặc dẫn xuất được tạo muối và/hoặc dimethylaminopropylmetacrylamit và các dẫn xuất bậc bốn hoặc dẫn xuất được tạo muối của chúng.

9. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 4 đến 8, trong đó chất tạo liên kết ngang được chọn từ nhóm bao gồm metylen bisacrylamit (MBA), glycol etylen diacrylat, polyetylen glycol dimetacrylat, diacrylamit, triallylamin, glyoxal và các hợp chất ete glycidyl.

10. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyme bao gồm các monome không ion được chọn từ nhóm bao gồm: acrylamit, metacrylamit, N-alkyl acrylamit, N-vinyl pyrrolidon, N-vinyl formamit, N-vinyl axetamit, vinylaxetat, rượu vinylic, acrylat este, và rượu allylic.

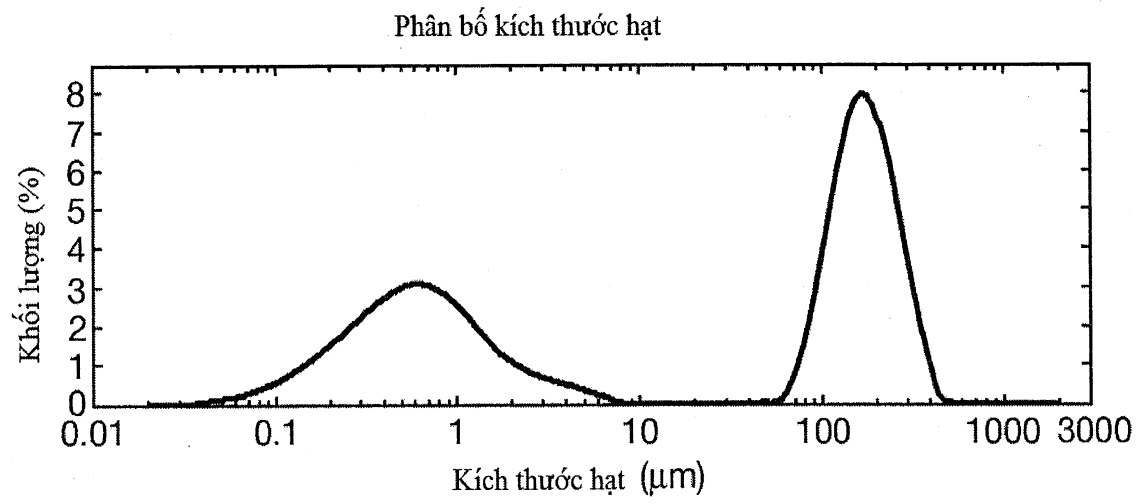
11. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hoạt chất làm mềm vải dạng cation là hợp chất amoni bậc bốn liên kết este.

12. Chế phẩm theo điểm 11, trong đó hợp chất amoni bậc bốn liên kết este là hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin liên kết este chứa mạch béo không bão hòa.

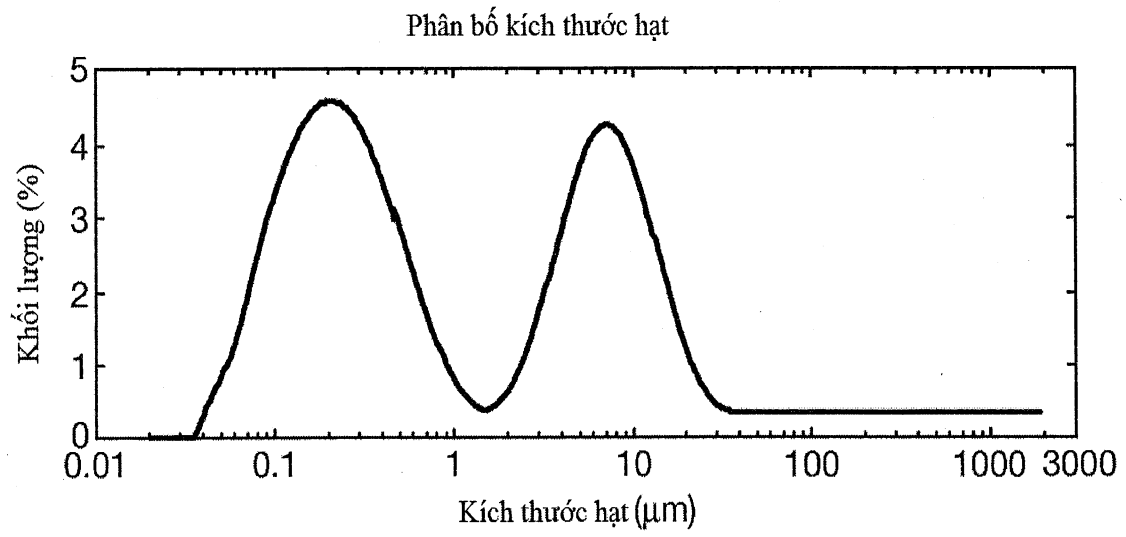
13. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hoạt chất làm mềm vải dạng cation có mặt với lượng từ 2 đến 25% tổng trọng lượng chế phẩm.

