ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
---

(19)

المملكة المغربية

المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية
---

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication :
MA 34102 B1

(43) Date de publication :
05.03.2013

(51) Cl. internationale :
C11D 1/62; C11D 3/00; C11D 3/20; C07C 213/06; C07C 213/08; C07C 219/06; C07C 219/08

---

(21) N° Dépôt :
35269

(22) Date de Dépôt :
27.09.2012

(30) Données de Priorité :
01.04.2010 US 61/319,950

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/EP2011/054107 18.03.2011

(71) Demandeur(s) :
EVONIK DEGUSSA GMBH, RELLINGHAUSER STRABE 1-11 45128 ESSEN (DE)

(72) Inventeur(s) :
KÖHLE, Hans-Jürgen ; KOTTKE, Ulrike ; JAKOB, Harald ; HILDEBRAND, Jens

(74) Mandataire :
SABA & CO

---

(54) Titre : **COMPOSITION ACTIVE D'ADOUCISSANT POUR ÉTOFFE**

(57) Abrégé : L'invention concerne une composition active d'adoucissant pour étoffe, comprenant au moins 50 % en poids d'un ester d'acide gras de méthylsulfate de bis-(2-hydroxypropyl)-diméthylammonium dont le rapport molaire des résidus acide gras aux résidus amine est compris entre 1,5 et 1,99, dans lequel la longueur moyenne de chaîne des résidus acide gras est de 16 à 18 atomes de carbone et l'indice d'iode des résidus acide gras, calculé pour les acides gras libres est de 0,5 à 50, et de 0,5 à 5 % en poids d'acide gras, la composition permettant d'obtenir de bonnes performances d'adoucissement et une bonne stabilité en stockage dans une dispersion aqueuse et pouvant être manipulée et traitée à l'état liquide sans addition d'un solvant inflammable.

الملخص

التركيب النشط المنعم النسيجي , متضمن 50 % بالوزن علي الاقل من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات ذات النسبة المولارية لجزيئيات الحمض الدهني بالنسبة الي جزيئيات الامين من 1.5 الي 1.99 , و متوسط طول سلسلة لجزيئيات الحمض الدهني من 16 – 18 ذرة كربون و قيمة ايودين لجزيئيات الحمض الدهني و المحسوبة لحمض الدهني الحر من 0.5 الي 50 , و من 0.5 الي 5 % بالوزن من الحمض الدهني يزود كفاءة نعومة عالية و الثبات الجيد عند التخزين في التوزيع المائي و يمكن ان تعامل و تعالج في الحالة المائية بدون اضافة المذيب سريع الاشتعال .

(QURANTE PAGES)

EVONIK DEGUSSA GMBH
P. P. SABA & CO., Casablanca

MA 34102B1

PV135269

05 MARS 2013

34102

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يختص الاختراع الحالي بالتركيبات النشطة المنعمة النسيجية ذات كفاءة التنعيم العالية و الثبات الجيد عند التخزين في الصيغ المائية aqueous formulations و التي يمكن ان تعالج الي الصيغ المائية بدون استخدام المذيبات المتطايرة volatile solvents.

املاح الامونيوم الرباعية Quaternary ammonium salts الحاملة لجزيئيات هيدروكربونية طويلة السلسلة الكارهة للماء وجد انه لها استخدام واسع كمنشطات منعمة نسيجية fabric softener actives . تم استبدال املاح الامونيوم الرباعية لالكانول امينات المعالجة بالاستر مع متسوط جزأين حمضين دهنين / جزيء , و المشار اليها عموما الي ربع الاستر ester quats بشكل كبير مبكرا مع مركبات الامونيوم رباعية الالكيل بسبب قدرة تحللها الحيوية .

للاستخدام في شطف منتجات المنعمة الحلقية , يكون لتركيب المنشط المنعم لطي يطابق متطلبات المتناقضة احيانا و العديدة :

- كفاءة تنعيم عالية عن طريق الملمس الناعم و قدرة اعادة ابتلال النسيج ,
- الثبات الجيد عند التخزين في التوزيع المائي مع تغير قليل في لزوجة التوزيع , و
- المعاملة و المعالجة المناسبة في الحالة السائلة .

يكون الاستر الرباعي التي وجدت استخدام فني واسع و التي وضعت اليوم معيار لكفاءة التنعيم عبارة عن ثنائي استرات حمض الدهني ميثيل ثلاثي ايثانول امونيوم ميثيل سلفات methyltriethanolammonium methylsulphate fatty acid diesters و ثنائي استرات الحمض الدهني كلوريد ثنائي ميثيل ثنائي ايثانول امونيوم . علي اية حال , لقد حصرت التوزيعات المائية لهذه المنشطات المنعمة النسيجية الثبات و التخزين الممتد لهذه التوزيعات المائية عند

درجات حرارة تتجاوز 40 درجة مئوية ستؤدي عادة الي الارتفاع الغير مقبول في لزوجة التوزيع او ترسب المنشط المنعم . علاوة علي ذلك , لا يمكن ان تعامل و تعالج المنشطات المنعمة النسيجية بالتوزيعات المائية بدون اضافة المذيب بسبب نقاط الاذابة العالية و لزوجات الاذابة و الثبات الحراري المحدد و التحلل المائي لمنشطات المنعمة النسيجية . لذلك , انها توزع و تعالج عادة مع محتوي 5 – 15 % بالوزن من الايثانول او الايزوبروبانول , التي تتطلب الاحتياطات الاضافية نتيجة التطاير و سرعة الاشتعال لمذيب .

تعلن براءة الاختراع الاوربية رقم 2ƒ0293955 و براءة الاختراع الاوربية رقم 2ƒ0302567 التوزيعات المنعمة النسيجية المائية ذات ثبات عالي عند التخزين و تغير ضئيل في اللزوجة اثناء التخزين و طريقة تحضير هذه التوزيعات . تحتوي هذه التركيبات علي ثنائي استر حمض دهني ملح ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي الكيل امونيوم كمنشط منعم نسيجي في شكل جزيئيات تحت ميكروميتر . علي اية حال , يتطلب تحضير هذه التوزيعات معالجة المنشط المنعم النسيجي المخلوط من 5 – 50 % بالوزن من كحول احادي الهيدريك محتوي من 1 – 4 ذرات كربون . في الامثلة , يستخدم ثنائي استر حمض بالميتيك كلوريد ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم كمنشط منعم نسيجي و ايزوبروبانول يستخدم كمذيب .

تعلن البراءة الألمانية DE رقم 3ج2430140 ثنائي استرات حمض دهني ملح ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي الكيل امونيوم لتزويد منشطات منعمة نسيجية سائلة . تعلن المثال رقم 2 تحضير ثنائي استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات بتفاعل ثنائي استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين لحمض الدهني ذو متوسط طول سلسلة 19 – 20 ذرة كربون و متضمن 90 % بالوزن من جزيئيات الحمض الدهني الغير مشبع مع كبريتات ثنائي ميثيل في نسبة مولارية 1 : 1.

تعلن براءة الاختراع الاوربية رقم 1018541أ1 تركيبات المنعمة النسيجية الشفافة متضمنة ربع الاستر و الفينول المعالج بالكوكسي او مذيب الكحول المحتوي من 3 – 6 ذرات كربون متفرعة . تعلن المثال رقم 6 التركيب المحتوي علي استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات ذو نسبة مولارية لجزيئيات الحمض الدهني الي جزيئيات الامين 1.8 مشتقة من الحمض الدهني ذات متوسط طول السلسلة 18 ذرة كربون و قيمة ايودين حوالي 150 . يعالج ربع الاستر مع اضافة 10 % بالوزن من الايزوبروبانول عندما صناعة التركيب كما هو معلن بالفقرة رقم 26 .

