



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104582824 B

(45)授权公告日 2017.03.22

(21)申请号 201380043293.5

W·A·M·布洛克斯 L·佩伦斯

(22)申请日 2013.08.14

(74)专利代理机构 中科专利商标代理有限责任
公司 11021

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104582824 A

代理人 王旭

(43)申请公布日 2015.04.29

(51)Int.Cl.

(30)优先权数据

12180567.5 2012.08.15 EP

B01F 17/00(2006.01)

C11D 3/20(2006.01)

C11D 17/00(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.02.13

C11D 1/29(2006.01)

C11D 1/22(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2013/054839 2013.08.14

(56)对比文件

CN 1816320 A,2006.08.09,

CN 1297643 C,2007.01.31,

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/028559 EN 2014.02.20

WO 2004022682 A1,2004.03.18,

WO 2011031940 A1,2011.03.17,

(73)专利权人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州

审查员 杨鹏远

(72)发明人 N·德 梅利尔

权利要求书1页 说明书7页

(54)发明名称

用于制备结晶结构剂的方法

(57)摘要

本发明公开了一种水包油乳液,所述水包油乳液包含熔融氢化蓖麻油的小滴、以及阴离子表面活性剂,所述小滴具有介于0.1 μm和4 μm之间的平均直径;并且其中在所述乳液处于介于85°C和95°C之间的温度下时测量平均直径。

1. 一种水包油乳液,所述水包油乳液包含:
 - 熔融氢化蓖麻油的小滴,所述小滴具有介于 $0.1\mu\text{m}$ 和 $4\mu\text{m}$ 之间的平均直径;和
 - 阴离子表面活性剂;并且其中在所述乳液处于介于 85°C 和 95°C 之间的温度下时测量平均直径。
2. 根据权利要求1所述的水包油乳液,其中所述平均直径介于 $0.5\mu\text{m}$ 和 $4\mu\text{m}$ 之间。
3. 根据权利要求1所述的水包油乳液,其中所述平均直径介于 $1\mu\text{m}$ 和 $3.5\mu\text{m}$ 之间。
4. 根据权利要求1所述的水包油乳液,其中所述平均直径介于 $2\mu\text{m}$ 和 $3.5\mu\text{m}$ 之间。
5. 根据权利要求1所述的水包油乳液,其中所述平均直径介于 $2.5\mu\text{m}$ 和 $3\mu\text{m}$ 之间。
6. 根据权利要求1至5中任一项所述的水包油乳液,其中所述阴离子表面活性剂为去污表面活性剂。
7. 根据权利要求1至5中任一项所述的水包油乳液,其中所述阴离子表面活性剂选自烷基苯磺酸盐、烷基乙氧基化硫酸盐以及它们的混合物。
8. 一种用于制备结晶结构剂的方法,其中所述方法包括以下步骤:
 - a) 制备根据前述权利要求中任一项所述的包含氢化蓖麻油的水包油乳液;
 - b) 将所述乳液冷却以形成包含氢化蓖麻油的结晶结构剂。
9. 根据权利要求8所述的方法,其中所述方法是连续的。
10. 根据权利要求8或9所述的方法,其中所述水包油乳液通过将包含熔融氢化蓖麻油的第一液体料流以及包含水和阴离子表面活性剂的第二液体料流在介于 70°C 和 150°C 之间的温度下传送到混合装置中来制备。
11. 根据权利要求10所述的方法,其中所述温度介于 75°C 和 120°C 之间。
12. 根据权利要求10所述的方法,其中在所述料流传送到所述混合装置中时,氢化蓖麻油与水的比率为1:100至1:10。
13. 根据权利要求8或9所述的方法,其中在步骤b)中,使所述乳液通过换热器装置。
14. 根据权利要求13所述的方法,其中所述换热器装置选自包含以下各项的组:板框式换热器和壳管式换热器。
15. 根据权利要求13所述的方法,其中使所述乳液通过至少两个串联的换热器装置。
16. 根据权利要求8至15中任一项所述的方法制备的结晶结构剂用作用于液体清洁组合物的结构剂的用途。

