

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 99805169.1

[43] 公开日 2001 年 5 月 30 日

[11] 公开号 CN 1297370A

[22] 申请日 1999.2.2 [21] 申请号 99805169.1

[30] 优先权

[32] 1998.2.18 [33] US [31] 60/075,033

[86] 国际申请 PCT/IB99/00183 1999.2.2

[87] 国际公布 WO99/42206 英 1999.8.26

[85] 进入国家阶段日期 2000.10.18

[71] 申请人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 D·帕赖 W·A·M·布雷克斯

小 D·J·怀特

M·A·斯莫兹纳克

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

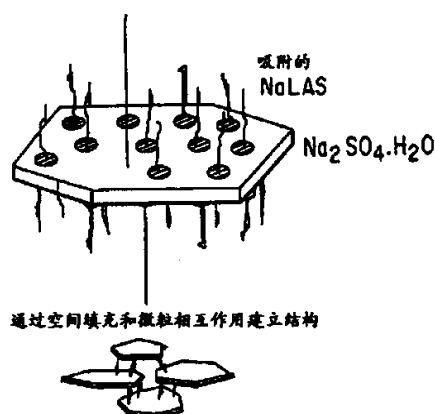
代理人 马崇德 周慧敏

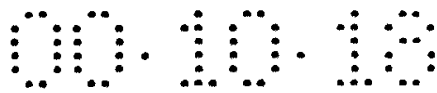
权利要求书 2 页 说明书 13 页 附图页数 4 页

[54] 发明名称 用于结构化非水液体组合物的表面活性剂

[57] 摘要

本发明公开了能够结构化非水液体组合物的表面活性剂体系,其中表面活性剂体系含有至少约 5% 的结构化微粒。表面活性剂体系优选还含有选自阴离子、非离子、阳离子、两性表面活性剂和它们的混合物的表面活性剂。非水液体,例如非离子表面活性剂和按重量计至少约 25% 的表面活性剂体系的充分分散的混合物导致混合物在  $20 \text{ 秒}^{-1}$  和  $25^\circ\text{C}$  测量时具有至少约 2.0Pa 的屈服值。此外,表面活性剂体系应显示用 SAXS x-射线衍射测量的峰,其中峰中心在  $2\theta$  轴上约 1.5—2.5 $\nu$  之间。结构化微粒是硫酸盐和直链烷基苯磺酸盐的最优选结构化微粒。此外还提供了制备结构化微粒的方法。





## 权 利 要 求 书

1. 能够结构化非水液体组合物的表面活性剂体系，其中表面活性剂体系含有至少 5%，优选至少 6%，更优选至少 10%基本上不溶解于非水液体中的结构化微粒。

5        2. 权利要求 1 的表面活性剂体系，其特征还在于选自阴离子、非离子、阳离子、两性表面活性剂和它们的混合物的表面活性剂。

3. 权利要求 1 的表面活性剂体系，其中按重量计至少 25%，优选至少 30% 表面活性剂体系和平均乙氧基化程度为 5 的  $C_{12-13}$  醇乙氧基化物的充分分散的混合物导致混合物在  $20 \text{ 秒}^{-1}$  和  $25^\circ\text{C}$  测量时具有  
10 至少 2.0Pa，优选至少 3.0Pa，更优选至少 4.0Pa 的屈服值。

4. 权利要求 3 的表面活性剂体系，其中混合物能够悬浮微粒尺寸为 0.1-1500 微米的微粒物质，其选自颜料、过氧漂白剂、漂白活化剂、色粒、有机洗涤剂助洗剂、无机碱性源和它们的混合物。

5. 权利要求 1 的表面活性剂体系，其中结构化微粒含有硫酸盐和  
15  $C_{6-20}$  直链烷基苯磺酸盐。

6. 权利要求 1 的表面活性剂体系，其中表面活性剂体系显示用 SAXS x-射线衍射测量的峰，其中峰中心在  $2\theta$  轴上 1.5-2.5 之间，优选在 1.6-2.2 之间，更优选在 1.7-2.0 位置之间。

7. 由包括如下步骤的方法制备的结构化微粒：

20        a) 制备表面活性剂浆状物，其特征在于重量比为 2:1-1:4 的碱金属表面活性剂和水溶液；

      b) 混合浆状物和碱金属硫酸盐，金属表面活性剂与金属硫酸盐的重量比为 4:1-1:2；

      c) 搅拌浆状物和金属硫酸盐，直至得到充分分散的混合物；

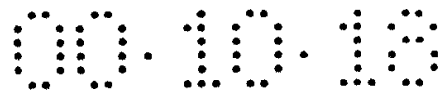
25        d) 使充分分散的混合物在不搅拌下静置至少 2 小时；和

      e) 干燥充分分散的混合物。

8. 权利要求 14 的结构化微粒，其中碱金属表面活性剂包括  $C_{6-20}$  直链烷基苯磺酸钠和碱金属硫酸盐包括硫酸钠。

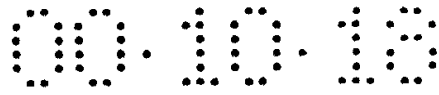
9. 权利要求 14 的结构化微粒，其中表面活性剂浆状物中碱金属  
30 表面活性剂与水溶液的比率为 1:1-1:3。

10. 权利要求 14 的结构化微粒，其中碱金属表面活性剂与碱金属



硫酸盐的比率为 3:1 - 1:1.

