



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0033907

(51)⁷ C11D 3/48; C11D 7/26; C11D 7/50;
C11D 7/20

(13) B

(21) 1-2018-03736

(22) 06/02/2017

(86) PCT/EP2017/052541 06/02/2017

(87) WO2017/144260 A1 31/08/2017

(30) 16156825.8 23/02/2016 EP

(45) 25/11/2022 416

(43) 26/11/2018 368A

(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

Port Sunlight, Wirral, Merseyside, CH62 4ZD, United Kingdom

(72) BHATTACHARYA Arpita (IN); BISWAS Sarmista (IN); SHAH Bijal Dharmvirbhai (IN); VADHYAR Jayashree Anantharam (IN).

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

(54) CHẾ PHẨM VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ VẬT NỀN

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm và phương pháp xử lý vật nền, ví dụ như vải dệt; đặc biệt là, chế phẩm có thể mang lại lợi ích kháng vi sinh và làm sạch cho vải dệt mà nhờ đó trì hoãn việc giặt giũ. Có một nhu cầu chưa được giải quyết đối với chế phẩm có thể làm sạch vải dệt và mang lại lợi ích kháng vi sinh mà không cần sử dụng nước và chất tẩy giặt. Do đó, mục đích của sáng chế này là đề xuất chế phẩm không chứa chất hoạt động bề mặt có thể mang lại lợi ích kháng vi sinh và làm sạch thông qua một sản phẩm duy nhất. Đã phát hiện ra rằng lợi ích kháng vi sinh và làm sạch trên vải có thể đạt được bằng hỗn hợp dung môi của ete glycol, este của axit béo và diol kết hợp với hạt kháng vi sinh lưỡng cực trong dung dịch ở thể nước.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm và phương pháp xử lý vật nền, ví dụ như vải; đặc biệt là, chế phẩm có thể mang lại lợi ích kháng vi sinh và làm sạch vải dệt, nhờ đó trì hoãn việc giặt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nước đang ngày trở thành một mặt hàng khan hiếm, đặc biệt ở các quốc gia đang phát triển, nơi không hiếm gặp cảnh người dân phải đi bộ hàng cây số để tới nguồn nước. Do đó, có một nhu cầu ngày càng gia tăng đối với việc tiết kiệm nước.

Một cách để tiết kiệm nước là tái sử dụng nước và một cách khác là giảm lượng nước được sử dụng.

Quá trình làm sạch, bao gồm giặt giũ quần áo, rửa bát và các quá trình làm sạch đồ gia dụng khác, cần một lượng nước lớn trên khắp thế giới. Đây là những công việc vất hàng ngày trong đó việc sử dụng nước và chất tẩy giặt là không thể tránh khỏi. Việc sử dụng chất tẩy giặt để giặt quần áo tiêu tốn một lượng nước lớn và hiện nay gần như không thể làm sạch vải mà không sử dụng chất tẩy giặt. Do đó, có một nhu cầu đã từ lâu mà chưa được giải quyết đối với chế phẩm có thể làm sạch vải và mang lại ích kháng vi sinh mà không sử dụng nước và chất tẩy giặt.

WO 03/044149 (Unilever) bộc lộ quy trình làm sạch vật nền, quy trình bao gồm các bước cho vật nền tiếp xúc với chế phẩm chứa ít nhất hai chất lỏng cùng có chung bề mặt chất lỏng-chất lỏng với sức căng bề mặt ít nhất bằng 5 mN/m và đảo lắc vật nền và/hoặc chế phẩm trong khi chúng tiếp xúc với nhau, trong đó chế phẩm và/hoặc vật nền cũng được xử lý siêu âm trước khi và/hoặc trong khi đảo lắc. Chế phẩm này không chứa hạt kháng vi sinh lưỡng cực.

WO99/02549 A1 (Colgate Palmolive) bộc lộ chất mang được kết tụ dạng hạt được mô tả là phù hợp để sử dụng trong hỗn hợp với chế phẩm tẩy giặt và có

khả năng lắng đọng một lượng hiệu quả chất kháng vi sinh lên vải dệt được giặt và đem lại lượng hiệu quả của chất kháng vi sinh tương tự trong dung dịch giặt. Chất mang là chất kết tụ của đất sét loại smectit và chất kháng vi sinh.

WO11036031 A1 (Unilever) bộc lộ hạt kháng vi sinh lưỡng cực để sử dụng trong chế phẩm tẩy giặt, chất xả vải, chế phẩm chăm sóc cá nhân và mỹ phẩm và quy trình để điều chế hạt này. Theo quan điểm nêu trên, mục đích của sáng chế này là nhằm đề xuất chất kháng vi sinh ổn định được cố định trong hạt mang.