用于制备结晶结构剂的方法

[0001] 本发明涉及用于在液体清洁组合物中使用的包含氢化蓖麻油的结晶结构剂。

背景技术

[0002] 结晶结构剂通常在液体清洁组合物中用作稳定剂和增稠剂,或换句话讲,用作结构化试剂。此类体系描述于EP1328616A1中。当添加到液体组合物诸如液体清洁组合物中时,这些结构化试剂提供化学网络,该化学网络减小组成组分聚结和/或相分离的趋势。因此,结构化试剂为液体组合物提供期望的粘度和改善的架藏稳定性。

[0003] 通常,结晶结构剂来源于氢化蓖麻油。制备结晶结构剂的方法包括以下步骤:在升高的温度下制备氢化蓖麻油的水包油乳液,随后将其冷却以产生最终的结晶结构剂。然后以实现液体清洁组合物的期望粘度所需的量将这种最终的结晶结构剂添加到液体清洁组合物中。

[0004] 然而,需要添加到液体清洁组合物的相同样品中以便实现样品之间的一致粘度的结晶结构剂的量存在着相当大的可变性。即使在将来自结晶结构剂的单个样品的等分试样添加到液体清洁组合物的单个样品的等分试样中(即,结构剂的等分试样是相同的,并且液体清洁组合物的等分试样是相同的)时,此类变化都是明显的。

[0005] 此类可变性意味着需要不断地对制造过程进行再调节和修正。这是不方便的、耗时的并且昂贵的。

[0006] 因此,在本领域中存在对这样一种结晶结构剂的需要,该结晶结构剂在需要添加到液体清洁组合物中以实现期望的流变特征的量上表现出减小的可变性。在本领域中还存在对于一种制备此类结晶结构剂的便利方法的需要。

[0007] 令人惊奇地发现,本发明的水包油乳液和方法实现了此目的。

发明内容

[0008] 本发明的第一方面是一种水包油乳液,所述水包油乳液包含:

[0009] -熔融氢化蓖麻油的小滴,所述小滴具有介于 $0.1\mu\text{m}$ 和 $4\mu\text{m}$ 之间的平均直径;和

[0010] -阴离子表面活性剂;

[0011] 并且其中在所述乳液处于介于 85°C 和 95°C 之间的温度下时测量平均直径。

[0012] 本发明的第二方面是一种用于制备用于在液体清洁组合物中使用的结晶结构剂的方法,其中所述方法包括以下步骤:

[0013] a) 制备根据第一方面的包含氢化蓖麻油乳液的水包油乳液;

[0014] b) 将所述乳液冷却以形成用于在液体清洁组合物中使用的结晶结构剂。

具体实施方式

[0015] 本发明的第一方面是一种包含熔融氢化蓖麻油的小滴的水包油乳液,所述小滴具有介于 $0.1\mu\text{m}$ 和 $4\mu\text{m}$ 之间的平均直径,并且其中在所述乳液处于介于 85°C 和 95°C 之间的温度下时测量平均直径。所述乳液还包含阴离子表面活性剂。

[0016] 通过水包油乳液,我们在本文指的是两种或更多种不混溶液体的混合物。在本发明中,乳液通过在含水介质中的熔融氢化蓖麻油的小滴来表征。水包油乳液还可包含少量的结晶蓖麻油。

[0017] 当在介于85°C和95°C之间、或甚至介于87.5°C和92.5°C之间、或甚至在90°C的温度下测量乳液时,小滴可具有介于0.1 μm 和4 μm 之间、或甚至介于0.5 μm 和4 μm 之间、或甚至介于1 μm 和3.5 μm 之间、或甚至介于2 μm 和3.5 μm 之间、或甚至介于2.5 μm 和3 μm 之间的平均直径。下文描述了一种用于在介于85°C和95°C之间的温度下测量平均直径的方法。