14. Phương pháp phân phối chất lỏng để dưỡng vải bao gồm bước phân tán chế phẩm, như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong nước.

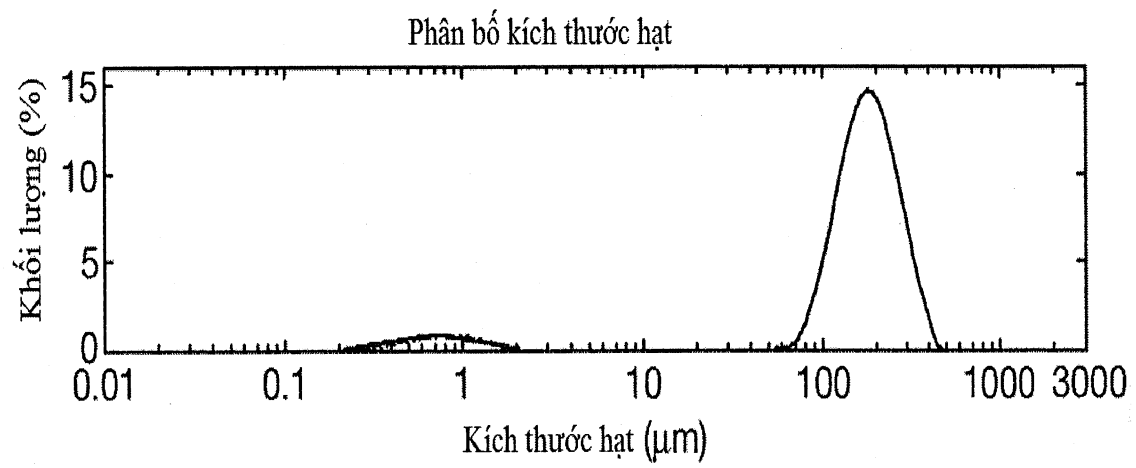
15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó chế phẩm được thêm vào ngăn phân phối của máy giặt.