11. 一种结构化微粒, 其中按重量计至少 1% 结构化微粒和平均乙氧基化程度为 5 的  $C_{12-13}$  醇乙氧基化物的充分分散的混合物, 导致混合物在  $20 \text{ 秒}^{-1}$  和  $25^\circ\text{C}$  测量时具有至少 2.0Pa 的屈服值。



# 说明书

## 用于结构化非水液体组合物的表面活性剂

### 技术领域

5 本发明涉及结构化微粒领域。更具体地说，本发明涉及含有足够浓度的能够结构化非水液体的表面活性剂的表面活性剂体系。

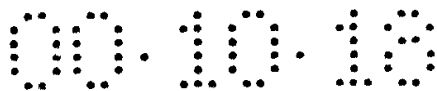
### 发明背景

结构化液体，例如凝胶和某些非牛顿流体，具有许多应用，并备受消费者喜爱。例如，许多油漆作为就地结构化的液体提供，即当油漆混合时在容器中形成结构。油漆通常被结构化以便在液体油漆载体中均匀地悬浮细的固体颜料微粒。但正如大多数油漆产品的消费者已知的那样，通常当油漆被购买时，颜料微粒沉降在容器的底部。这种情况在装在桶中的油漆在运输和处理时由于正常的冲撞油漆的结构被破坏而发生。一旦结构被破坏，它不能重新形成，油漆必须在每次使用  
10 使用前摇晃或搅拌以重新悬浮颜料微粒。需要摇晃或搅拌通常是麻烦的过程，这是油漆的致命缺陷。

用于液体组合物的最常用的结构剂是粘土化合物。尽管粘土对于某些液体环境提供良好的就地结构化，但粘土结构化的体系自身是不稳定的。用粘土和其它常规结构剂结构化的液体依赖于微粒力的微妙  
15 平衡，当微粒力受到扰乱时导致结构被破坏。更具体地说，两种微粒通常由于自然力，例如范德华力而连接，但如果太接近。两种微粒由于微粒之间的自然排斥力通常将彼此排斥。同样，熵造成破坏弱结构化的体系。因此，结构化的液体是脆性的，结构容易被破坏。

常规表面活性剂也已用于结构化液体。但表面活性剂由于它们依赖于表面活性剂分子的弱秩序，因而本身的结构是弱的。更具体地说，表面活性剂分子已知彼此排列，其中首基附聚形成胶束或反向胶束，它们分别可作为结构化体。不幸的是，与粘土结构化的液体的情况一样，结构依赖于相对弱的分子间吸引力，而不是实际的物理或化学键。用常规表面活性剂结构化的液体通常是不稳定的。  
25

此外，液体中的结构由于加入不利地影响微粒间力的化学物质而破坏。例如，用粘土、表面活性剂或聚合物结构化的液体对液体的电  
30



解质组分敏感。不幸的是，电解质对于用于许多液体组合物，例如重垢液体洗衣洗涤剂是合乎需要的，它使得这些液体的结构化尤其困难。结构化重垢液体洗涤剂组合物的不稳定问题通常通过保持对这些洗涤剂配方的非常严格的控制和通过使用较少量的某些决定性能的化学物质解决。换句话说，通常牺牲性能特性和经济性以获得所需的液体美观。

这些和其它问题通过本发明的结构化微粒解决。与上述结构液体有关的问题发生在非水溶液，例如油基油漆以及含水体系。然而，本发明主要涉及结构化非水液体。

为解决有效液体结构剂的问题和缺点，人们不断需要新的能够产生相对稳定的结构化液体的组合物。此外，人们需要一种液体结构剂，它对所结构化的液体的化学组分是相对不太敏感的，并允许正常的物理搅拌。

### 发明概述

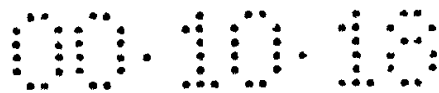
本发明提供了能够结构化非水液体组合物的表面活性剂体系，其中表面活性剂体系按结构化微粒重量计占至少约 5%。表面活性剂体系优选还含有选自阴离子、非离子、阳离子、两性表面活性剂和它们的混合物的表面活性剂。

在本发明的一个优选实施方案中，提供了按重量计至少约 25% 的表面活性剂体系和平均乙氧基化程度为 5 的  $C_{12-13}$  醇乙氧基化物的充分分散的混合物，它导致在  $20 \text{ 秒}^{-1}$  和  $25^\circ\text{C}$  测量时具有至少约 2.0 Pa 屈服值的混合物。

在本发明的另一优选实施方案中，表面活性剂体系和结构化微粒当通过 SAXS x-射线衍射测定时显示峰，峰的中心位于  $2\theta$  轴上约 1.5-2.5 位置之间。

结构化微粒优选不溶解于非水液体，例如丁氧基丙氧基丙醇、环己烷、非离子表面活性剂和它们的混合物中，另外，结构化微粒优选溶解于含水液体中。

在本发明的另一优选实施方案中，结构化微粒是含有硫酸盐和表面活性剂的微粒，所述表面活性剂含有磺酸盐首基，结构化微粒更优选含有硫酸盐和  $C_{6-20}$  直链烷基苯磺酸盐。