WO0024856 A1 (P & G) bộc lộ các chế phẩm, phương pháp chăm sóc vải và sản phẩm để xử lý vải, chứa lượng hiệu quả của polysacarit chăm sóc vải với cấu trúc hình cầu.

WO04035724 A1 (Reckitt Benckiser Ltd) bộc lộ chất kháng vi sinh không cation chứa chế phẩm mà bung nở khi cho vào nước. Chế phẩm này có đặc tính nở, khử trùng và làm sạch tốt.

WO04035726 A1 (Reckitt Benckiser Ltd) bộc lộ chế phẩm dạng lỏng ở thể nước được làm đặc để làm sạch và/hoặc khử trùng chứa: nguồn kiềm; ít nhất một chất hoạt động bề mặt được chọn từ chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt không ion và các hỗn hợp của chúng; ít nhất một chất làm đặc được chọn từ polysacarit, polycarboxylat, polyacrylamit, đất sét và hỗn hợp của chúng; dung môi được chọn từ rượu, glycol ete và hỗn hợp của chúng; ít nhất một chất mài mòn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế này là trì hoãn việc giặt.

Mục đích khác của sáng chế này là đề xuất chế phẩm có thể mang lại lợi ích kháng vi sinh và làm sạch chỉ bằng duy nhất một sản phẩm.

Mục đích khác nữa của sáng chế này là đề xuất chế phẩm làm sạch không chứa chất hoạt động bề mặt.

Bất ngờ là, đã phát hiện ra rằng lợi ích kháng vi sinh và làm sạch trên vải có thể đạt được bằng hỗn hợp dung môi của glycol ete, este của axit béo và diol kết hợp với hạt kháng vi sinh lưỡng cực trong dung dịch nước.

Theo đó, theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm hệ nước chứa:

a) hỗn hợp dung môi với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 60% trọng lượng, chứa:

i. diol với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 25% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi, là diol kế cận với chuỗi cacbon có chiều dài từ 7 đến 14 cacbon;

ii. este của axit béo với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 80% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi, có công thức R_1COR_2 trong đó R_1 là nhóm alkyl có từ 6 đến 15 nguyên tử cacbon và R_2 tốt hơn là methyl hoặc ethyl;

iii. glycol ete với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 80% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi;

b) hạt kháng vi sinh lưỡng cực với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5% trọng lượng là hạt đất sét không đối xứng 1:1 hoặc 2:1:1 bao gồm tám tứ diện và các tám bát diện xen kẽ kết thúc bằng một tám tứ diện tại một bề mặt mặt phẳng phía ngoài và một tám bát diện ở bề mặt mặt phẳng phía ngoài khác và một nhóm kháng vi sinh được gắn vào cation kết hợp trên một trong số các bề mặt mặt phẳng phía ngoài nêu trên, trong đó nhóm kháng vi sinh được chọn từ chất liệu amoni bậc bốn bao gồm chuỗi dài alkyl hoặc alkenyl đơn có chiều dài mạch trung bình lớn hơn hoặc bằng 20 nguyên tử carbon hoặc chất liệu amoni bậc bốn được chọn từ xetylpyridini clorua (CPC), xetyltrimetyl amoni bromua (CTAB), benzylkoni (BKC), benzethoni clorua, xetrimet, quaterni, polyhexametylen BH, rượu kháng vi sinh, phenol kháng vi sinh, axit/muối hữu cơ kháng vi sinh, kẽm pyrrithion, ketoconazol, octopirox hoặc các hỗn hợp của chúng; và

c) nước.

Theo khía cạnh thứ hai, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp xử lý vật nền bao gồm các bước theo trình tự cho chế phẩm theo sáng chế lên vật nền; và để cho vật nền khô.

Việc sử dụng chế phẩm theo sáng chế đem lại lợi ích là kháng vi sinh và làm sạch.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong nội dung của sáng chế này, dẫn chiếu đến vật nền có nghĩa là bề mặt cứng hoặc vải.