تعلن براءة الاختراع العالمية رقم 00/ 06678 ربع الاستر المعالج بالاستر بشكل غير مكتمل لالكانول امينات متفرعة السلسلة و التي تتطلب لكي يكون لها نقاط اذابة منخفضة و ثبات عالي لتحلل المائي و الاغراض علي متوسط مجموعة هيدروكسيل واحدة لالكانول امين الغير معالج بالاستر . يعلن المثّال رقم 50 استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي برّوبيل) – ميثيل امين ذو نسبة مولارية لجزيئيات الحمض الدهني الي جزيئيات الامين 1.26 المشتقة من الحمض الدهني ذو طول سلسلة 12 – 14 ذرة كربون .

تعلن البراءة الألمانية DE رقم 3608093أ1 التركيبات المنعمة النسيجية المائية المركزة متضمنة ربع الاستر مع مجموعتين اسيل , حمض دهني او ملح قلوي بمقدار 1 / 70 الي 1 / 3 من مقدار ربع الاستر و مزيج المذيب لماء , الجليسرول و المذيب العضوي الاضافي بالمقدار الكلي 1 / 6 الي ضعف مقدار ربع الاستر . تعلن المثال رقم 4 تركيب المحتوي علي 45 % بالوزن من ثنائي استر حمض اوليك ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات , 1 % بالوزن من ملح صوديوم حمض دهني لشحم الحيواني , 11.5 % بالوزن من الماء , 11.5 % بالوزن من الجليسرول , 17.5 % بالوزن من 2 – بروبانول , 6 % بالوزن من جليكول بروبيلين و 3 % بالوزن من جليكول ثنائي بروبيلين .

يكون لنشاطات ربع الاستر المعلنة في DE رقم 2430140ج3 , براءة الاختراع الاوربية رقم 1018541أ1 و براءة الاختراع العالمية رقم 00 / 06678 نقاط اذابة منخفضة , و لكن تزود كفاءة تنعيم غير كافية نتيجة درجة عالية من عدم التشبع لجزيئيات الحمض الدهني او المحتوي عالي من مكون ربع احادي الاستر . من الناحية الاخري , ربع الاستر المشابه المشتق من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع محتوي منخفض من ربع احادي الاستر و المصنوع من الاحماض الدهنية مع درجة منخفضة من عدم التشبع كتلك المعلنة في براءة الاختراع الاوربية رقم 302567أ2 كفاءة التنعيم المطلوبة , و لكن تعرض نقاط اذابة عالية و لزوجات اذابة و لذلك تتطلب اضافة المذيب لمعاملة و المعالجة .

لذلك , لا زال تحتاج هناك لمنشطات المنعمة النسيجية التي يمكن ان تعامل و تعالج بدون المذيب بدون ان تتضمن ثبات عند التخزين في التوزيع المائي مع تغير قليل في لزوجة التوزيع .

انه وجد بانه التركيبات النشطة المنعمة النسيجية المعتمدة بصفة اساسية علي استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات المصنوع من الاحماض الدهنية مع طول سلسلة محدد و درجة محددة من عدم التشبع و ذات نسبة مولارية خاصة لجزيئيات الحمض الدهني بالنسبة الي جزيئيات الامين و التي تتضمن مقدار محدد من الحمض الدهني الحر و تزود كفاءة تنعيم عالية و ثبات جيد عند التخزين في التوزيع المائي و بنفس الوقت يمكن ان تعامل و تعالج في الحالة السائلة بدون اضافة المذيب سريع الاشتعال .

الوصف العام للاختراع

لذلك يوجه الاختراع الحالي الي التركيب النشط المنعم النسيجي , متضمنة 50 % بالوزن علي الاقل من من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات ذات نسبة مولارية من جزيئيات الحمض الدهني بالنسبة الي جزيئيات الامين من 1.5 الي 1.99 , و متوسط طول سلسلة لجزيئيات الحمض الدهني من 16 – 18 ذرة كربون و

قيمة ايودين لجزيئيات الحمض الدهني و المحسوبة لحمض الدهني الحر من 0.5 الي 50 , و من 0.5 الي 5 % بالوزن من الحمض الدهني .

ايضا يوجه الاختراع الي طريقة صنع هذه التركيبات متضمنة خطوات تفاعل ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع الحمض الدهني ذو متوسط طول السلسلة من 16 – 18 ذرة كربون و قيمة ايودين من 0.5 – 50 في النسبة المولارية لحمض الدهني الي الامين من 1.51 الي 2.1 مع ازالة الماء حتي قيمة حموضة لمخلوط التفاعل تكون في مدي من 1 – 10 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم , و التفاعل ايضا مع كبريتات ثنائي ميثيل عند نسبة مولارية لكبريتات ثنائي الميثيل الي الامين من 0.90 – 0.97 و من الافضل من 0.92 – 0.95 حتي قيمة امين كلية لمخلوط التفاعل تكون في مدي من 1 – 8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم .

يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع 50 % بالوزن علي الاقل من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات . من الافضل ان يتضمن التركيب من 85 – 99 % بالوزن من الاستر سابق الذكر . بشكل مدهش يزود استخدام ملح ميثيل سلفات كل من نقطة الاذابة المنخفضة لتركيب و ثبات افضل لتحلل المائي لتوزيع المائي لتركيب مقارنة بملح الكلوريد كما هو مستخدم في براءة الاختراع الاوربية رقم 0293955أ2 و براءة الاختراع الاوربية رقم 0302567أ2 .

يكون استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات عبارة عن مخلوط من ثنائي استر واحد علي الاقل لصيغة (CH3)2N+(CH2CH(CH3)OC(=O)R)2 CH3OSO3- و احادي استر واحد علي الاقل لصيغة (CH3)2N+(CH2CH(CH3)OH)(CH2CH(CH3)OC(=O)R) CH3OSO3- حيث تكون R عبارة عن مجموعة هيدروكربونية لجزيء الحمض الدهني RCOO . يكون لاستر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات النسبة المولارية

لجزيئيات الحمض الدهني بالنسبة الي جزيئيات الامين من 1.5 الي 1.99 , و من الافضل من 1.85 الي 1.99 . يكون النسبة المولارية المحددة اساسية لانجاز بشكل متزامن كفاءة تنعيم عالية و نقطة اذابة منخفضة لتركيب . تزود النسبة المولارية في مدي من 1.85 – 1.99 كفاءة تنعيم عالية في غياب خافضات التوتر السطحي الانيونية او عند تركيزات منخفضة لخافضات التوتر السطحي هذه . لذلك تكون للتركيبات النشطة المنعمة النسيجية ذات النسبة المولارية هذه مفيدة لصنع منعمات دورة الشطف المراد لاستخدام في استخدام الغسيل الملابس الوسخة حيث تشطف الملابس الوسخة عدة مرات بعد الغسيل قبل ان تضاف منعم دورة الشطف . تزود النسبة المولارية في مدي من 1.5 الي اقل من 1.85 كفاءة تنعيم جيدة في وجود خافضات التوتر السطح الانيونية . لذلك تكون التركيبات النشطة المنعمة النسيجية ذات نسبة مولارية مفيدة لصنع منعمات دورة الشطف المقصودة لاستخدام في تطبيق غسيل الملابس الوسخة حيث تضاف منعم دورة الشطف لكي يشطف بشكل مباشر بعد الغسيل .

يشتق استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات من مخلوط الاحماض الدهنية لصيغة RCOOH , حيث تكون R عبارة عن مجموعة هيدروكربون . قد تتفرع المجموعة الهيدروكربونية او لا تتفرع و من الافضل ان تكون غير متفرعة.