在本发明的另一方面，提供了一种制备结构化微粒的方法。该方法包括如下步骤：

a) 制备表面活性剂浆状物，它含有碱金属表面活性剂，优选直链烷基苯磺酸钠，和水溶液，其优选是水，比率为约 2:1 - 约 1:4，优

5 选约 1:1 - 约 1:3;

b) 混合浆状物和碱金属硫酸盐，优选硫酸钠，金属表面活性剂与金属硫酸盐的比率为约 4:1 - 约 1:2，优选约 3:1 - 约 1:1;

c) 搅拌浆状物和金属硫酸盐，直至得到充分分散的混合物;

d) 使充分分散的混合物在不搅拌下静置至少约 2 小时，优选至少

10 约 6 小时，最优选至少约 12 小时; 和

e) 优选在转鼓式干燥器中干燥充分分散的混合物。

出乎意料的是，已确定本发明的表面活性剂体系和结构化微粒可在许多会破坏常规液体结构的许多化学组分存在下结构化非水溶液。结构化各种不同非水溶液的能力使得本发明的表面活性剂体系和结构化微粒可用于许多商业液体组合物，例如将颗粒悬浮在液体环境中。油漆产品、农业产品和液体洗衣组合物是本发明结构剂的商业应用中的几种。在油漆领域，通过使用本发明的表面活性剂体系和结构化微粒获得了辅助效果。由于结构剂还可以是表面活性剂，油漆由于油漆/表面活性剂混合物的自然表面活性更容易地从刷子和滚筒上除去。

除了结构化非水液体的能力之外，本发明的表面活性剂体系和结构化微粒还显示了杰出的和出乎意料的在水溶液中的溶解性。例如，与本发明的含有常规直链烷基苯磺酸盐和至少约 5% 硫酸盐和直链烷基苯磺酸盐的结构化微粒，即至少约 5% 的结构化微粒的表面活性剂体系相比，常规直链烷基苯磺酸盐以明显缓慢的速率和较少的程度溶解于水中。

### 附图简述

尽管说明书推断出详细定义本发明的权利要求书，但我们相信参考如下的详细描述和参考附图将更好地理解本发明，在附图中：

30 图 1 是表示本发明的结构化微粒的一种可能的结构的示意图;

图 2 是对于常规的和本发明的表面活性剂体系，和非水液体的某



些混合物的屈服值的曲线；

图 3 是对于常规表面活性剂和某些本发明的结构化微粒的 x-射线衍射图形的曲线图；和

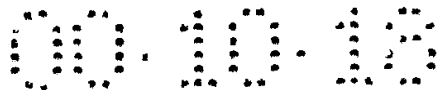
图 4 是对于两种混合物，常规表面活性剂和非水液体以及本发明的结构化微粒和非水液体的 x-射线衍射图形的曲线图。

### 发明的详细说明

本发明提供了一种能够结构化非水液体组合物的表面活性剂体系，其中表面活性剂体系含有至少约 5%，优选至少约 6%，更优选至少约 8%，最优选至少约 10%基本上不溶解于非水液体的结构化微粒。结构化微粒优选含有选自阴离子、非离子、阳离子、两性表面活性剂和它们的混合物的表面活性剂。表面活性剂体系优选还含有选自阴离子、非离子、阳离子、两性表面活性剂和它们的混合物的表面活性剂。

用于本文的术语“结构化微粒”是指任何不溶解于，并能够结构化非水液体的微粒状物质。即当本发明的“结构化微粒”与非水液体混合时，混合物应具有如下定义的屈服值和/或显示某些如下定义的 x-射线衍射图形。“基本上不溶解于非水液体”是指少于约 10%，优选少于约 5%，和最优选少于约 2%的本发明的结构化微粒溶解于非水液体，例如丁氧基丙氧基丙醇、环己烷、非离子表面活性剂和它们的混合物中。用于本文的术语“非水”是指任何液体或溶液，其含有少于约 5%的水，优选少于约 2%的水，和最优选少于约 1%的水，所有的百分数是按重量计。用于本文的“充分分散”是指在混合物中没有可由肉眼观察到的表面活性剂或其它物质的附聚作用。本文中所有报导的浓度是按重量计，除非另有说明。

尽管不打算限制于任何理论，但我们相信当某些表面活性剂在某些条件下在其它化学物质，例如硫酸盐存在下加工时，在硫酸盐薄片或结晶上形成含有有序或吸附排列的表面活性剂分子的“微粒”。图 1 描绘了这种在硫酸钠结晶周围的直链烷基苯磺酸钠的有序排列。我们相信直链烷基苯磺酸盐的磺酸盐首基如图 1 中所示被硫酸盐结晶吸引。本发明的结构化微粒的同步加速器研究与图 1 中所示的模型一致。



当硫酸盐结晶基本上被如图 1 所示的磺酸盐首基“包覆”时，生成的“微粒”变得基本上不溶解于非水液体中。由于微粒的组成，并可能由于它们的形状，本发明的微粒在非水液体中形成如图 1 中所示的杰出结构。通过本发明的结构化微粒在非水液体中形成的结构呈现未溶解的微粒的空间稳定性。即，结构主要依赖于机械力而不是分子或微粒之间的弱微粒间电荷或氢键力。因此，用本发明的结构微粒结构的液体对溶液化学中的变化是尤其有弹性的。

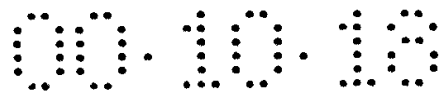
本发明的结构化微粒的微粒排列的附加效果是它们与可比较的表面活性剂相比更彻底和更迅速溶解在水溶液中。尽管本发明主要涉及结构化非水液体，本发明的结构化微粒的杰出和未预期的溶解性质的附加效果也具有许多商业应用。