Những khía cạnh này và khía cạnh khác, đặc tính và ưu thế sẽ trở nên rõ ràng với người có trình độ thông thường trong lĩnh vực khi đọc mô tả chi tiết và yêu cầu bảo hộ. Để tránh nghi ngờ, bất kỳ đặc tính của khía cạnh nào theo sáng chế có thể được sử dụng trong khía cạnh bất kỳ theo sáng chế. Từ "chứa" có nghĩa là "trong đó có" nhưng không nhất thiết là "bao gồm" hoặc "gồm". Nói cách khác, các bước hoặc các lựa chọn được liệt kê không cần phải đầy đủ. Cần lưu ý rằng các ví dụ đưa ra trong mô tả dưới đây nhằm mục đích làm sáng tỏ sáng chế và không nhằm giới hạn sáng chế trong những ví dụ đó. Tương tự, tất cả phần trăm là tỷ lệ phần trăm trọng lượng/trọng lượng trừ khi có chỉ định khác. Trừ những ví dụ về hoạt động và ví dụ so sánh, hoặc những chỗ được chỉ ra khác đi một cách rõ ràng, tất cả các số trong mô tả này chỉ ra lượng vật liệu hoặc các điều kiện phản ứng, các tính chất vật lý của vật liệu và/hoặc sử dụng phải được hiểu là đã được biến đổi bởi từ "khoảng". Các dải giá trị được biểu hiện dưới dạng "từ x đến y" được hiểu là bao gồm cả x và y. Đối với điểm đặc trưng cụ thể, các dải phạm vi ưu tiên được mô tả dưới dạng "từ x đến y", điều này phải được hiểu rằng tất cả các dải có các giá trị mức cuối khác nhau cũng được tính đến.

Sáng chế đề xuất chế phẩm hệ nước để xử lý vật nền, chế phẩm chứa hỗn hợp dung môi và hạt kháng vi sinh lưỡng cực. Sự cân bằng của chế phẩm được tạo ra lên đến 100% trọng lượng với nước.

Hỗn hợp dung môi

Chế phẩm hệ nước theo sáng chế này chứa hỗn hợp dung môi bao gồm diol, este của axit béo và glycol ete.

Diol:

Diol được sử dụng theo sáng chế này là diol kế cận với chiều dài chuỗi cacbon từ 7 đến 14 nguyên tử cacbon bao gồm 1,2-heptandiol, 1,2-nonandiol, 1,2-decandiol, 1,2-dodecandiol, 1,2-tetradecandiol.

Diol được ưu tiên là 1,2-octandiol do hiệu suất vượt trội của nó khi kết hợp với glycol ete, este của axit béo và hạt kháng vi sinh lưỡng cực.

Diol có mặt ở nồng độ từ 2 đến 25%, tốt hơn là ít nhất 3%, tốt hơn nữa là ít nhất 5%, tốt hơn nữa là ít nhất 10% nhưng thường không quá 20%, tốt hơn là không quá 15% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi.

Glycol ete:

Glycol ete theo sáng chế bao gồm các chất như DOWANOLTM (nhãn hiệu của Dow Chemical Company) loạt sản phẩm P và E bao gồm glycol ete hoặc este của glycol ete hòa tan trong nước và không hòa tan, etylen glycol mono n-butyl ete, etylen glycol monometyl ete, propylen glycol monometyl ete, propylen glycol mono n-butyl ete (PnB), dipropylen glycol monometyl ete, dipropylen glycol mono propyl ete (DPnP), dipropylen glycol mono n-butyl ete (DPnB), và dietylen glycol butyl ete (DB), propylen glycol mono phenyl ete, propylen glycol monometyl ete axetat. Tuy nhiên, loạt sản phẩm P của glycol ete được ưu tiên hơn so với loạt sản phẩm E vì chúng an toàn với môi trường hơn.

Glycol ete được ưu tiên được chọn dựa trên tham số hòa tan Hansen. Nếu vết bẩn đích được coi là dịch cơ thể hoặc bã nhờn hoặc các vết bẩn nhờn/dầu mỡ phổ biến như dầu ăn/DMO, các glycol ete có trị số RED nhỏ hơn 2 đối với các loại vết bẩn này đã được chứng minh là có hiệu quả. RED tức là sự khác biệt năng lượng tương đối, cho biết mức độ hòa tan của chất tan trong một dung môi cụ thể. RED là một đại lượng không thứ nguyên mà về cơ bản là tỷ lệ R_a/R_0 . Trong hệ ba tọa độ R_0 được xác định là bán kính tương tác tối đa của chất hòa

tan và R_a được xác định là bán kính tương tác cho dung môi tương ứng. RED được tính toán bằng cách sử dụng các tham số hòa tan bao gồm các thành phần liên kết phân cực, liên kết phân tán và liên kết hydro của các tương tác liên kết phân tử liên quan đến cả dung môi và chất tan. Dipropylen glycol n-butyl ete, dipropylen glycol dimetyl ete và dipropylen glycol metyl ete axetat được ưu tiên nhất.