يكون لجزيء حمض دهني متوسط طول سلسلة من 16 – 18 ذرة كربون و قيمة ايودين , و محسوبة لحمض الدهني الحر من 0.5 الي 50 . من الافضل ان يكون متوسط طول السلسلة من 16.5 – 17.8 ذرة كربون . من الافضل ان يكون لجزيء حمض دهني قيمة ايودين من 1.0 – 50 و من الافضل كثيرا من 2 – 50 و حتي من الافضل بدرجة اكثر من 5 – 40 و من الافضل بدرجة اكثر من 15 – 35 . يحسب متوسط طول السلسلة علي اساس جزء الوزني لاحماض الدهنية الفردية في مخلوط الاحماض الدهنية . لاحماض الدهنية متفرعة السلسلة , يشير طول السلسلة الي سلسلة متعاقبة اطول لذرات الكربون . تكون قيمة الايودين عبارة عن

مقدار الايودين بالجم المستهلك بتفاعل الروابط المزدوجة 100 جم من الحمض الدهني و المحددة بالطريقة الايزو رقم 3961 . لكي تزود متوسط طول السلسلة المطلوب و قيمة الايودين , تشتق جزيء الحمض الدهني من مخلوط الاحماض الدهنية متضمنة كل من الاحماض الدهنية المشبعة و الغير مشبعة . من الافضل ان تكون الاحماض الدهنية الغير مشبعة عبارة عن احماض دهنية احادية غير مشبعة . من الافضل ان يتضمن استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات اقل من 6 % بالوزن من جزيئيات الحمض الدهني غير مشبع متضاعف . تكون امثلة الاحماض الدهنية المشبعة المناسبة عبارة عن حمض بالميتيك و حمض ستريك . تكون امثلة الاحماض الدهنية الاحادية الغير مشبعة المناسبة عبارة حمض اوليك و حمض الايديك . من الافضل ان تكون نسبة سيس و ترانس من الروابط المزدوجة لجزيئيات الحمض الدهني الغير مشبعة اعلي من 55 : 45 و من الافضل كثيرا اعلي من 65 : 35 . قد يقلل جزيء جزيئيات الحمض الدهني الغير مشبع المتضاعفة بالهدرجة الملمس الاختياري و لتي تكون عبارة عن الهدرجة التي تتهدرج بشكل اختياري رابطة مزدوجة واحدة في تركيب ثانوي -CH=CH-CH2-CH=CH- و لكن ليس الروابط المزدوجة لمجموعات الهيدروكربونية احادية غير مشبعة . تكون متوسط طول السلسلة المحدد و قيم الايودين اساسية لانجاز بشكل متزامن لكفاءة تنعيم عالية و نقطة اذابة منخفضة لتركيب . في حالة ان يكون متوسط طول السلسلة اقل من 16 ذرة كربون اوتكون قيمة الايودين اعلي من 50 , و ستكون كفاءة التنعيم غير مرضية حيث يمكن ان تصبح نقطة اذابة التركيب عالية جدا في حالة ان يكون متوسط طول السلسلة اكثر من 18 ذرة كربون .

قد يشتق جزيء الحمض الدهني من الاحماض الدهنية من الاصل الطبيعي او الصناعي و من الافضل ان تشتق من الاحماض الدهنية من الاصل الطبيعي و من الافضل كثيرا من الاحماض الدهنية من الاصل النباتي . يمكن ان تزود قيمة الايودين المطلوبة باستخدام مخلوط الحمض الدهني من الاصل الطبيعي الذتي لها سابقا قيمة الايودين هذه علي سبيل المثال حمض الدهني

لشحم الحيواني . بشكل متبادل , يمكن ان يزود قيمة الايودين المطلوبة بالهدرجو الجزيئية لمخلوط الحمض الدهني او مخلوط ثلاثي جليسريد ذات قيمة الايودين الاعلي . في التمثيل الاخر و المفضل , تزود قيمة الايودين المطلوبة بخلط مخلوط الحمض الدهني ذو قيمة الايودين الاعلي مع مخلوط الاحماض الدهنية المشبعة . قد يتحصل علي مخلوط الاحماض الدهنية المشبعة باما بالهدرجة لمخلوط الحمض الدهني المحتوي علي الاحماض الدهنية الغير مشبعة او من مخلوط ثلاثي جليسريد مهدرج مثل زيت نباتي مهدرج .

ايضا يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع الحالي من 0.5 – 5 % بالوزن من الحمض الدهني بالاضافة الي استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات . من الافضل ان يتضمن التركيب من 1 – 5 % و من الافضل كثيرا من 2 – 5 % بالوزن من الحمض الدهني . قد يوجد الحمض الدهني كحمض دهني حر او في شكل ملح الحمض الدهني مع استرات ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين . من الافضل ان يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي علي مخلوط الحمض الدهني و الذي من الافضل ان يكون من اصل طبيعي و من الافضل كثيرا من اصل نباتي . في التمثيل المفضل كثيرا , تشتق جزيئيات الحمض الدهني من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات من نفس مخلوط الحمض الدهني كما توجد في تركيب بكقدار من 0.5 – 5 % بالوزن . يكون المقدار المحدد لحمض الدهني اساسي لانجاز نقطة الاذابة المنخفضة لتركيب بدون ان تتضمن الثبات عند التخزين في التوزيع المائي . في حالة ان يتضمن التركيب اقل من 0.5 % بالوزن من الحمض الدهني , و يمكن الحصول علي نقطة اذابة التركيب عالية جدا و حيث سيكون لمحتوي اكثر من 5 % بالوزن من الحمض الدهني في التركيب تأثير الذي يكون لتوزيعات المائية المحضرة من التركيب لزوجات عالية بشكل غير مناسب و ثبات توزيع منخفض . بضبط مقدار الحمض الدهني ضمن المدي المطلوب , و تركيبات الاختراع الحالي يمكن ان تنجز التي لها لزوجات اذابة منخفضة بدون

استخدام اي مذيب او مخفف . تمكن هذه التركيبات من صناعة توزيعات منعم دورة الشطف المائي الغير محتوي علي المذيب او ادني مقدار من المذيب .

من الافضل ان يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع اقل من 2 % بالوزن و من الافضل كثيرا اقل من 0.5 % بالوزن من الماء . تعرض التركيبات ذات محتوي الماء المنخفض ثبات محسن عند التخزين في الحالة الذائبة و لذلك يمكن ان يخزن و يوزع كسوائل بدون ان تتضمن جودة المنتج . تعرض التركيبات متضمنة بدرجة اكثر الماء لزوجة اذابة اعلي كثيرا و لذلك تكون صعبة لكي تعالج في التوزيع المائي .

من الافضل ان يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع اقل من 10 % بالوزن و من الافضل كثيرا اقل من 1 % بالوزن من المذيبات ذات نقطة وميضية اقل من 20 درجة مئوية .

في التمثيل المفضل , يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع الحالي حتي 9.9 % بالوزن و من الافضل حتي 5 % بالوزن من مذيب واحد علي الاقل مختار من الجليسرول , ايثيلين جليكول , بروبيلين جليكول , ثنائي بروبيلين جليكول و احادي ايثيرات الالكيل المحتوي من 1 – 4 ذرات كربون من ايثيلين جليكول , بروبيلين جليكول و ثنائي بروبيلين جليكول . تكون امثلة احادي ايثيرات الالكيل المحتوي من 1 – 4 ذرات كربون جليكول المناسب عبارة عن 2 – ميثوكسي ايثانول , 2 – ايثوكسي ايثانول , 2 – بيوتوكسي ايثانول , 1 – ميثوكسي – 2 – بروبانول , ايثير ثنائي بروبيلين جليكول احادي ميثيل و ايثير ثنائي بروبيلين جليكول احادي بيوتيل . يكون لتركيبات طبقا الي التمثيل الحالي فوائد لزوجة اذابة منخفضة و اقرب الي علم انسياب اذابة نيوتونين اي تعرض اللزوجة تغير قليل مع قوة القص .

في التمثيل المفضل الاخر , يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع الحالي من 2 – 8 % بالوزن من الحمض الدهني ثلاثي جليسريد ذو متوسط طول سلسلة لجزيئيات

الحمض الدهني من 10 – 14 ذرات كربون و قيمة ايودين محسوبة لحمض الدهني الحر من 0 – 15 . ايضا يكون لتركيبات طبقا الي التمثيل الحالي فوائد لزوجة اذابة منخفضة و اقرب الي علم انسياب اذابة نيوتوناين اي تعرض اللزوجة تغير قليل مع قوة القص .