许多表面活性剂将形成本发明的结构化微粒，但尤其优选的用于本文的表面活性剂是带有磺酸盐首基的物质。如上所述和如图 1 中示意所示，本发明的结构化微粒可通过将表面活性剂首基键合于晶体上形成。磺酸盐基团对硫酸盐结晶具有亲合力，得到出乎意料的本发明的稳定结构化微粒。

优选本发明的表面活性剂体系的非结构化表面活性剂溶解于被结构化的非水液体。已确定，如果含有表面活性剂和本发明的结构化微粒的本发明的表面活性剂体系加入非水液体中和表面活性剂不溶解于非水液体中，通常不发生优选的高剪切稀化结构化。我们相信未溶解的表面活性剂抑制结构化微粒的结构化性质或表面活性剂简单地抑制结构化微粒分散在非水液体中。不管机理如何，通常优选本发明的表面活性剂体系中的表面活性剂溶解于结构化的非水液体中。同样，本发明的结构化微粒应不溶解于结构化的非水液体基质中。

尽管本发明用具体实施例和组合物描述，但本发明并不意味着受此限制。整个说明书中的直链烷基苯磺酸盐用作举例性的表面活性剂，硫酸盐和 C<sub>6-20</sub> 直链烷基苯磺酸盐的结构化微粒是本文的优选结构化微粒。但本发明的范围将包括所有在如下讨论的屈服值测量范围和 x-射线衍射图形中的结构化微粒。同样，通过本文描述的方法制备的所有结构化微粒包括在本发明的范围内。

### 屈服测量



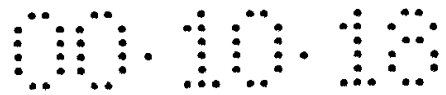
用本发明的结构化微粒结构化的液体通常是剪切稀化的非牛顿流体。剪切稀化的非牛顿流体的特征在于它比未结构化的牛顿流体，例如水具有较高的屈服值。例如，静止时是结构化凝胶，但倾倒时象稀释的水状液体的液体通常是剪切稀化的非牛顿流体。倾倒结构化凝胶所需的力通常通过简单地倾斜装有结构化凝胶物质的瓶子提供，其中重力作用于瓶中的流体，提供足够的力以克服流体的屈服。如下讨论，屈服值是由静止位置移动液体所需的力，或停止流体移动所需的力的度量。

表征本发明的结构化微粒结构化液体的能力的一种方法是通过使用屈服测量。屈服定义为几何学停止移动时的剪切应力值(Pa)，即移动样品所需的最低应力。获得含有本发明的结构化微粒的液体混合物的屈服测量结果，与具有较少或没有结构化微粒的液体混合物相同测量相比较。图 2 表示一种该比较测量的结果。得到图 2 中的数据曲线的测试的组合物和测试条件在如下实施例 I 中给出。

总之，图 2 显示一条峰屈服值约 5-6Pa 的铃形曲线。在附图 2 中测试的所有组合物是如实施例 I 中定义的溶解在丁氧基丙氧基丙醇和非离子表面活性剂中的直链烷基苯磺酸盐。在每个样品中的结构化直链烷基苯磺酸盐的数量基于表面活性剂加工时直链烷基苯磺酸盐与硫酸钠的比率变化。重要的是应注意，商业提供的直链烷基苯磺酸盐以直链烷基苯磺酸盐与硫酸钠的高比率操作，产生具有低屈服值的直链烷基苯磺酸盐，即低于附图 2 的约 1Pa。

对本发明而言，当按重量计至少约 25%，优选约 27%，最优选约 30% 的本发明的表面活性剂体系与非水液体，例如丁氧基丙氧基丙醇、环己烷、非离子表面活性剂和它们的混合物混合时，得到的混合物在  $20 \text{ 秒}^{-1}$  和  $25^\circ\text{C}$  测量时具有至少约 2.0Pa，优选至少约 3.0Pa，最优选至少约 4.0Pa 的屈服值。如上定义的混合物最优选含有本发明的表面活性剂体系和平均乙氧基化程度为 5 的  $\text{C}_{12-13}$  醇乙氧基化物。

当按重量计至少约 1%，优选至少约 3.0%，最优选约 5.0% 的本发明的结构化微粒与非水液体，例如丁氧基丙氧基丙醇、环己烷、非离子表面活性剂和它们的混合物混合时，得到的混合物在  $20 \text{ 秒}^{-1}$  和  $25^\circ\text{C}$  测量时具有至少约 2.0Pa，优选至少约 3.0Pa，最优选至少约



4. 0Pa 的屈服值。如上定义的混合物最优选含有本发明的结构化微粒和平均乙氧基化程度为 5 的  $C_{12-13}$  醇乙氧基化物。

非水液体和如上定义的表面活性剂体系或结构化微粒的混合物应能够以约 0.1 - 1500 微米的尺寸范围悬浮微粒物质。尽管各种微粒  
5 预期可用在本发明的结构化液体中，优选的微粒选自颜料、过氧漂白剂、漂白活化剂、色粒、有机洗涤剂助洗剂、无机碱性源和它们的混合物。

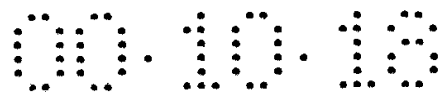
### X-射线衍射

鉴定本发明的结构化微粒的另一种方法是使用 x-射线衍射。X-  
10 射线衍射技术是本领域技术人员已知的，该技术是用于表征液体和固体结构的常用方法。一种举例的 SAXS x-射线测量方法的详细描述在如下实施例 II 中说明。