Glycol ete có mặt ở nồng độ từ 2 đến 80%, tốt hơn là không quá 70%, tốt hơn nữa là không quá 60%, tốt hơn nữa là không quá 50%, thậm chí tốt hơn là không quá 40% nhưng thường không dưới 5%, tốt hơn là không dưới 10%, tốt hơn nữa là không dưới 15%, tốt hơn nữa là không dưới 20%, thậm chí tốt hơn nữa là không dưới 25% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi,.

Este của axit béo:

Este của axit béo theo sáng chế này có công thức:



trong đó R_1 là nhóm alkyl có từ 6 đến 15 nguyên tử cacbon và R_2 tốt hơn là metyl hoặc etyl.

Các este được ưu tiên là các este mà trong đó R_1CO là nhóm axyl béo mạch có chuỗi tương đối dài, tức là trong đó R_1 có từ 7 đến 13 nguyên tử cacbon. Trong các hợp chất này, R_2 tốt hơn là gốc metyl.

Metyl laurat và olefinicmetyl laurat, tức là metyl dodec-9 enoat, được đặc biệt ưu tiên do hiệu suất và sự có sẵn của nó.

Este của axit béo có mặt ở nồng độ từ 2 đến 80%, tốt hơn là không quá 70%, tốt hơn nữa là không quá 60%, tốt hơn nữa là không quá 50%, thậm chí tốt hơn là không quá 40% nhưng thường không dưới 5%, tốt hơn là không dưới 10%, tốt hơn nữa là không dưới 15%, tốt hơn nữa là không dưới 20%, thậm chí tốt hơn nữa là không dưới 25% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi.

Hỗn hợp dung môi có mặt trong chế phẩm ở nồng độ từ 1 đến 60%, tốt hơn là không dưới 5%, tốt hơn nữa là không dưới 10%, tốt hơn nữa là không

dưới 15%, thậm chí tốt hơn là không dưới 20% nhưng thường không quá 55%, tốt hơn là không quá 50%, tốt hơn nữa là không quá 45%, vẫn tốt hơn nữa là không quá 40% hoặc thậm chí không quá 35% trọng lượng chế phẩm.

Hạt kháng vi sinh lưỡng cực

Hạt kháng vi sinh lưỡng cực theo sáng chế là hạt đất sét không đối xứng 1:1 hoặc 2:1:1 bao gồm tấm tứ diện và các tấm bát diện xen kẽ kết thúc bằng một tấm tứ diện tại một bề mặt mặt phẳng phía ngoài và một tấm bát diện ở bề mặt mặt phẳng phía ngoài khác và nhóm kháng vi sinh được gắn vào cation kết hợp trên một trong số các bề mặt mặt phẳng phía ngoài nêu trên.

Nhóm kháng vi sinh được chọn từ chất liệu amoni bậc bốn bao gồm chuỗi dài alkyl hoặc alkenyl đơn có chiều dài chuỗi trung bình lớn hơn hoặc bằng 20 nguyên tử carbon hoặc chất liệu amoni bậc bốn được chọn từ xetylpyridini clorua (CPC), xetyltrimetyl amoni bromua (CTAB), benzylkoni (BKC), benzethoni clorua, xetrimet, quaterni, polyhexametylen BH, rượu kháng vi sinh, phenol kháng vi sinh, axit/muối hữu cơ kháng vi sinh, kẽm pyrithion, ketoconazol, octopirox hoặc các hỗn hợp của chúng.

Nhóm kháng vi sinh được ưu tiên là xetylpyridini clorua (CPC).

Các hạt kháng vi sinh lưỡng cực được bộc lộ trong WO 2011/036031.

Hạt kháng vi sinh lưỡng cực có mặt trong chế phẩm ở nồng độ từ 0,2 đến 5%, tốt hơn là không dưới 0,25%, tốt hơn nữa là không dưới 1%, tốt hơn nữa là không dưới 1,5%, thậm chí tốt hơn là không dưới 2% nhưng thường không quá 4,5%, tốt hơn là không quá 4%, tốt hơn nữa là không quá 3,5%, tốt hơn nữa là không quá 3% hoặc thậm chí không quá 2,5% trọng lượng chế phẩm.

Nước

Chế phẩm theo sáng chế này là chế phẩm hệ nước có chứa nước. Chế phẩm được tạo thành lên đến 100 phần trăm bằng việc cho thêm nước. Tốt hơn là, chế phẩm chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 39,9 đến 98,9% trọng lượng.