في التمثيل البديل المفضل , يكون مقدار المذيبات الموجودة في التركيب النشط المنعم النسيجي اقل من 5 % بالوزن و من الافضل كثيرا اقل من 1 % بالوزن . يمكن ان تعالج ايضا التركيبات طبقا الي التمثيل الحالي في الحالة المصهورة لكي تزود التوزيعات الحرة لمذيب المائي .

بالاضافة الي استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات , الحمض الدهني و الذميب بشكل اختياري و من الافضل قد يتضمن ايضا التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع الحالي من 1.5 – 9 % بالوزن من استر الحمض الدهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين المحتوي علي نفس جزيئيات الحمض الدهني مثل استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات . من الافضل ان يكون استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين عبارة عن مخلوط من ثنائي استر واحد علي الاقل من الصيغة $(CH3)N(CH2CH(CH3)OC(=O)R)2$ و احادي استر واحد علي الاقل لصيغة $(CH3)N(CH2CH(CH3)OH)(CH2CH(CH3)OC(=O)R)$. سيوجد جزء علي الاقل من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين في شكل ملح مع حمض دهني للتركيب النشط المنعم النسيجي . تكون هذه الاملاح عبارة عن تركيب $RCOO^-$ $HN^+(CH3)(CH2CH(CH3)OC(=O)R)2$ او $RCOO^-$ $HN^+(CH3)(CH2CH(CH3)OH)(CH2CH(CH3)OC(=O)R)$. وجود استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين بمقدار محدد يقلل ايضا نقطة اذابة لتركيب و بدون ان تتضمن كفاءة التنعيم و ثبات عند التخزين في التوزيع المائي .

ايضا قد يتضمن التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع الحالي علي كميات ضئيلة من استرات حمض دهني (2 – هيدروكسي بروبيل) – (1 – ميثيل – 2 – هيدروكسي ايثيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات , استرات حمض دهني ثنائي – (1 – ميثيل – 2 – هيدروكسي ايثيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات , استرات حمض دهني (2 – هيدروكسي بروبيل) – (1 – ميثيل – 2 – هيدروكسي ايثيل) – ميثيل امين , و استرات حمض دهني ثنائي – (1 – ميثيل – 2 – هيدروكسي ايثيل) – ميثيل امين .

يمكن ان تحضر التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع الحالي بخلط استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات , و الحمض الدهني و المكونات الاختيارية مثل المذيب او استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين .

من الافضل , يحضر التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع الحالي بطريقة الاختراع متضمنة خطوات تفاعل ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع الحمض الدهني ذو متوسط طول السلسلة من 16 – 18 ذرة كربون و قيمة ايودين من 0.5 – 50 في النسبة المولارية لحمض الدهني الي الامين من 1.51 الي 2.1 مع ازالة الماء حتي قيمة حموضة لمخلوط التفاعل تكون في مدي من 1 – 10 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم , و ايضا تفاعل مع كبريتات ثنائي ميثيل عند نسبة مولارية لكبريتات ثنائي الميثيل الي الامين من 0.90 – 0.97 و من الافضل من 0.92 – 0.95 حتي قيمة امين كلية لمخلوط التفاعل تكون في مدي من 1 – 8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم .

في الخطوة الاولي لطريقة الاختراع , يتفاعل ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع الحمض الدهني في نسبة مولارية لحمض الدهني بالنسبة من 1.51 – 2.1 , و من الافضل من 1.86 – 2.1 مع ازالة الماء . من الافضل ان يجري التفاعل عند درجة حرارة من 160 – 220 درجة مئوية . من الافضل ان يزال الماء بالتقطير من مخلوط التفاعل . اثناء فترة

التفاعل , من الافضل ان يقلل الضغط من الضغط المحيط الي الضغط في مدي من 100 الي 5 ملليبار لكي تحسن ازالة الماء . قد تجري الخطوة الاولي في وجود العامل المساعد الحامضي و الذي يستخدم بشكل افضل بمقدار من 0.05 – 0.2 % بالوزن . تكون العوامل المساعدة الحامضية المناسبة عبارة عن حمض ميثان سلفونيك , حمض بارا – طولوين سلفونيك و حمض هيبوفوسفور. يجري التفاعل حتي تكون قيمة الحموضة لمخلوط التفاعل في مدي من 1 – 10 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تحدد قيمة الحموضة بالمعايرة مع المحلول القلوي القياسي طبقا الي الايزو رقم 660 و يحسب مثل ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم من العينة . من ثم يمكن ان يتوقف التفاعل بالتبريد الي درجة حرارة تحت 80 درجة مئوية لكي تتجنب التفاعل الاخر لحمض الدهني و تحفظ الحمض الدهني الغير متفاعل لكي تنجز المقدار المطلوب لحمض الدهني في المنتج النهائي .

في الخطوة الثانية لطريقة طبقا الي الاختراع , يتفاعل مخلوط التفاعل المتحصل عليه بالخطوة الاولي مع كبريتات ثنائي ميثيل عند نسبة مولارية لكبريتات ثنائي ميثيل بالنسبة الي الامين من 0.90 – 0.97 و من الافضل من 0.92 – 0.95 . من الافضل ان يجري التفاعل عند درجة حرارة من 60 – 100 درجة مئوية . يجري التفاعل حتي قيمة امين كلية لمخلوط التفاعل تكون في مدي من 1 – 8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تحدد قيمة الامين الكلية بالمعايرة الغير مائية مع حمض بيركلوريك طبقا الي طريقة Tf 2أ–64 لجمعية الكيميائية لنفط الامريكي و تحسب مثل ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم من العينة .

يكون لطريقة طبقا الي الاختراع فائدة تزويد التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع بدون ان تتطلب اي خطوة بالاضافة الي الخطوات الضرورية لصناعة استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات . تنجز هذه الفائدة بالاختيار المناسب لنسبة المولارية لحمض الدهني بالنسبة الي الامين و باجراء التفاعل لحمض الدهني و الامين الي المدي المحدد لقيمة الحموضة و تحفظ تجزئة الحمض الدهني الغير متفاعل .

يوضح الاختراع بالامثلة التالية , التي علي اية حال لا تراد لكي تحصر مجال الاختراع باي طريقة .

الوصف التفصيلي

الامثلة

عموما :

يذكر الجدول رقم 1 المصادر , توزيعات طويلة السلسلة لحمض الدهني و قيم الايودين لاحماض الدهنية أ الي ز التي تم استخدامها بالامثلة . تم تحديد توزيعات طويلة السلسلة لحمض الدهني بواسطة GC بعد الاجراء العام , ما لم تحدد بطر يقة اخري في الامثلة الفردية . تم وضع الحمض الدهني مع 0.2 % بالوزن من 50 % بالوزن من حمض هيبوفوسفور في المفاعل المسخن كهربائيا المركب مع الترمومتر , و المقلب الميكانيكية و عمود المعالجة و ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين تم اضافته بالتقليب . تم تسخين المخلوط الناتج بالتقليب الي 200 درجة مئوية و تم حفظها عند درجة الحرارة هذه لمدة 4 ساعات عند الضغط المحيط , و يقطر الماء من خلال عمود المعالجة . من ثم تم تقليل الضغط الي 10 ملليبار و تم تقليب المخلوط ايضا عند 200 درجة مئوية و علي ان يزال الماء مع مضخة التفريغ لفترة زمنية محددة في المثال الفردي حتي قيمة الحمض المطلوبة لمخلوط التفاعل تم الوصول اليه . من ثم تم تبريد المخلوط الناتج الي 75 درجة مئوية , و تم اضافة كبريتات ثنائي ميثيل و تم تقليب المخلوط الناتج لمدة ساعتين من 70 – 90 درجة مئوية .

تم تحديد محتويات الامين الحر , ملح الامين و حمض الدهني في التركيب النشط المنعم النسيجي بالمعايرة بالمقياس فرق الجهد الغير مائي مع هيدروكسيد رباعي بيوتيل امونيوم بعد اضافة المحلول الزائد من حمض الهيدروكلوريك في 2 – بروبانول .