[0018] 令人惊奇地发现,水包油氢化蓖麻油乳液的这种特定的平均直径小滴尺寸导致为实现期望流变特性需要添加的最终结晶结构剂的量的可变性降低。不受理论的约束,所产生的结晶结构剂包含一定范围的晶体形状和尺寸。据信,晶体形状和尺寸的可变性影响结晶结构剂的流变特性赋予能力。在冷却步骤期间,熔融的氢化蓖麻蜡结晶。该过程涉及首先形成晶体表面,之后将单体从油滴输送通过水相并且输送到晶体表面上。据信,根据本发明的油滴由于它们的小尺寸而具有较高的溶解度。因此,它们提供对将单体从油滴输送到水相(由于它们更易溶解于所述水相中)中并随后输送至晶体表面的降低的抗性,从而得到所产生的晶体尺寸和形状的较窄分布。令人惊奇地,具有较大平均直径的小滴导致在不同样品之间结晶结构剂中存在的最终晶体类型和尺寸分布的可变性更大。作为纯假设性示例,为了在液体清洁组合合物中实现期望的粘度,可能需要添加5g在一天生产的结晶结构剂,但是可能需要添加10g在第二天制造的结晶结构剂来实现相同的期望粘度,即使所有的制造条件和组成成分以及浓度保持相同。

[0019] 所产生的结晶结构剂中存在的晶体形状和尺寸的可变性的降低导致不同批次的结晶结构剂之间的一致性更大。所产生的晶体的类型和尺寸还受冷却速率和温度的影响。无论所产生的形状和尺寸如何,当乳液具有介于0.1 μm 和4 μm 之间的平均直径时,令人惊奇地发现,在不同样品之间结晶结构剂中存在的不同形状和尺寸存在降低的可变性。这导致在不同时间生产的需要添加至液体清洁组合合物中以实现期望粘度的结晶结构剂的量的一致性增加。

[0020] 平均直径是液体中小滴尺寸的常用、熟知的量度。它得到总小滴群体的平均小滴尺寸。可使用本领域中任何合适的测量手段来测量平均直径。可使用光学显微镜法和/或图像分析来测量平均直径。在一个实施例中,使用光学显微镜法测量平均直径。在另一个实施例中,使用图像分析测量平均直径。在0.25 μm 或更低的小滴尺寸下,使用光散射技术,诸如静态或动态光散射技术。本领域技术人员将知道如何使用标准实验室设备计算平均直径。

[0021] 本领域技术人员将知道如何使用可商购获得的设备在介于85°C和95°C之间的温度下测量平均直径。使用可从Formulation,France商购获得的Turbiscan LABexpert测量本发明的样品的平均直径。将Turbiscan的测量单元平衡至至少60°C,以抑制样品的冷却。然后将样品放置在测量单元中,接着使用可从Formulation,France商购获得的“Turbiscan实验室专家软件(Turbiscan lab expert software)”计算平均直径。将下列参数输入Turbiscan仪器中; n_p (颗粒折射率)=1,477; n_f (流体折射率)=1,368;分散相体积=4%。Turbiscan仪器使用Multiple Light Scattering (MLS) 并且测量光子输送平均自由路径(photon transport mean free path),该光子输送平均自由路径与直径/体积分数的比率正相关。(Bru.P,Brunel L.,Buron H,Cayré I.,Ducarre X.,Fraux A.,Mengual O.,

Meunier G., de Sainte Marie A., (2004) Particle size and rapid stability analyses of concentrated dispersions: Use of multiple light scattering, ACS Symposium series 881 ed T. Provder and J. Texter, 45-60.)

[0022] 蓖麻油为三甘油酯植物油, 主要包含蓖麻酸, 但是也包含油酸和亚油酸。在氢化时, 它变成蓖麻蜡, 另外已知为氢化蓖麻油。氢化蓖麻油可包含按蓖麻油的重量计至少85%的蓖麻酸。优选地, 氢化蓖麻油包含三-12-羟基硬脂酸甘油酯 (CAS 139-44-6)。在一个优选的实施例中, 氢化蓖麻油包含按氢化蓖麻油的重量计至少85%、更优选地至少95%的三-12-羟基硬脂酸甘油酯。然而, 氢化蓖麻油组合物还可包含其它饱和或不饱和的直链或支化的酯。在一个优选的实施例中, 本发明的氢化蓖麻油具有在45°C至95°C范围内的熔点。本领域技术人员将知道如何制备具有在那个范围内的熔点的氢化蓖麻油组合物。另外根据本发明, 氢化蓖麻油可具有低的残余不饱和度, 并且将不被乙氧基化, 因为乙氧基化将熔点温度降低至不期望的程度。通过低残余不饱和度, 我们在本文指的是20或更少、优选地10或更少、更优选地3或更少的碘值。本领域技术人员将知道如何使用已知的技术测量碘值。