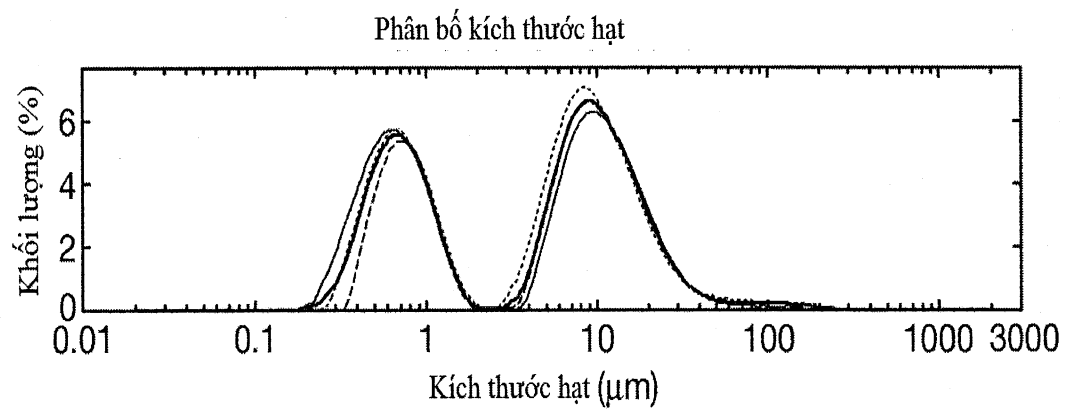
Hình 1



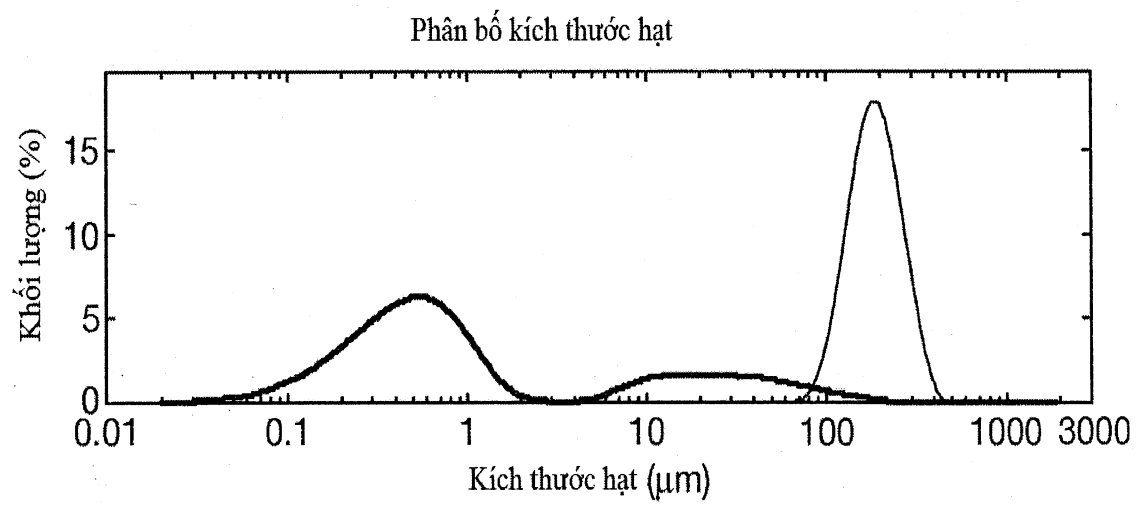
Hình 2



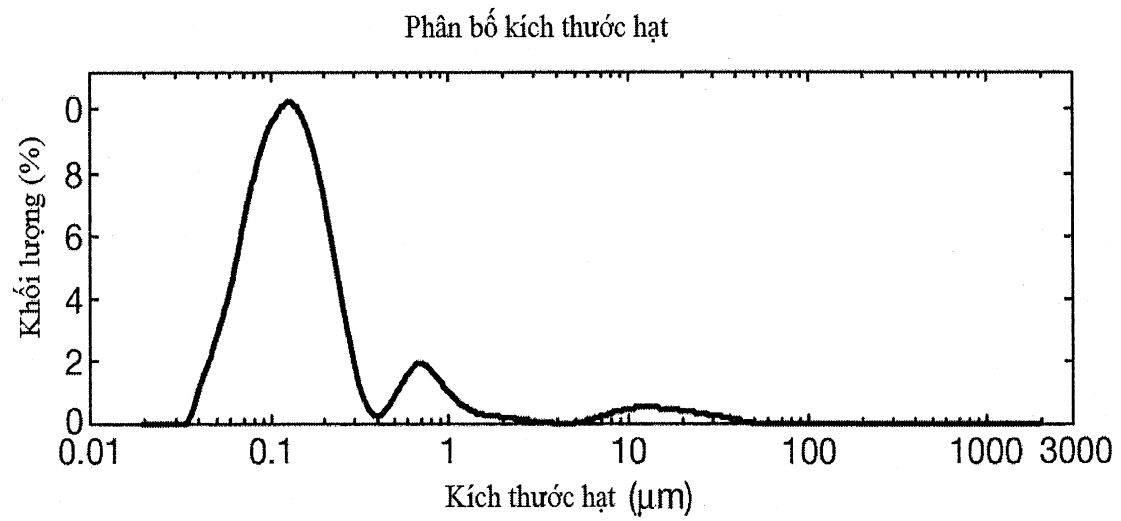
Hình 3



Hình 4



Hình 5



Hình 6