الجدول

المصادر , توزيعات طويلة السلسلة لحمض الدهني و قيم الايودين لاحماض الدهنية

الحمض الدهني	أ	ب	ج
المصدر	الزيت طويل	الشحم الحيواني المهدرج بشكل جزئي	بذرة اللفت
المحتوي علي 12 ذرة كربون (0)			
المحتوي علي 14 ذرة كربون (0)		2.1	
المحتوي علي 15 ذرة كربون (0)		0.4	
المحتوي علي 16 ذرة كربون (0)	0.7	27.9	3.2
المحتوي علي 16 ذرة كربون (1)		0.7	
المحتوي علي 17 ذرة كربون (0)	0.2	1.1	
المحتوي علي 18 ذرة كربون (0)	1.8	48.1	1.0
المحتوي علي 18 ذرة كربون (1)	29.3	15.1	17.1
المحتوي علي 18 ذرة كربون (2)	46.3	0.9	12.7
المحتوي علي 18 ذرة كربون (3)	0.9		7.3
المحتوي علي 20 ذرة كربون (0)	0.2	0.9	0.7
المحتوي علي 20 ذرة كربون (1)	0.4		7.9
المحتوي علي 22 ذرة كربون (0)			0.7
المحتوي علي 22 ذرة كربون (1)			45.9
المحتوي علي 22 ذرة كربون (2)			0.7
المحتوي علي 24 ذرة كربون (0)			0.2
المحتوي علي 24 ذرة كربون (1)			0.8
متوسط طول السلسلة	18.0	17.3	20.1

قيمة الايودين	150	20	102

تدل Cx(y) علي الحمض الدهني الخطي مع ذرات الكربون x و الروابط المزدوجة y .

* 20 % من الحمض الدهني قد لا يتصبن و يتحلل .

الجدول رقم 1 (يتبع)

الحمض الدهني	د	ه	و	ز
المصدر	المزيج النباتي	جوز الهند المهدرج	المزيج الهندسي , المهدرج بشكل جزئي	المزيج النباتي , المهدرج
المحتوي علي 12 ذرة كربون (0)		46.4		
المحتوي علي 14 ذرة كربون (0)	0.2	53.6	0.8	2.6
المحتوي علي 16 ذرة كربون (0)	19.2		45.3	46.4
المحتوي علي 16 ذرة كربون (1)	0.5			
المحتوي علي 18 ذرة كربون (0)	21.2		13.4	49.3
المحتوي علي 18 ذرة كربون (1)	47.6		37.2	
المحتوي علي 18 ذرة كربون (2)	7.9		1.9	
المحتوي علي 18 ذرة كربون (3)				
المحتوي علي 20 ذرة كربون (0)	0.3		0.2	1.9
المحتوي علي 20 ذرة كربون (1)	0.2			
المحتوي علي 22 ذرة كربون (0)				
المحتوي علي 22 ذرة كربون (1)				

المحتوي علي 22 ذرة كربون (0)				
المحتوي علي 24 ذرة كربون (0)				
المحتوي علي 22 ذرة كربون (1)				
متوسط طول السلسلة	17.6	13.1	17.1	17.0
قيمة الايودين	61	0.1	37	0.7

تم تحديد اجزاء احادي الاستر و ثنائي الاستر في استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات بواسطة HPLC (عمود Waters Spherisorb® SCX , المحلول المنظم لثلاثي ايثيل امين لحمض الفورميك , اكتشاف الاشعة تحت حمراء) .

تم تحديد نقاط الاذابة بطريقة المعايرة كدرجة حرارة علوية لمدي الاذابة باستخدام معدل التسخين 1 درجة مئوية / دقيقة . تم تهيئة العينات باذابة التركيب , و تجانس المادة المذابة و التصليب الاهتزازي لمادة المذابة بسكبه علي الطبق المعدني البارد و تبريد المادة المذابة المتصلبة الاهتزازية الي – 16 درجة مئوية لمدة 4 ساعات علي الاقل قبل نقله الي شعرية نقطة الاذابة .

تم قياس لزوجات الاذابة عند 70 درجة مئوية مع مقياس التدفق لشركة سترس تيكStressTech لالات ماركة REOLOGICA باستخدام اطباق متوازية , و مسافة الطبق 0.5 مم و معدلات القص 1 , 10 و 100 ثانية-1 .

تم تحديد الثبات عند التخزين الي 10 % بالوزن من التوزيعات المائية للتركيبات النشطة المنعمة النسيجية التي تم تخزينها لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية في الزجاجات الزجاجية المغلقة .

تم تحضير التوزيعات بالتوزيع الاول لمادة المذابة للتركيب النشط المنعم النسيجي النسخن الي 5 – 10 درجة مئوية فوق نقطة الاذابة في 0.05 % بالوزن من محلول حمض الهيدروكلوريك المائي اولي التسخين الي 5 درجة مئوية تحت نقطة الاذابة لتركيب باستخدام IKA Super-

Dispax-Reactor® SD 41 المشغل عند 8000 دقيقة −1 . بعد ذلك , تم اضافة 25 % بالوزن من المحلول المائي من كلوريد الكالسيوم مع التقليب لكي يزود تركيز كلوريد الكالسيوم 0.025 % بالوزن . تم تحديد قيم الحمض لتوزيعات قبل و بعد التخزين بمعايرة الحمض و القاعدة مع هيدروكسيد البوتاسيوم او هيدروكسيد الصوديوم و تذكر كمللیجم من هيدروكسيد الصوديوم / جم من التوزيع . تم تحديد لزوجة التوزيعات قبل و بعد التخزين عند 20 درجة مئوية مع مقياس اللزوجة بروكفيلد باستخدام رقم مغزلي 1 للزوجات حتي تصل الي 100 ميجابسكال * ثانية و الرقم المغزلي 2 للزوجات اعلي من 100 ميجابسكال * ثانية .

تم تحديد كفاءة التنعيم للتركيب النشط المنعم النسيجي في الاختبار الملموس المنجز بلجنة الاشخاص الممتحنين علي قطاع من منشفة القطن المعالج بالتوزيع المائي لتركيب . تم غسيل 80 سم بقطع 50 سم من منشفة قطن القماش الوبري مرتين مع المادة المنظفة لمسحوق ثقيل المهمة , و المشطوف مرتين مع الغزل المتوسط و النهائي و المجفف في ستارة الهواء علي الخط . تم تخفيف العينات 10 % بالوزن من التوزيعات المائية للتركيبات النشطة المنعمة النسيجية المحضر كما هو موصوف سابقا مع ماء الحنفية البارد لكي تعطي 2 ليتر من محلول الشطف المحتوي علي 0.025 % بالوزن من التركيب النشط المنعم النسيجي . تم غمر قطع منشفة القطن المغسول في محلول الشطف هذا لمدة 10 دقائق , و المنسوج و المجفف في الهواء عند ستارة درجة الحرارة المحيطة علي الخط . بعد ذلك , تم قطع قطاع منشفة القطن المعالجة في 10 قطاع متساوية من 16 سم × 25 سم , و التي تم توزيعها الي لجنة من 9 اشخاص ممتحنين الذي قاس نعومة علي المقياس المتراوح من 0 لشعر الصلب و السيء الي 5 لشعر الناعم و الجيد . تكون تقدير النعومة المذكور بالامثلة عبارة عن مجموع من 9 تقديرات فردية و لذلك يمكن ان تتراوح من 0 – 45 . تكون الاختلافات في تقدير النعومة لاكثر من 4 كبير بشكل احصائي كما هو محدد من تجارب التكرار الشاملة .

المثال رقم 1 (مثال المقارنة , يطابق الي المكون أ5 لبراءة الاختراع الاوربية رقم 1018541 أ1).