[0023] 本发明的乳液包含表面活性剂。表面活性剂在一种情况下充当乳化剂。优选地, 表面活性剂为洗涤剂表面活性剂, 即, 在坚硬表面或织物上提供去污效果表面活性剂。例如, 洗涤剂表面活性剂可提供从表面和/或织物去除油脂污渍或泥土/粘土污渍的效果。表面活性剂可选自包含以下各项的组: 阴离子、非离子、阳离子和两性离子表面活性剂。尽管可使用任何表面活性剂, 但是在一个优选的实施例中, 表面活性剂是阴离子表面活性剂。令人惊奇地发现, 如果在乳液中使用阴离子表面活性剂, 那么与使用非离子、阳离子或两性离子表面活性剂时相比, 需要较少的最终结晶结构剂添加到液体清洁组合物中, 以实现期望的粘度。

[0024] 在一个优选的实施例中, 表面活性剂是阴离子洗涤剂表面活性剂。优选地, 阴离子表面活性剂选自烷基苯磺酸盐、烷基乙氧基化硫酸盐以及它们的混合物。

[0025] 合适的阴离子去污表面活性剂包括硫酸盐和磺酸盐去污表面活性剂。

[0026] 优选的磺酸盐去污表面活性剂包括烷基苯磺酸盐, 优选地C₁₀₋₁₃烷基苯磺酸盐。合适的烷基苯磺酸盐 (LAS) 优选地通过可商购获得的直链烷基苯 (LAB) 的磺化获得; 合适的LAB包括低级2-苯基LAB, 诸如以商品名 Isochem[®] 由Sasol供应的那些, 或以商品名 Petrelab[®] 由Petresa供应的那些, 其它合适的LAB包括高级2-苯基LAB, 诸如以商品名 Hyblene[®] 由Sasol供应的那些。合适的阴离子去污表面活性剂是烷基苯磺酸盐, 其通过DETAL催化方法获得, 然而其它合成途径诸如HF也是合适的。

[0027] 优选的硫酸盐去污表面活性剂包括烷基硫酸盐, 优选地C₈₋₁₈烷基硫酸盐, 或主要地为C₁₂烷基硫酸盐。

[0028] 另一种优选的硫酸盐去污表面活性剂为烷基烷氧基化硫酸盐, 优选地烷基乙氧基化硫酸盐, 优选地C₈₋₁₈烷基烷氧基化硫酸盐, 优选地C₈₋₁₈烷基乙氧基化硫酸盐, 优选地烷基烷氧基化硫酸盐, 其具有0.5至20, 优选地0.5至10的平均烷氧基化度, 优选地烷基烷氧基化硫酸盐为C₈₋₁₈烷基乙氧基化硫酸盐, 其具有0.5至10, 优选地0.5至7, 更优选地0.5至5, 并且最优选地0.5至3的平均乙氧基化度。

[0029] 所述烷基硫酸盐、烷基烷氧基化硫酸盐和烷基苯磺酸盐可为直链或支化的, 取代的或未取代的。

[0030] 根据本发明的包含氢化蓖麻油的结晶结构剂在液体清洁组合物中用作结构剂。此类液体清洁组合物可包括织物护理组合物,诸如衣物洗涤剂、预处理洗涤剂以及家庭护理组合物。液体组合物可为用于织物或坚硬表面的洗涤剂组合物。液体组合物可为液体、凝胶或糊剂的形式。液体组合物还可为包封在水溶性或水不溶性的膜中的单位剂量形式。