本发明的表面活性剂体系和结构化微粒在当由 SAXS x-射线衍射测定时显示一种峰，其中峰中心在  $2\theta$  轴上约 1.5-2.5 的位置。峰应是  
15 存在的，不管在 SAXS x-射线衍射分析之前是否表面活性剂体系或结构化微粒是干燥分析或是否它们与非水液体，优选丁氧基丙氧基丙醇混合无关。表面活性剂体系或结构化微粒与非水液体的混合物应含有至少按重量计约 50% 的表面活性剂体系或结构化微粒。

SAXS 测量对如下物质进行：本发明的表面活性剂体系和结构化微  
20 粒的干燥薄片；常规表面活性剂体系的干燥薄片；含有常规直链烷基苯磺酸盐的非水液体的混合物；和含有本发明的结构化微粒的非水液体的混合物。图 3 和 4 是举例说明这些测量方法的数据的曲线，其中图 3 表示干燥薄片的 x-射线图形，图 4 显示液体混合物测量的图形。本发明的结构化微粒由峰证实，其中峰中心在  $2\theta$  轴上约 1.5-2.5 的位  
25 置，参见图 3 中较低的四条线，还参见图 4 中的最上方的线。图 3 中的最上方的线和图 4 中下方的线表示含有较少或没有结构化微粒的常规直链烷基苯磺酸盐。应注意的是在图 3 的  $2\theta$  轴上约 2.75 位置的峰，它在上方的线中是明显存在的，而对于下方的三条线基本上不存在。在约 2.75 不存在峰是本发明的组合物具有与常规表面活性剂体系相  
30 比明显不同的物理结构的另一象征。

图 4 说明本发明的结构化微粒基本上不溶解于非水溶液中。图 4



5 的较低的线表示常规直链烷基苯磺酸盐、丁氧基丙氧基丙醇和非离子表面活性剂的混合物的光谱。图 4 的较上方的线表示根据本发明的权利要求加工的直链烷基苯磺酸盐的混合物的光谱，即它含有结构化微粒和丁氧基丙氧基丙醇和非离子表面活性剂。图 4 的较上方的线具有在 2θ 轴上约 2 位置的明显的峰，表示存在本发明的未溶解的结构化微粒。图 4 的较低的线没有峰，它表示在混合物中没有结构化微粒，并且所有的直链烷基苯磺酸盐溶解在非水液体混合物中。

10 使用 SAXS x-射线衍射，本发明的结构化微粒显示一个峰，其中峰中心在 2θ 轴上约 1.5-2.5 位置之间，优选在 2θ 轴上约 1.6-2.2 位置之间，最优选在 2θ 轴上约 1.7-2.0 位置之间。本领域的技术人员已知“峰”具有标准定义，它取决于 x-射线仪器的噪音水平。峰的强度并不表示结构化微粒的浓度。然而，在表面活性剂体系中按重量计少于约 5% 的结构化微粒的浓度下，在 2θ 轴上约 1.5-2.5 位置之间的峰由于仪器灵敏度的限制很难识别。

15 重要的是应注意，尽管在 2θ 轴上约 1.5-2.5 位置之间的峰显示存在本发明的结构化微粒，但结构化微粒的数量必须用其它方法，例如离心测定。用于测定表面活性剂体系或结构化微粒和非水液体的混合物中结构化微粒的量的一种方法由如下实施例 III 中定义，其它方法是本领域技术人员已知的。

## 20 实施例

如下实施例用于举例说明本发明的某些方面，但实施例并不意味着以任何方式限制本发明的范围。在如下实施例中使用如下缩写：

“CLASS” = 硫酸盐和直链烷基苯磺酸盐的结构化微粒，一种结构化微粒

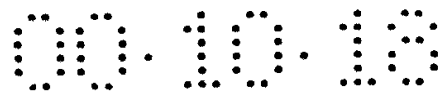
25 “LAS” = 直链烷基苯磺酸盐，未结构化

“BPP” = 丁氧基丙氧基丙醇

## 实施例 I

### 屈服值的测定

30 如下方法用于测定非水液体和含有结构化微粒的表面活性剂体系的混合物的屈服值。如下的表 1 显示根据本发明的权利要求制备的表面活性剂体系和常规表面活性剂的屈服和粘度测量结果。在表 1 的



第一栏中 NaLAS:Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 的比率相应于本发明方法的权利要求中的比率。

1. 含有 LAS 和 CLASS 的表面活性剂体系的干燥薄片以 26.7 wt% LAS/ CLASS 分散在非离子表面活性剂 (Neodol 1-5 或 Neodol 23-5) 中, 73.3 wt% 非离子表面活性剂。将混合物用 IKA 混合器混合直至所有的 LAS/CLASS 润湿(混合时间取决于批量大小等)
2. LAS/CLASS/非离子表面活性剂混合物被重力输入设置为 40um 的转子/定子胶体磨。
3. 在研磨的 LAS/CLASS/非离子表面活性剂混合物中加入 BPP 得到:按重量计 9% LAS/CLASS, 48.8% Neodol 1-5 和 42.2% BPP。
4. BPP/LAS/CLASS/非离子表面活性剂混合物以得到足够混合所需的最小速度搅拌约 15 分钟。
5. 混合物的流变学, 尤其是在@201/s 测量的屈服 (Pa) 和粘度 (cps), 这些数值用于确定结构程度。
6. 用于流变学测量的仪器和方法如下:  
仪器:CarrieMed CSL2 流变仪  
几何学:4cm 平行钢板  
间隙设置:500um-200um  
温度:25℃  
方法:预剪切: 125 1/s 恒定剪切速率, 2 分钟。  
下降曲线:连续倾斜, 控制应力@50Pa 在 3 分钟倾斜时间内下降到 0.1Pa.