تم المعالجة بالاستر من 644 جم (2.25 مول) من الحمض الدهني أ مع 182.5 جم (1.25 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين عند 190 درجة مئوية مع تفاعل 8 ساعات عند ضغط منخفض حتي قيمة حموضة لمخلوط التفاعل كان 0.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 151 جم (1.20 مول) من كبريتات ثنائي ميثيل عند 60 درجة مئوية . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن سائل لزج بني و المحتوي علي 0.015 ملليمول / جم (0.5 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.070 ملليمول / جم من امين غير مربع (0.041 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.029 ملليمول / جم من الامين المشحون بشحنة موجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي 8.2 % احادي الاستر و 91.8 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

يكون لتركيب لزوجة اذابة 685 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية–1 , 488 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية–1 و 431 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية –1 لمعدل القص .

يكون لتوزيع المائي 10 % قيمة حمض 0.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 34 ميجابسكال * ثانية قبل تخزين و قيمة حموضة 1.2 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 265 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير النعومة 12 .

المثال رقم 2

تم تكرار المثال رقم 1 باستخدام 954 جم (3.49 مول) من الحمض الدهني ب , 283 جم (1.94 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين و 235 جم (1.86 مول) من سلفات ثنائي ميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء

مع نقطة اذابة 42 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.025 ملليمول / جم (0.7 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.059 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.033 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.026 ملليمول / جم من الامين المشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 8.8 % من احادي الاستر و 91.2 % من ثنائي الاستر (النسب المساحية النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 47200 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية-1 , 9880 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية -1 و 2960 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية -1 لمعدل قص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حمض 0.5 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 18 ميجابسكال * ثانية قبل تخزين و قيمة الحموضة 1.1 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 18 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير النعومة 32 .

المثال رقم 3 (المثال المقارنة , يناظر الي المثال رقم 2 من DE رقم 2430140 ج3) .

تم المعالجة بالاستر من 744.5 جم من الحمض الدهني ج (2.38 مول) مع 174.1 جم (1.19 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 15 ساعة عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة الحموضة لمخلوط التفاعل 1.5 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 142.5 جم (1.13 مول) من كبريتات ثنائي ميثيل لمدة 4 ساعات . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن هلام مصفر محتوي علي 0.032 ملليمول / جم (1.0 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.113 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.042 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.071 ملليمول / جم من الامين المشحونة بالشحنة الموجبة) . قد لا تحدد مقادير احادي الاستر و ثنائي الاستر في

استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات بواسطة تحليل HPLC .

كان لتركيب لزوجة اذابة 561 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية –1 , و 535 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية –1 و 469 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية –1 لمعدل القص .

كان 10 % بالوزن من التوزيع المائي المحضر مع 0.025 % بالوزن من كلوريد الكالسيوم لزج جدا . لذلك , تم تحضير توزيع لاختبار الثبات مع مقدار رباعي الطيات من كلوريد الكالسيوم اي 0.1 % بالوزن من كلوريد الكالسيوم . كان لتوزيع قيمة حموضة 0.7 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 160 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 1.4 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 270 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 24 .

المثال رقم 4

تم تكرار المثال رقم 3 باستخدام 948 جم (3.47 مول) من الحمض الدهني ب , 253.4 جم (1.735 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين و 208 جم (1.65 مول) من سلفات ثنائي ميثيل مع تفاعل 15 ساعة عند ضغط منخفض حتي كان قيمة حموضة مخلوط التفاعل 1.4 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 43 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.032 ملليمول / جم (0.9 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.073 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.043 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.030 ملليمول / جم من الامين المشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 3.1 % من احادي الاستر و 96.9 % من ثنائي الاستر (النسب المساحية النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 36200 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية -1 , و 7440 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية -1 و 2160 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية -1 لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 0.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 16 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 1.3ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 18 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 31 .

توضح الامثلة ارقام 1 و 4 و الامثلة المقارنة ارقام 2 و 3 بشكل واضح بانه تزود التركيبات النشطة المنعمة النسيجية طبقا الي الاختراع كفاءة نعومة افضل بشكل كبير عن طريق الملمس الناعم و الثبات بالتخزين الافضل من 10 % من التوزيع المائي مقارنة بالتركيبات النشطة المنعمة النسيجية المعروفة من براءة الاختراع الاوربية رقم 1018541أ1 و DE رقم 2430140ج3 .

المثال رقم 5

تم المعالجة بالاستر من 2780 جم (10.18 مول) من الحمض الدهني ب مع 783 جم (5.36 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 3 ساعات عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 5.2 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 642 جم (5.10 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 41 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.075 ملليمول / جم (2.2 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.123 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.068 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.055 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات

لكي تحتوي علي5.5 % من احادي الاستر و 94.5 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية).

كان لتركيب لزوجة اذابة 2360 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية -1 , و 1090 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية -1 و 619 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية -1 لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 0.8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 28 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 2.8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 12 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 35 .

المثال رقم 6

تم المعالجة بالاستر من 1365 جم (5.0 مول) من الحمض الدهني ب مع 384.2 جم (2.63 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 14 ساعة عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 1.3 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم/جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 315 جم (2.5 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 43 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.025 ملليمول / جم (0.7 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.113 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.081 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.032 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي تحتوي علي 5.7 % من احادي الاستر و 94.3 % من ثنائي الاستر(النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 16200 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية -1 , و 4970 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية -1 و 1530 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية -1 لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 0.5 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 19 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 1.9 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 13 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 32 .

المثال رقم 7

تم تكرار خطوة الاسترة للمثال رقم 6 و 1021 جم من مخلوط التفاعل المتحصل عليه مع 45 جم من الحمض الدهني ب . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 193 جم (1.53 مول) من سلفات ثنائي ميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 41 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.151 ملليمول / جم (4.15 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.162 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.070 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.092 ملليمول / جم من الامين المشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي5.7 % من احادي الاستر و94.3% من ثنائي الاستر (النسب المساحية النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 842 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية –1 , و 663 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية –1 و 100 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية –1 لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 1.3 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 23 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 3.9 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 8 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 31 .

الامثلة ارقام 5 – 7 توضح بانه تساهم وجود حمض الدهني في التركيبات النشطة المنعمة النسيجية طبقا الي الاختراع بلزوجة منخفضة الاذابة لتركيب و تزود اقرب الي علم انسياب

نيونوناين لمادة المذابة و لا تؤثر بشكل عكسي علي لزوجة التوزيع المائي لتركيب اثناء التخزين .

المثال رقم 8 (قيمة الايودين الاعلي و المقارنة)

تم المعالجة بالاستر من 970 جم (3.5 مول) من الحمض الدهني د مع 287 جم (1.84 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 3 ساعات عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 5.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 221 جم (1.75 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن سائل لزج مصفر محتوي علي 0.054 ملليمول / جم (1.6 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.129 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.068 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.061 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC أستر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 6.6 % من احادي الاستر و 93.4 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 581 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية $^{-1}$, و 538 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية $^{-1}$ و 480 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية $^{-1}$ لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 0.9 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 40 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 2.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 36 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 23 .

يوضح المثال رقم 8 بانه لا تنجز التركيب النشط المنعم النسيجي الذي له جزيئيات حمض دهني لملح الامونيوم الرباعي مع قيمة ايودين اعلي من المطلوب , كفاءة نعومة عالية للتركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع .

المثال رقم 9 (متوسط طول السلسلة الاقصر و المقارن)

تم المعالجة بالاستر من 1125 جم (5.25 مول) من الحمض الدهني ه مع 403 جم (2.76 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة ساعتين عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 4.1 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 330 جم (2.62 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة هلامية بيضاء محتوي علي 0.049 ملليمول / جم (1.1 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.122 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.079 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.043 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي تحتوي علي 3.2 % من احادي الاستر و 96.8 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 552 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية $^{-1}$, و 550 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية $^{-1}$ و 497 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية $^{-1}$ لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 0.8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 30 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 2.5 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 79 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 16 .

يوضح المثال رقم 9 بانه التركيب النشط المنعم النسيجي , و التي لها جزيئيات حمض دهني لملح امونيوم رباعي مع متوسط طول سلسلة من المطلوب , و لا تنجز كفاءة نعومة عالية للتركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع .

المثال رقم 10

تم المعالجة بالاستر من 1032 جم (3.78 مول) من الحمض الدهني ب مع 313.3 جم (2.16 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة ساعتين عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 4.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 258.8 جم (2.05 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 41 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.047 ملليمول / جم (1.3 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.134 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.076 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.058 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 16.6 % من احادي الاستر و 83.4 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 27100 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية $^{-1}$, و 6040 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية $^{-1}$ و 1870 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية $^{-1}$ لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 0.9 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 19 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 2.5 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 13 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 27 .

يوضح المثال رقم 10 بانه التركيب النشط المنعم النسيجي الذي له نسبة مولارية لجزيئيات الحمض الدهني لجزيئيات الامين اقل من المطلوبة لا تنجز كفاءة التنعيم عالية لتلك التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي الاختراع .

المثال رقم 11

تم المعالجة بالاستر من 919 جم (3.37 مول) من الحمض الدهني ب مع 245.7 جم (1.68 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 7 ساعات عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 5.5 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 201.3 جم (1.60 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 43 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.76 ملليمول / جم (2.2 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.141 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.084 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.057 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي تحتوي علي0.9% من احادي الاستر و 99.1 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) . كان لتركيب لزوجة اذابة 1510 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية $^{-1}$, و 687 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية $^{-1}$ و 553 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية $^{-1}$ لمعدل القص .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 0.9 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 31 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و قيمة الحموضة 3.3 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 12 ميجابسكال * ثانية بعد التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

انجز التركيب تقدير نعومة 31 .

المثال رقم 12

تم المعالجة بالاستر من 4823 جم (17.68 مول) من الحمض الدهني و مع 1337.4 جم (9.16 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 5 ساعات عند ضغط محيط و التفاعل لمدة 5 ساعات عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 4.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 1096.5 جم (8.70 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي

الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 38 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.069 ملليمول / جم (2.0 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.130 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.071 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.059 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي تحتوي علي 5.9 % من احادي الاستر و 94.1 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 592 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية $^{-1}$, و 610 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية $^{-1}$ و 552 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية $^{-1}$ لمعدل القص .

انجز التركيب تقدير نعومة 38 .

المثال رقم 13

تم المعالجة بالاستر من 4088 جم (14.9 مول) من الحمض الدهني ز مع 1129.5 جم (7.74 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 4 ساعات عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 3.7 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 926.5 جم (7.4 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 52 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.066 ملليمول / جم (1.9 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.128 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.073 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.055 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 6.8 % من احادي الاستر و 93.2 % من ثنائي الاستر(النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 34700 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية -1 , و 8100 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية -1 و 2630 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية -1 لمعدل القص .

انجز التركيب تقدير نعومة 38 .

المثال رقم 14

تم المعالجة بالاستر من 2520 جم (9.23 مول) من الحمض الدهني ب مع 692.5 جم (4.75 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 5 ساعات عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 6.1 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 568.6 جم (4.51 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل لمدة ساعة . من ثم تم اضافة 180.8 جم من جليكول ثنائي بروبيلين و تم تجانس المخلوط بالتقليب . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 40 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.083 ملليمول / جم (2.4 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.119 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.048 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.071 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي تحتوي علي 6.8 % من احادي الاستر و 93.2 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 368 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية -1 , و 340 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية -1 و 318 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية -1 لمعدل القص .

المثال رقم 15

تم المعالجة بالاستر من 3214 جم (11.77 مول) من الحمض الدهني ب مع 883.5 جم (6.05 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 4 ساعات عند ضغط منخفض حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 3.3 ملليجم من هيدروكسيد

البوتاسيوم / جم . من ثم تم اضافة 157 جم من زيت جوز الهند المكرر و تم تفاعل المخلوط الناتج مع 724.2 جم (5.75 مول) من كبريتات ثنائي ميثيل لمدة ساعة . بعد ذلك , تم اضافة 472 جم من 2 – بروبانول و تم تجانس المخلوط بالتقليب . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 36 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.049 ملليمول / جم (1.4 % بالوزن) من الحمض الدهني و 0.125 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.067 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.058 ملليمول / جم من الامين مشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي تحتوي علي 6.3 % من احادي الاستر و 93.7 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

كان لتركيب لزوجة اذابة 144 ميجابسكال * ثانية عند 1 ثانية $^{-1}$, و 107 ميجابسكال * ثانية عند 10 ثانية $^{-1}$ و 94 ميجابسكال * ثانية عند 100 ثانية $^{-1}$ لمعدل القص .

انجز التركيب تقدير نعومة 34 .

المثال رقم 16 (المثال المقارنة , يطابق الي المثال رقم 50 لبراءة الاختراع العالمية رقم 00 / 06678)

تم المعالجة بالاستر من 250 جم (1.15 مول) من الحمض الدهني ماركة راداسيد 600 مع 176.3 جم (1.21 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 14 ساعة عند ضغط محيط حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 2.6 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 137.0 جم (1.09 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة شمعية صفراء مع نقطة اذابة 35 درجة مئوية , و المحتوي علي 1.1 % بالوزن من الحمض الدهني . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل

امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 84.7 % من احادي الاستر و 15.3 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

انجز التركيب تقدير نعومة 13 .

المثال رقم 17 (النسبة المولارية المنخفضة و المقارنة لجزيئيات الحمض الدهني بالنسبة الي جزيئيات الامين)

تم المعالجة بالاستر من 378.6 جم (1.38 مول) من الحمض الدهني ب مع 211.5 جم (1.45 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين لمدة 12 ساعة عند ضغط المحيط حتي كانت قيمة حموضة مخلوط التفاعل 3.8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 164.5 جم (1.60 مول) من كبريتات ثنائي الميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة شمعية صفراء مع نقطة اذابة 40 درجة مئوية , و المحتوي علي 1.7 % بالوزن من الحمض الدهني . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي تحتوي علي 80.7 % من احادي الاستر و 19.3 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

انجز التركيب تقدير نعومة 13 .

المثال رقم 18

تم المعالجة بالاستر مع 411.0 جم (1.50 مول) من الحمض الدهني ب مع 146.0 جم (1.0 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين لمدة 16 ساعة عند الضغط المحيط حتي قيمة حموضة لمخلوط التفاعل كان 5.0 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تفاعل المخلوط الناتج مع 113.5 جم (0.9 مول) من كبريتات ثنائي ميثيل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن شمع اصفر مع نقطة اذابة 38 درجة مئوية , و المحتوي علي 2.2 % بالوزن من الحمض الدهني . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (

2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 39.0 % من احادي الاستر و 61.0 % من ثنائي الاستر (النسبة المساحة النسبية) .

انجز التركيب تقدير النعومة 25 .

وضح الامثلة المقارنة رقم 16 و 17 بانه تكون النسب المولارية الدنيا لجزيئيات الحمض الدهني الي جزيئيات الامين ضرورية لكي تنجز كفاءة التنعيم المفيدة .

المثال رقم 19 (ملح كلوريد الامونيوم الرباعي و المقارن)

تم المعالجة بالاستر من 2780 جم (10.18 مول) من الحمض الدهني ب مع 783 جم (5.36 مول) من ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع تفاعل لمدة 3 ساعات عند ضغط منخفض حتي قيمة حموضة لمخلوط التفاعل كانت 5.2 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم . تم تعبئة 469.2 من المخلوط الناتج الي الاوتوكلاف المقلب , و تم اضافة 195 جم من الاسيتونتريل و تم غلق الاوتوكلاف و تسخينه الي 75 درجة مئوية . تم تغذية 41.75 جم (0.827 مول) من كلوريد الميثيل الي الاوتوكلاف بينما يقلب عند 75 درجة مئوية بمعدل لكي تحفظ الضغط في المفاعل تحت 4 بار و تم تقليب المخلوط لمدة 90 ساعة كليا عند 75 – 80 درجة مئوية . بعد ذلك , تم تحرير الضغط و تم تقطير كلوريد الميثيل و مذيب الاسيتونتريل الغير متفاعل . كان التركيب النشط المنعم النسيجي الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مع نقطة اذابة 69 درجة مئوية , و المحتوي علي 0.085 ملليمول / جم (2.3 % بالوزن) من حمض الدهني و 0.152 ملليمول / جم من الامين الغير رباعي (0.103 ملليمول / جم من الامين الحر و 0.049 ملليمول / جم من الامين المشحون بالشحنة الموجبة) . عرض تحليل HPLC استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات لكي يحتوي علي 1.0 % من احادي الاستر و 99.0 % من ثنائي الاستر (النسب المساحة النسبية) .