[0031] 本发明还涵盖一种用于制备结晶结构剂的方法。

[0032] 该方法包括首先制备包含熔融氢化蓖麻油的小滴和阴离子表面活性剂的水包油乳液的步骤,小滴具有介于0.1和4 μm 之间、或甚至介于1 μm 和3.5 μm 之间、或甚至介于2 μm 和3.5 μm 之间、或甚至介于2.5 μm 和3 μm 之间的平均直径;并且其中在乳液处于介于85和95 $^{\circ}\text{C}$ 之间或甚至介于87.5 $^{\circ}\text{C}$ 和92.5 $^{\circ}\text{C}$ 之间、或甚至在90 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下时测量平均直径,之后进行的是将乳液冷却以制备结晶结构剂的第二步骤。

[0033] 在示例性方法中,通过制备包含熔融氢化蓖麻油的第一液体以及包含水和表面活性剂的第二液体并使它们通过混合装置来制备本发明的水包油乳液。

[0034] 优选地,第一液体处于70 $^{\circ}\text{C}$ 或更高、更优选地介于70 $^{\circ}\text{C}$ 和150 $^{\circ}\text{C}$ 之间、最优选地介于75 $^{\circ}\text{C}$ 和120 $^{\circ}\text{C}$ 之间的温度下。此温度范围是最佳的,以确保氢化蓖麻油是熔融的并且因此有效地制备水包油乳液。然而,过高的温度导致氢化蓖麻油的变色并且可造成氢化蓖麻油沸腾,这最终导致氢化蓖麻油的分解。

[0035] 优选地,第二液体组合物包含按第二组合物的重量计介于50%和99%之间、更优选地介于60%和95%之间、最优选地介于70%和90%之间的水。第二液体组合物还包含表面活性剂。在一个优选的实施例中,至少1重量%的第二组合物、优选地1-49重量%的第二组合物包含表面活性剂。表面活性剂可选自包含以下各项的组:阴离子、阳离子、非离子、两性离子表面活性剂、或它们的混合物。优选地,表面活性剂是阴离子表面活性剂、更优选地烷基苯磺酸盐、最优选地直链烷基苯磺酸盐。应当理解,表面活性剂以一定浓度存在于第二液体组合物中,使得所产生的乳液是主要存在于水连续相,而非主要存在于表面活性剂连续相中的油滴。尤其是在其中将结晶结构剂添加至衣物洗涤剂组合物中的情况下,结晶结构剂中高水平的表面活性剂是不可取的,因为它们可沉淀并沉积到织物上。这在织物上形成可见残余,这对于消费者来说是不期望的。

[0036] 第二组合物可包含中和剂。通过“中和剂”,我们在本文指的是用于中和酸性溶液的物质。优选地,中和剂选自包含以下各项的组:氢氧化钠、 C_1 - C_5 乙醇胺、或它们的混合物。优选的中和剂为 C_1 - C_5 乙醇胺,更优选地为单乙醇胺。

[0037] 第二组合物可包含防腐剂。优选地,防腐剂为抗微生物剂。第二液体可包含选自可从Thor Chemicals,Cheshire,UK商购获得的“Acticide”系列抗微生物剂的抗微生物剂。优选地,抗微生物剂为可从Thor Chemicals,Cheshire,UK商购获得的Acticide MBS。

[0038] 氢化蓖麻油与水的比率可为1:100至1:10。换句话讲,在两种液体料流进入本发明的混合装置时,氢化蓖麻油与水的比率可为1:100至1:10。

[0039] 本发明的水包油乳液可使用任何合适的混合装置来制备。混合装置使用机械能来在线混合液体。合适的混合装置可包括静态和动态搅拌器。动态搅拌器装置的例子为匀化器、转子-定子或高剪切搅拌器。混合装置可为串联或并联布置以便提供必要的能量耗散速率的多个混合装置。

[0040] 在一个实施例中,可通过使第一和第二液体通过微通道混合装置来制备水包油乳

液。优选地，微通道混合装置选自包含以下各项的组：分流和再合并混合装置或交错交叉缝式搅拌器。在一个优选的实施例中，微通道混合装置为分流和再合并混合装置。微通道混合装置是一类静态搅拌器。