表 1

NaLAS*:Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	屈服 (Pa)	粘度 (cps)
75:25	5.0	775
50:50	2.5	385
85:15	0.7	306
90:10	0.1	96
100:0	0.1	26

\*NaLAS=加工之前的 LAS



## 实施例 II

### SAXS 测量

SAXS 测量用 Rigaku 型 Kratky 照相机使用无限缝隙几何学进行。镍过滤的  $\text{CuK}\alpha$  辐射用在 40kV 和 100mA 操作的 Rigaku 旋转阳极装置 (12kW) 产生。用线性位置敏感正比检测器 (Braun OED-SOM) 收集散射图形。通过使用定向胶原样品的第六次顺序获得校准以确定相对于通道数原始束的位置。一旦获得, 如用通道数所观察的那样, 所有其它峰位置可相关联于散射角或  $s$ -值。例如, 胶原的峰位置第六次顺序峰是  $276.2(x_2)$ , 而原始束的峰位置是  $138.6(x_1)$ 。胶原的第六次顺序峰的相应  $s$ -值是  $0.009375\text{\AA}^{-1}(y_2)$ , 原始束的相应  $s$  值是  $0\text{\AA}^{-1}(y_1)$ 。为计算  $s$  值, 使用如下公式:

$$(y_2 - y_1) * (x - x_1) = (x_2 - x_1) * (y - y_1)$$

$$y = ((y_2 - y_1) * (x - x_1) / (x_2 - x_1)) + y_1.$$

## 实施例 III

### 结构化微粒数量的测定

如下是测定在表面活性剂体系中结构化微粒的数量的一种方法或在含有结构化微粒和非水液体的混合物中结构化微粒的数量。

制备如下 BPP/LAS/CLASS/非离子表面活性剂混合物:

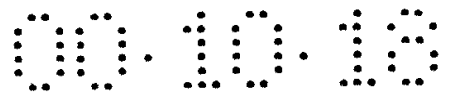
9% 含有未特别指出的 CLASS 微粒数量的 LAS

42.2% BPP

48.8% 非离子表面活性剂 (Neodol 1-5 或 Neodol 23-5)

本领域的技术人员将理解 9% LAS 含有非表面活性剂物质, 其包括制备过程的残余副产物和未反应的最初成分。这些非表面活性剂物质在如下描述的分析方法中计量。此外, 为确保所有溶解的物质溶于液体, 非水混合物中, 优选所测试的 LAS 数量低于约 10%。在浓度明显大于 10% 时, 液体混合物变得饱和, 某些溶解的物质会离心出来, 产生不溶解物质的数量的飞涨读数。再一次, 该潜在的问题通过保持试验样品低于按混合物重量计约 10% 避免。

在 LAS 分散在非水混合物中后, 部分混合物用 Beckman 型 J2-21



离心机在 12000rpm 离心 3 小时。由离心管中分离上清液，用常规表面活性剂滴定方法测定上清液中存在的 LAS 数量。与离心的样品相同，未离心的样品同样用常规的表面活性剂滴定方法分析 LAS 的数量。在未离心样品中的 LAS 数量与离心样品的上清液中的 LAS 数量的差值等于按重量计在原始离心样品中的不溶解物质，或 CLASS 微粒的数量。按重量计 CLASS 的数量除以通过滴定未离心样品测定的离心样品中 LAS 的总重量得到在表面活性剂体系中 CLASS 的重量百分数。

#### 实施例 IV

##### LAS 粉末的制备

10 本发明的结构化微粒和表面活性剂体系的一个优选用途是用在非水、重垢液体洗衣洗涤剂组合物中。含有用于非水液体洗涤剂组合物的结构化微粒的一种该表面活性剂体系的实例在如下给出。更具体地说，将 C<sub>12</sub> 直链烷基苯磺酸钠 (NaLAS) 加工成含有两相的粉末。这些相之一溶解于本文的非水液体洗涤剂组合物中，另一相是不溶解的。不溶解的馏分是结构化微粒，它增加本文组合物的非水相的结构和微粒悬浮能力。

本发明的表面活性剂体系通过将 NaLAS (Pilot Chemical Co., Calsoft L-50) 置于水中形成淤浆 (约 40-50% 活性组分)，并混合溶解的硫酸钠 (约 3-15% 活性组分) 和水溶助长剂，磺基琥珀酸钠 (约 1-3%) 制备。水溶助长剂和硫酸盐用于改善干粉的特性。转鼓式干燥器用于干燥淤浆成薄片。当 NaLAS 与硫酸钠一起干燥时，在薄片产生两个不同的相。不溶解的相产生聚集体小微粒 (0.4-2um) 的网状结构，它使得最终的非水洗涤剂组合物悬浮固体。