كان لتوزيع المائي 10 % قيمة حموضة 1.2 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم و لزوجة 66 ميجابسكال * ثانية قبل التخزين و لكن تنقسم الي طورين اثناء التخزين لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

وضح مثال المقارنة رقم 19 بانه يجب ان يتضمن التركيب ملح ميثيل كبريتات الامونيوم الرباعية لكي يكون لها نقطة اذابة منخفضة و تزود توزيعات مائية مستقرة , حيث يؤدي ملح كلوريد الامونيوم الرباعي الي نقطة اذابة عالية و ثبات غير كافي لتوزيعات المائية .

يلخص الجدول رقم 2 خصائص التركيبات النشطة المنعمة النسيجية المحضرة بالامثلة من رقم 1 – 15 . يشير الحمض الدهني الي النسبة المولارية لامين في الجدول رقم 2 الي النسبة المولارية في استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات كما هو محسوب من تحليل HPLC . البيانات لارتفاع قيمة الحمض و تغير اللزوجة عند التخزين تختص مع 10 % بالوزن من التوزيعات المائية من التركيبات النشطة المنعمة النسيجية التي تم تخزينها لمدة 6 اسابيع عند 50 درجة مئوية .

الجدول رقم 2 : خصائص التركيبات النشطة المنعمة النسيجية

المثال	النسبة المولارية لامين لحمض الدهني	الحمض الدهني في % بالوزن	نقطة الاذابة في درجة مئوية	لزوجة الاذابة عند 1 ثانية-1 .مي ميجابسكال * ثانية	لزوجة الاذابة عند 100 ثانية-1 .مي ميجابسكال * ثانية	ارتفاع قيمة الحمض عند التخزين مي ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم	تغير اللزوجة عند التخزين في ميجابسكال * ثانية	تغاير النعومة
*1	1.92	0.5	اقل من	685	431	0.6	231	12

					20			
32	0	0.6	2960	47200	42	0.7	1.91	2
24	110	0.7	469	561	**	1.0	غير محددة	*3
31	2	0.7	2160	36200	43	0.9	1.97	4
35	16 -	2.0	619	2360	41	2.2	1.95	5
32	6 -	1.4	1530	16200	43	0.7	1.94	6
31	15 -	2.6	619	842	41	4.15	1.94	7
23	4 -	1.7	480	581	اقل من 20	1.6	1.93	*8
16	49	1.7	497	552	**	1.1	1.97	* 9
27	6 -	1.6	1870	27100	41	1.3	1.83	10
31	19 -	2.4	553	1510	43	2.2	1.99	11
غير محددة	غير محددة	غير محددة	552	592	38	2.0	1.94	12
غير محددة	غير محددة	غير محددة	2630	34700	52	1.9	1.93	13
غير محددة	غير محددة	غير محددة	318	368	40	2.4	1.93	14

غير محددة	غير محددة	غير محددة	94	144	36	1.4	1.94	15

* ليس طبقا الي الاختراع , ** الهلام , n.d. = غير محددة

عناصر الحماية

1 – التركيب النشط المنعم النسيجي , متضمن :

أ – 50 % بالوزن علي الاقل من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات ذات النسبة المولارية لجزيئيات الحمض الدهني بالنسبة الي جزيئيات الامين من 1.5 الي 1.99 , و متوسط طول سلسلة لجزيئيات الحمض الدهني من 16 – 18 ذرة كربون و قيمة ايودين لجزيئيات الحمض الدهني و المحسوبة لحمض الدهني الحر من 0.5 الي 50 , و

ب – من 0.5 الي 5 % بالوزن من الحمض الدهني .

2 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي عنصر الحماية رقم 1 , حيث انه تكون النسبة المولارية لجزيئيات الحمض الدهني الي جزيئيات الامين من 1.85 الي 1.99 .

3 – التركيب النشط المنعم النسيجي fabric softener active composition طبقا الي عنصر الحماية رقم 1 او 2 , حيث انه تكون قيمة الايودين لجزيئيات الحمض الدهني المحسوبة لحمض الدهني الحر من 5 – 40 و من الافضل 15 – 35 .

4 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 3 , حيث انه يتضمن من 1 – 5 % بالوزن و من الافضل من 2 – 5 % بالوزن من الحمض الدهني .

5 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 4 , حيث انه يتضمن من 99 % بالوزن من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات .

6 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 5 , حيث انه يتضمن استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات اقل من 6 % بالوزن من جزيئيات الحمض الدهني الغير مشبعة المتضاعفة .

7 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 6 , حيث انه تكون النسب السيس و الترانس لروابط المزدوجة لجزيئيات الحمض الدهني الغير مشبعة من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروّبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات اعلي من 55 – 45 .

8 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 7 , حيث انه تشتق جزيئيات الحمض الدهني من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات من الحمض الدهني لمكون ب .

9 – التركيب النشط المنعم النسيجيfabric softener active composition طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 8 , متضمنة اقل من 2 % بالوزن و من الافضل اقل من 0.5 بالوزن من الماء .

10 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 9 , متضمنة اقل من 10 % بالوزن و من الافضل اقل من 1 % بالوزن من المذيبات ذات نقطة وميضية اقل من 20 درجة مئوية .

11 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 10 , متضمنة ايضا حتي 9.9 % بالوزن من مذيب واحد علي الاقل مختار من الجليسرول , ايثيلين جليكول , بروبيلين جليكول , ثنائي بروبيلين جليكول و احادي ايثيرات الالكيل المحتوي من 1 – 4 ذرات كربون من ايثيلين جليكول , بروبيلين جليكول و ثنائي بروبيلين جليكول .

12 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 11 , متضمنة ايضا من 2 – 8 % بالوزن من الحمض الدّهني ثلاثي جليسريد ذو متوسط طول سلسلة لجزيئيات الحمض الدهني من 10 – 14 ذرات كربون و قيمة ايودين محسوبة لحمض الدهني الحر من 0 – 15 .

13 – التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي واحد من عناصر الحماية من رقم 1 – 12 , متضمنة ايضا من 1.5 – 9 % بالوزن من استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين المحتوي علي نفس جزيئيات الحمض الدهني مثل استر حمض دهني ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ثنائي ميثيل امونيوم ميثيل سلفات .

14 – طريقة صناعة التركيب النشط المنعم النسيجي طبقا الي عنصر الحماية رقم 1 , متضمنة خطوات :

أ – تفاعل ثنائي – (2 – هيدروكسي بروبيل) – ميثيل امين مع الحمض الدهني ذو متوسط طول السلسلة من 16 – 18 ذرة كربون و قيمة ايودين من 0.5 – 50 في النسبة المولارية لحمض الدهني الي الامين من 1.51 الي 2.1 مع ازالة الماء حتي قيمة حموضة لمخلوط التفاعل تكون في مدي من 1 – 10 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم , و

ب – تفاعل منتج الخطوة أ مع كبريتات ثنائي ميثيل عند نسبة مولارية لكبريتات ثنائي الميثيل الي الامين من 0.90 – 0.97 و من الافضل من 0.92 – 0.95 حتي قيمة امين كلية لمخلوط التفاعل تكون في مدي من 1 – 8 ملليجم من هيدروكسيد البوتاسيوم / جم .

15 – الطريقة طبقا الي عنصر الحماية رقم 14 , حيث انه تكون النسبة المولارية لحمض الدهني الي الامين من 1.86 الي 2.1 .