Các thành phần tùy chọn

Chế phẩm làm sạch có thể chứa các thành phần bổ sung như chất nhũ hóa polyme, chất hoạt động bề mặt không ion, SRP (polyme giải phóng vết bẩn), hương liệu, chất bảo quản, chất làm sáng, muối để kiểm soát độ nhớt, chất điều chỉnh độ pH hoặc dung dịch đệm, enzym, v.v. Theo sáng chế, Pemulen và Novemer EC2 được cung cấp bởi Lubrizol có thể được sử dụng làm chất nhũ hóa polyme. Các chất này là polyacrylat có trọng lượng phân tử cao mà có cả gốc kỵ nước và gốc ưa nước. Các chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp là rượu béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh hoặc sản phẩm ngưng tụ của rượu béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh và alkylen oxit (ví dụ như: etylen oxit và/hoặc propylen oxit), tốt hơn là etylen oxit (còn được gọi là rượu béo được etoxyl hóa hoặc rượu etoxyl). Rượu béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 5 đến 8 nguyên tử cacbon. Khi rượu béo được alkoxyl hóa, số lượng nhóm alkylen oxit không quá 5, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 4. Các nhóm etylen oxit (EO) được ưu tiên nhất. Theo sáng chế, Neodol được cung cấp bởi Shell có thể được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt không ion. Ví dụ về SRP (polyme giải phóng vết bẩn) có thể được sử dụng trong sáng chế này là Texcare SRN UL. Hương liệu, chất bảo quản, chất làm sáng, muối để kiểm soát độ nhớt, chất điều chỉnh độ pH hoặc chất đệm, enzym, v.v. là các thành phần tùy chọn khác có thể có mặt.

Quy trình xử lý vải

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý vật nền bao gồm các bước theo trình tự cho chế phẩm theo sáng chế lên vật nền và để khô vật nền.

Chế phẩm có thể được cho bằng phương pháp bất kỳ nào đã biết như sử dụng khăn lau, thiết bị phun gồm có súng phun, máy phun, hoặc áp trực tiếp.

Tùy chọn, vật nền có thể được tráng sau khi cho chế phẩm và trước khi để khô.

Sử dụng chế phẩm

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề cập đến việc sử dụng chế phẩm theo sáng chế để làm sạch và mang lại các lợi ích kháng vi sinh.

Dạng sản phẩm

Chế phẩm có thể có hai dạng: dạng phun và lau. Dạng phun có thể được sử dụng cho các vùng có vấn đề ví dụ như nách, cổ áo/cổ tay áo hoặc có thể được sử dụng cho toàn bộ vải. Điều này sẽ đem lại lợi ích kháng vi sinh và cho hương liệu. Đối với các dạng lau, chế phẩm cần phải được đổ lên vải không dệt được làm từ polypropylen. Dạng này có thể được cho và chà trực tiếp lên vùng bị bẩn/vết bẩn. Việc cho này có thể đem lại lợi ích làm sạch, kháng vi sinh cũng như cho hương liệu.

Ví dụ thực hiện sáng chế

	Hóa chất/Chất	Phân loại	Nhà sản xuất/nhà cung cấp
Glycol ete	Dipropylen glycol n-butyl ete	Phòng thí nghiệm	Aldrich
Este của axit béo	Metyl laurat	Thương mại	KLK
Diol	1,2-Octan diol	Thương mại	Avra synthesis pvt ltd
Chất hoạt động bề mặt không ion	Neodol 25-7 (có từ 12 đến 15 nguyên tử cacbon, trung bình khoảng từ 7 mol etylen oxit trên mỗi mol rượu)	Thương mại	Shell
Chất nhũ hóa	Pemulen TR2 (polyacrylat có trọng lượng phân tử cao)	Thương mại	Lubrizol corporation

polyme			
NaOH	Natri hydroxit	Phòng thí nghiệm	Aldrich
Hương liệu	Tử đình hương	Thương mại	Givaudan India Pvt Ltd

Nguyên liệu

Điều chế hạt kháng vi sinh lưỡng cực

	Hóa chất/Chất	Phân loại	Nhà sản xuất/nhà cung cấp
CPC	Hexadecylpyridin clorua, Monohydrat	Phòng thí nghiệm	Aldrich
Đất sét	Nhôm silicat (1:1)	Siêu tủa sáng 90 (SS90)	English Indian Clays Ltd

Tủ hút khí, cân điện tử và máy khuấy từ được lau bằng etanol (99,9%), và cốc, xi lanh đo, cá từ, và ống ly tâm được tráng bằng nước MQ hấp và sau đó bằng etanol.