[0041] 优选地，混合装置具有介于0.1和10,000kW/kg之间的能量耗散速率，以形成水包油乳液。本领域技术人员将知道如何测量能量耗散速率。简而言之，在包括静态乳化装置的连续方法中，通过测量乳化装置上方的压降并且将该值乘以流速，接着除以装置的有效体积来计算能量耗散速率。在其中通过外部电源进行乳化诸如间歇式槽或高剪切搅拌器的情况下，通过以下式1计算能量耗散 (Kowalski, A. J., 2009., Power consumption of in-line rotor-stator devices. Chem. Eng. Proc. 48, 581.)；

[0042] $P_f = P_T + P_F + P_L$ 式1

[0043] 其中 P_T 为针对液体使转子旋转所需的功率， P_F 为液体的流动所需的另外的功率并且 P_L 为例如来自轴承、振动、噪声等的功率损失。

[0044] 优选地，将第一液体和第二液体在介于70°C和150°C之间、优选地介于75°C和120°C之间的温度下传送到混合装置中。此温度范围是最佳的，以确保氢化蓖麻油是熔融的并且因此有效地制备水包油乳液。然而，过高的温度导致氢化蓖麻油的变色并且可造成氢化蓖麻油沸腾，这最终导致氢化蓖麻油的分解。在一个优选的实施例中，将第一液体料流和第二液体料流在介于82°C和99°C之间的温度下传送到混合装置中。这是最佳的，以确保氢化蓖麻油的熔融，而不导致其沸腾。优选地，当第一液体料流和第二液体料流通过混合装置时，将它们保持在介于82°C和99°C之间的温度下。

[0045] 不受理论的约束，据信，使用本发明的方法制备的本发明的水包油乳液增大随后步骤中的晶体生长的效率。

[0046] 在第二步中，将水包油乳液冷却以形成结晶结构剂。优选地，在75°C或更小、更优选地45°C或更小、最优选地35°C或更小的温度下收集结晶结构剂。可使水包油乳液冷却以形成结晶结构剂(作为水相中的分散体)。接着可将这种结晶结构剂或含水分散体添加到液体清洁组合物中。另选地，当在介于82°C和99°C之间的温度下离开混合装置时，水包油乳液可被直接添加到液体清洁组合物中。在该实施例中，在水包油乳液冷却时，在液体清洁组合物自身中发生结晶过程。

[0047] 可通过任选地使水包油乳液通过换热器装置来使其冷却。优选地，换热器装置选自包含以下各项的组：板框式换热器和壳管式换热器。

[0048] 任选地，可使水包油乳液通过多于一个换热器装置。在这种情况下，第二和后续换热器装置将相对于第一换热器串联布置。换热器装置的此类布置可为优选的，以控制水包油乳液的冷却特征。不同的冷却特征导致产生不同的晶体尺寸和形状。

[0049] 该方法可为连续方法。通过连续，减少了运转之间的停机时间，从而得到成本更有效并且时间更有效的方法。

[0050] 通过“间歇式方法”，我们在本文指的是其中该方法经过离散和不同的步骤的情况。在不同的转化阶段完成时，中断产物通过设备的流动，即，材料的不连续流动。

[0051] 通过“连续方法”，我们在本文指的是材料连续流动通过设备。

[0052] 不受理论的约束，据信，相比于间歇式方法，连续方法的使用提供对水包油乳液中小滴尺寸的改善的控制，并且因此提供具有介于0.1 μ m和4 μ m之间的平均直径的小滴的更有

效生产。由于在间歇式槽中混合的液体内发生的混合程度的固有可变性,水包油乳液的间歇式生产通常导致所产生的小滴尺寸的较大变化。根据例如混合浆叶在间歇式槽内的放置,将导致较慢移动液体区(并且因此导致较少混合,从而导致较大的小滴)和较快移动液体区(并且因此导致更多混合以及较小的小滴)。因此,这导致小滴尺寸的大可变性。本领域技术人员将知道如何选择适当的混合装置以启用连续方法。此外,连续方法将允许将水包油乳液更快地转移至冷却步骤。如果需要控制冷却特征,那么连续方法将允许可在间歇式槽中在转移至冷却步骤之前发生的过早冷却减少。