25 根据该实施例制备的表面活性剂体系具有如下示于表 IV, A 的组成。

表 IV, A  
表面活性剂体系

组分	wt %
NaLAS*	75 %
硫酸盐	25 %
% 不溶解的 LAS	20 %
#相 (经 X-射线衍射)	2

\*可包括残余数量的水、硫酸盐和其它污染物

使用本发明的表面活性剂体系的非水液体洗涤剂组合物表示如下。

5

表 IV, B  
含有漂白剂的非水液体洗涤剂组合物

组分	wt %
常规 LAS	12 - 15
表 IV, A 的表面活性剂体系	1 - 4
C <sub>12-13</sub> EO = 5 的醇乙氧基化物	22
BPP	19
柠檬酸钠二水合物	3
漂白活化剂	5.9
碳酸钠	9
马来酸 - 丙烯酸共聚物	3
色粒 (悬浮的微粒)	0.4
乙二胺二琥珀酸	1
纤维素酶小球	0.1
淀粉酶小球	0.4
乙氧基化二胺季铵化物	1.3
过硼酸钠	15
选择性组分, 包括: 增白剂、着色剂、香料、 增稠剂、抑泡剂、色粒等	平衡量
	100 %

得到的表 IV, B 组合物是稳定的非水重垢液体洗衣洗涤剂, 它提供杰出的去污渍和去污垢性能。

说明书附图

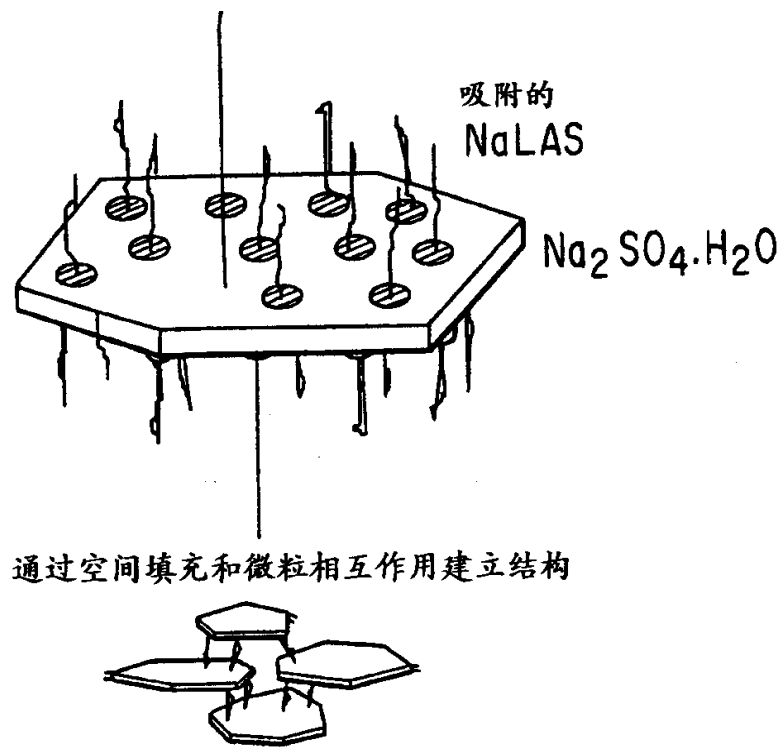


图 1

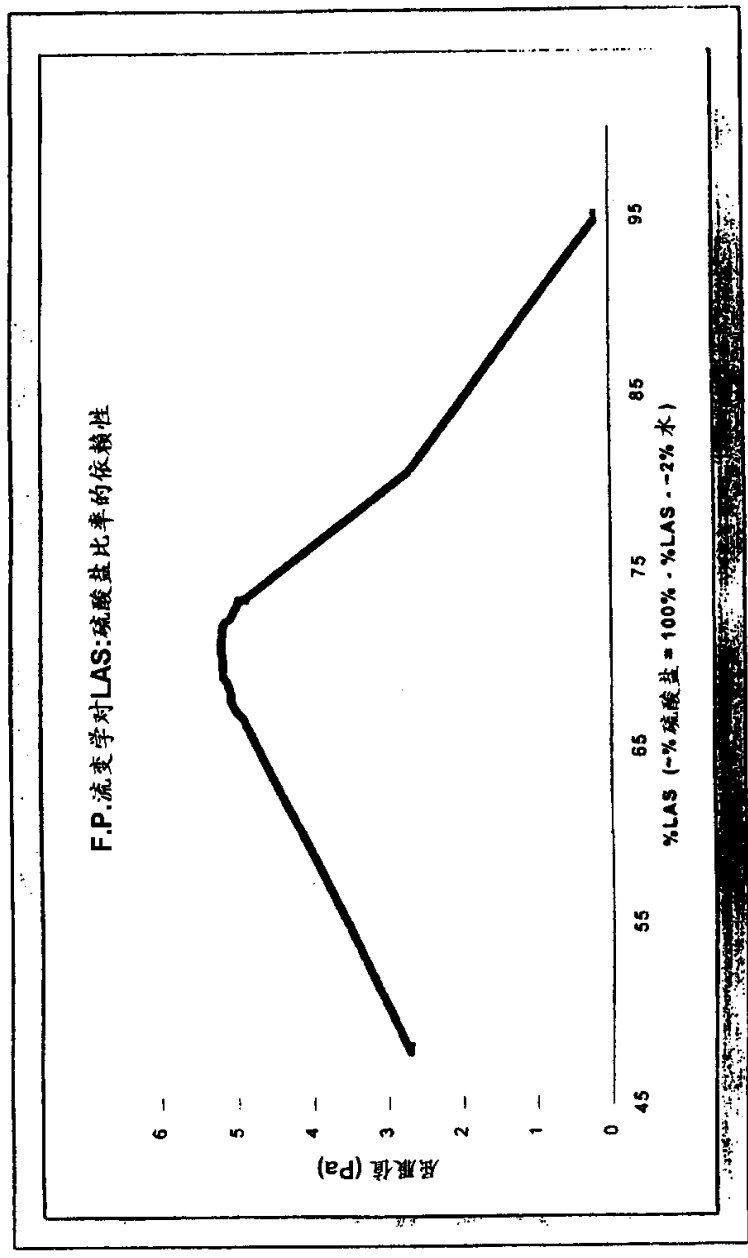


图 2

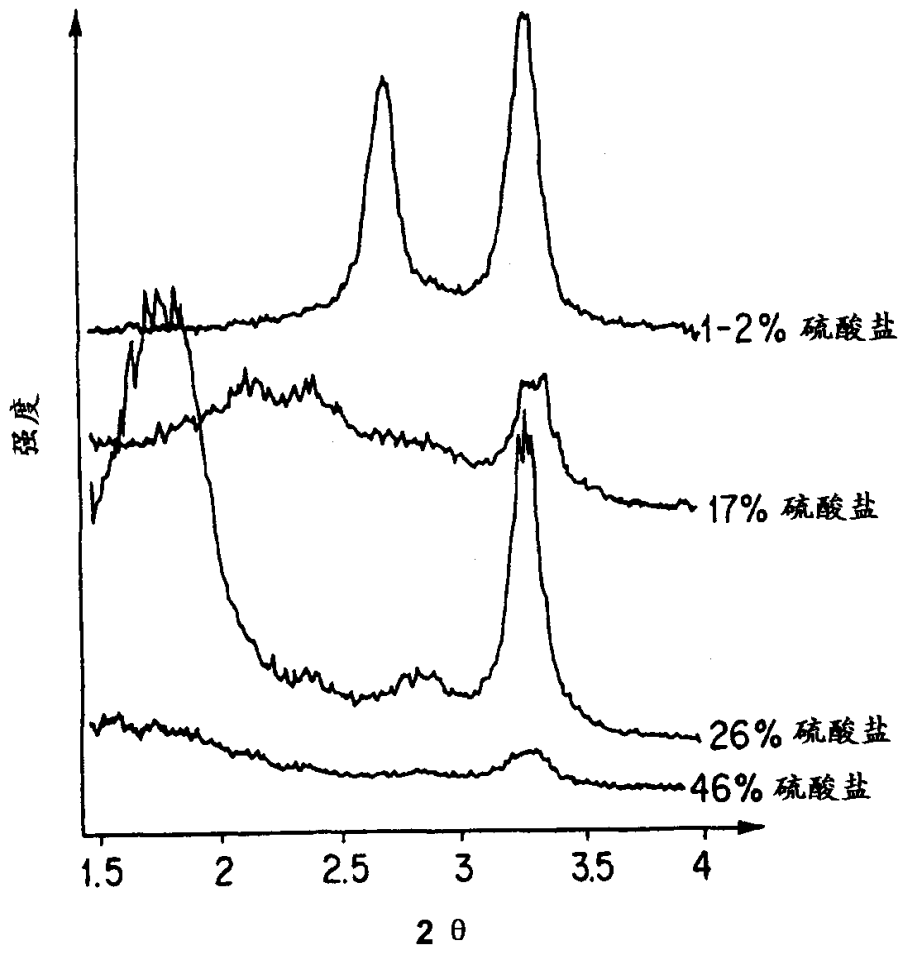
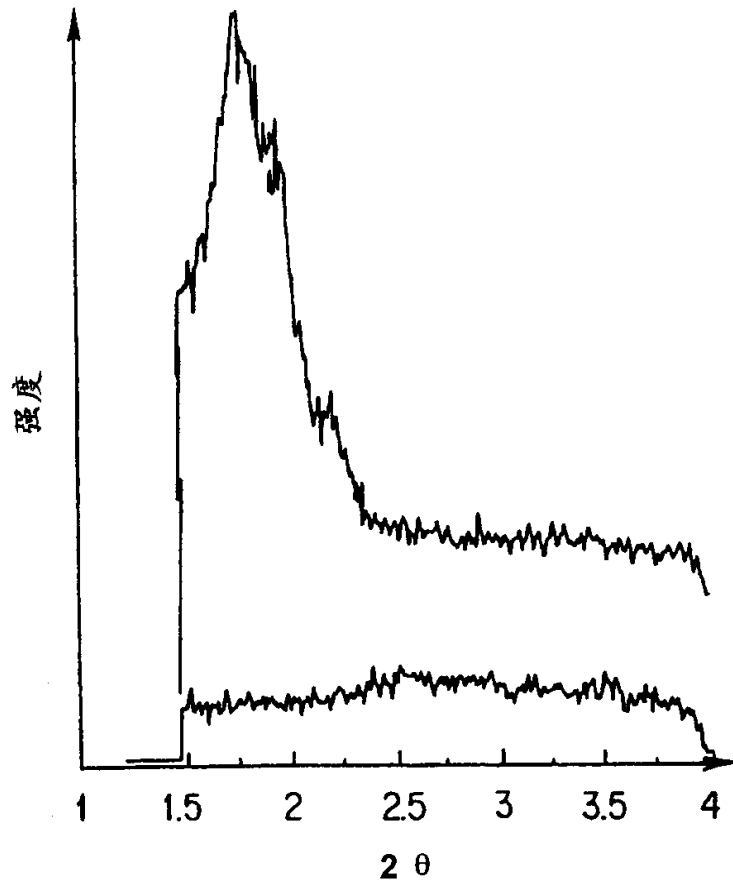


图 3



不同液体基料的两维SAXS图形

图 4