250 gram đất sét được lấy trong cốc và 2,5 lít nước MQ hấp được thêm vào. Độ pH của huyền phù được điều chỉnh đến ~9 bằng cách sử dụng NaOH 0,1N. Huyền phù được khuấy trong 15 phút bằng máy khuấy từ.

125 gram xetylpyridini clorua được thêm từ từ vào huyền phù này trong khi được khuấy. Cốc được phủ bằng lá nhôm và huyền phù được khuấy liên tục trong 4 giờ. Sau 4 giờ, máy khuấy đã được tắt và huyền phù được đặt trong tủ hút khí trong 2 giờ để cân bằng. Huyền phù được chia đều vào bốn ống ly tâm và ly tâm trong 15 phút ở 4000 vòng/phút. Phần nổi phía trên đã được loại bỏ và nước MQ hấp được thêm vào ống để tráng. Nước được tách ra bằng cách ly tâm và quá trình này được lặp lại 3 lần nữa.

Cuối cùng đất sét được tráng bằng etanol và một lần nữa tách ra bằng cách ly tâm. Các thành và máng lò đã được lau bằng etanol và đất sét được tráng để làm khô ở 40 đến 50 độ C. Đất sét khô được nghiền trong cối và giã bằng chày (được tráng bằng etanol) và được bảo quản trong bình chứa sạch và tiệt trùng.

Điều chế chế phẩm và trình tự thêm vào:

Tất cả các dung môi, có nghĩa là Glycol ete, este của axit béo và diol được trộn lẫn trong một máy trộn xoáy trong 5 phút để điều chế hỗn hợp đồng nhất. Chất nhũ hóa polyme và hương liệu sau đó được thêm vào hỗn hợp dung môi và khuấy trong 5 phút. Hỗn dịch của các hạt kháng vi sinh lưỡng cực trong nước đã được điều chế trước sự có mặt của chất hoạt động bề mặt không ion. Sau đó, hỗn hợp của dung môi và chất nhũ hóa được thêm từ từ vào phần ở thể nước trong điều kiện trộn cao được duy trì bằng cách khuấy (Heidolph) ở 13000-18000 vòng/phút. Việc trộn được tiếp tục ở 15 phút để đạt được nhũ tương đồng nhất màu trắng.

Quy trình làm bản vải:

Lợi ích làm sạch được đánh giá trên các tấm thử nghiệm nhân tạo như WFK, tức là WFK 10D (bông), WFK 20D (polycotton), WFK 30D (polyeste) do WFK, Đức cung cấp. Các mẫu vải WFK là hỗn hợp vết bản tạo thành từ các hạt vết bản và vết bản nhòn.

Quy trình xử lý vải:

0,5 ml dung dịch/chế phẩm thử nghiệm đã được thêm vào tấm thử nghiệm và được giữ tiếp xúc trong 5 phút và sau đó được giữ trong máy đo tốc độ L/C (chất lỏng/vải) ~80:1 ở 90 vòng/phút trong 2 phút trong nước khử ion. Chỉ chuẩn bị một lần giữ. Đánh giá việc làm sạch được thực hiện sau khi làm khô vải.

Đánh giá vải:

Đánh giá việc làm sạch được thực hiện trên vải WFK bằng cách quan sát hệ số phản xạ của vải tại 460 nm. Sự khác biệt trong hệ số phản xạ ban đầu và hệ số phản xạ cuối cùng (ΔR) được đo bằng cách máy quang phổ (Gretag

Macbeth Color-Eye 7000A). Sự khác biệt càng lớn trong trị số ΔR có nghĩa là việc làm sạch đạt được với dung dịch thử nghiệm càng tốt.

Hiệu suất làm sạch được coi là tốt nếu Delta-R trên vải bông là trên 15.

Quy trình và thử nghiệm đối với lợi ích kháng vi sinh:

Hiệu quả vệ sinh của chế phẩm được đánh giá bằng thử nghiệm trên tám vi khuẩn in vitro.