[0053] 实例

[0054] 对包含使用传统的间歇式方法制备的氢化蓖麻油和使用本发明的方法制备的相同产物的结晶蜡酯的可变性进行比较。

[0055] 制备三批独立的7吨结晶蜡酯,所述结晶蜡酯包含使用传统的间歇式方法制备的氢化蓖麻油。所有批次均在相同单元在同一天制备并且均使用相同的氢化蓖麻油生产。取出在第一批和第二批中制备的乳液的样品并且使用之前所述的方法测量小滴的平均直径尺寸。第一样品的平均直径为 $8.5\mu\text{m}$,并且第二样品的平均直径为 $10.5\mu\text{m}$ 。为了测定三批的可变性,用900g基料预混物(16.7w/w%HLAS 3.34w/w%单乙醇胺和79.96w/w%水)稀释100g样品,并且使用Anton Paar MCR 302流变仪(Anton Paar GmbH-AUSTRIA)上的平行板夹具测量样品/基料混合物中每个的流变学响应。板的半径为40mm。所用的间隙分隔为0.750mm。通过Peltier板系统提供温度控制,该Peltier板系统精确到 0.1°C 内,并且将温度保持在 20°C 。在所有实验中,将流体仔细装载在两个板之间,以避免气泡,并且除去过量的流体以确保平滑的圆柱体界面。在装载样品并将上部板下降至指定间隙后,使样品以1Hz的频率和1mNm的振幅振荡120s,以在指定温度下平衡。在第二步中,使样品经受以160位对数计 0.1 至 30s^{-1} 的剪切速率。每个剪切步骤保持1.875s。在下表中,报道了在 20.22s^{-1} 的剪切下的表观粘度。因此,使用结晶结构剂来使基料预混物增稠。

[0056] 使用Ehrfeld微分流和再合并反应器在根据本发明的连续方法中制备包含氢化蓖麻油的结晶蜡酯。冷却步骤在 50°C 的温度下进行,停留时间为403s,所用的换热器装置具有1.7mm的通道直径。收集两个乳液样品;第一样品具有 $2.8\mu\text{m}$ 的小滴平均直径尺寸,并且第二样品具有 $2.7\mu\text{m}$ 的小滴平均直径尺寸。在不同的时间取出两个最终产品样品。如上文详述用900g基料预混物稀释100g样品,用Anton paar MCR在 20.22s^{-1} 的剪切速率下再次测定粘度。

[0057] 在两种生产方法中,流体和第二液体以相同方式制备、在相同温度下传送到混合装置中并且在相同温度下传送到冷却步骤中。

[0058] 结果示于表1中。

[0059] 表1

[0060]

| | 样品1粘度 | 样品2粘度 | 样品3粘度 | 变异系数 |
|---------|--------|--------|--------|-------|
| [0061] | (mPas) | (mPas) | (mPas) | |
| 传统间歇式方法 | 1374 | 1350 | 1129 | 10.52 |
| 本发明的方法 | 945.4 | 944.5 | 936 | 0.55 |

[0062] 变异系数是标准偏差除以平均值。如从表1可以看出,当将100g的不同结晶结构剂

稀释于900g的基料预混物中并且测量混合物的粘度时,存在10.52的变异系数。然而,当使用本发明的方法用由根据本发明的乳液制备的样品重复该测试时,存在仅为0.55的变异系数。因此,在使用本发明的方法制备的结晶结构剂的样品之间存在较小的可变性,并且因此使用相同量的在不同时间制备的结构剂实现的粘度存在更大的一致性。

[0063] 本文所公开的量纲和值不应被理解为严格限于所引用的精确值。相反,除非另外指明,每个这样的量纲旨在表示所引用的值以及该值附近的函数等效范围。例如,公开为“40mm”的量纲旨在表示“约40mm”。