Quy chuẩn: Thử nghiệm huyền phù Châu Âu (EST) hoặc BS EN 1276 B

Vi khuẩn thử nghiệm: *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 (Gram dương)

Escherichia coli ATCC 10536 (Gram âm)

Vi khuẩn thử nghiệm được sinh trưởng qua đêm ở 37°C trên đĩa TSA. Các khuẩn lạc nuôi cấy trưởng thành đã treo lơ lửng lại trong dung dịch nước muối 0,9%. Mật độ tế bào nuôi cấy đã được điều chỉnh để có được số lượng cuối cùng là 1×10^8 CFU/ml, dựa trên biểu đồ hiệu chuẩn mật độ quang học (OD) 620nm (0,2 OD ở 620nm và 0,8 OD ở 620nm đối với vi khuẩn nói trên). 8ml dung dịch thử nghiệm được lấy trong bình chứa mẫu vô trùng và 1ml mẫu nuôi cấy thử nghiệm với 1ml 0,3% (w/v) BSA hoặc albumin huyết thanh bò (protein) được thêm vào. Sau thời gian tiếp xúc đã được xác định, 1ml hỗn hợp trên đã được trung hòa ngay lập tức trong canh Dey Engley được trung hòa 9ml và mạ trên Tryptic Soy Agar làm trùng lặp. Trong trường hợp đối chứng, 1ml mẫu nuôi cấy thử nghiệm được trộn lẫn với 1ml BSA 0,3% và thêm vào 8ml nước cứng, và được pha loãng từng kỳ và mạ trên TSA. Sau khi đông đặc, các đĩa được ủ ở 37°C trong 48 giờ, và các khuẩn lạc còn lại được đếm. Trong các ví dụ, trị số log của đơn vị hình thành khuẩn lạc còn lại (CFU) được đưa ra và so sánh. Trong so sánh, log giảm 1 giá trị có nghĩa là giết chết nhiều gấp 10 lần. Do đó, ví dụ như, khi dưới điều kiện so sánh, trị số log còn lại là 4 hoặc 10000 CFU, và chế phẩm theo sáng chế là 2, tức là 100, sau đó điều này có nghĩa là nuôi cấy cuối cùng được xử lý với chế phẩm theo sáng chế chỉ có 1% vi khuẩn còn lại so với chế phẩm so sánh.

Lợi ích kháng vi sinh được coi là tốt nếu độ giảm log lớn hơn 4.

Tốt hơn là, chế phẩm theo sáng chế nên ưu việt hơn trong cả hai lợi ích làm sạch và kháng vi sinh.

Ví dụ 1: Ảnh hưởng của từng thành phần của chế phẩm đến hiệu suất làm sạch

Trong ví dụ này, chế phẩm theo sáng chế (glycol ete + este của axit béo + diol + hạt kháng vi sinh lưỡng cực) được so sánh với các chế phẩm so sánh ngoài phạm vi của sáng chế.

Bảng 1

Chế phẩm *	Delta R 460		
% trọng lượng	WFK 10D (bông)	WFK 20D (polycotton)	WFK 30D (polyeste)
Glycol ete (5%) + este của axit béo (5%) + Diol (2%) + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực (0,5%)	15,46	19,60	11,82
Glycol ete (10%) + Diol (2%) + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực (0,5%)	7,35	8,95	11,60
Este của axit béo (10%) + Diol (2%) + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực (0,5%)	13,69	19,19	19,87
Este của axit béo (6%) + Glycol ete (6%) + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực (0,5%)	10,17	16,21	13,57
Diol (12%) + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực (0,5%)	9,54	10,59	11,24
Axit béo este (12%) + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực (0,5%)	10,14	6,31	13,63
Glycol ete (12%) + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực (0,5%)	6,97	13,74	16,89

*tất cả các chế phẩm trong bảng này còn chứa thêm 1,85% trọng lượng thành phần tùy chọn (NaOH, PemulenTR2, chất hoạt động bề mặt không ion, hương liệu) và 85,65% trọng lượng nước

Bảng trên cho thấy chế phẩm theo sáng chế mang lại độ làm sạch ưu việt khi so sánh với bất kỳ sự kết hợp nào khác ngoại trừ sự kết hợp giữa este của axit béo, diol và hạt kháng vi sinh lưỡng cực. Tuy nhiên, có thể lưu ý dưới đây trong Ví dụ 2 rằng lợi ích kháng vi sinh được mong muốn không đạt được với sự kết hợp của este của axit béo, diol và hạt kháng vi sinh lưỡng cực.

Ví dụ 2: Ảnh hưởng của từng thành phần chế phẩm lên lợi ích kháng vi sinh

Trong ví dụ này, chế phẩm theo sáng chế (Glycol ete + Este của axit béo + Diol + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực) được so sánh với các chế phẩm so sánh với ít nhất một trong các thành phần của chế phẩm bị thiếu.

Bảng 2

Chế phẩm (% trọng lượng)	Thành phần tùy chọn (% trọng lượng) *	Nước (% trọng lượng)	<i>S. aureus</i> Đối chứng hoặc số đếm ban đầu, log CFU/ml	<i>S. aureus</i> Độ giảm theo log	<i>E. coli</i> Đối chứng hoặc số đếm ban đầu, log CFU/ml	<i>E. coli</i> Độ giảm theo log
12% Diol + 1% Hạt kháng vi sinh lưỡng cực	1,845	85,155	7,51	6,51	7,96	6,96
12% Glycol ete + 1% Hạt kháng vi sinh lưỡng cực	1,845	85,155		3,40		5,31
12% este của axit béo + 1% Hạt kháng vi sinh lưỡng cực	1,845	85,155		0,81		1,26
2% Diol + 10% Glycol ete + 1% Hạt kháng vi sinh lưỡng cực	1,845	95,155		4,59		4,24
2% Diol + 10% este của axit béo + 1% Hạt kháng vi sinh lưỡng cực	1,845	95,155		1,78		6,96

6% Glycol ete + 6% este của axit béo + 1% Hạt kháng vi sinh lượng cực	1,845	85,155		0,81		1,26
2% Diol + 5% Glycol ete + 5% este của axit béo	1,845	86,155		1,27		6,96
1% Hạt kháng vi sinh lượng cực	1,845	97,155		0,44		0,30
2% Diol + 5% Glycol ete + 5% este của axit béo + 1% Hạt lượng cực kháng vi sinh	1,845	85,155		4,85		6,96
* thành phần tùy chọn là NaOH, PemulenTR2, chất hoạt động bề mặt không ion, hương liệu						

Sự kết hợp của diol và hạt kháng sinh lưỡng cực đem lại độ giảm log của Gram dương và Gram âm nhưng như đã thấy trong ví dụ 1, hiệu suất làm sạch không chỉ được cho thông qua diol và hạt kháng vi sinh lưỡng cực. Việc thêm este của axit béo vào sự kết hợp này mang lại hiệu quả làm sạch cao, nhưng hiệu quả kháng vi sinh bị cản trở, đặc biệt là đối với vi khuẩn Gram dương. Hiệu quả kháng vi sinh là tốt nhất khi thêm glycol ete vào sự kết hợp của diol, este của axit béo và hạt kháng vi sinh lưỡng cực. Bảng trên cũng cho thấy sự kết hợp giữa diol, glycol ete và este của axit béo không mang lại hiệu quả kháng vi sinh cho Gram dương.

Ví dụ 3: Lượng hạt kháng vi sinh lưỡng cực trong chế phẩm và ảnh hưởng của nó đối với lợi ích kháng vi sinh:

Trong ví dụ này, chế phẩm theo sáng chế (Glycol ete + Este của axit béo + Diol + Hạt kháng vi sinh lưỡng cực) được so sánh với các chế phẩm so sánh với lượng hạt kháng vi sinh lưỡng cực thấp hơn.

Bảng 3

	% nước trong chế phẩm	<i>S. aureus</i> Đối chứng hoặc Số đếm ban đầu, CFU/ml	Số đếm phần còn lại, CFU/ml	<i>S. aureus</i> Đối chứng hoặc Số đếm ban đầu, CFU/ml	Số đếm phần còn lại, Log CFU/ml	Độ giảm theo log
2% OD + 5% BPP + 5% ML (không có hạt kháng vi sinh lưỡng cực)	88,00	1,10E + 07	4,07E + 05	7,04	5,61	1,43
2% OD + 5% BPP + 5% ML + 1% hạt kháng vi sinh lưỡng cực	87,00		1,15E + 02		2,06	4,98
2% OD + 5% BPP + 5% ML + 0,25% hạt kháng vi sinh lưỡng cực	87,75		3,31E + 02		2,52	4,52
2% OD + 5% BPP + 5% ML + 0,1% hạt lưỡng cực kháng vi sinh	87,90		3,47E + 04		4,54	2,50

Bảng trên cho thấy lợi ích kháng vi sinh vượt trội đạt được với nồng độ kháng vi sinh lưỡng cực như đã nêu trong sáng chế nhưng kết quả tốt nhất thấy được khi hạt kháng vi sinh lưỡng cực ở mức 0,25% trở lên. Tăng mức độ của các hạt kháng vi sinh lưỡng cực, tức là trên 1% sẽ mang lại lợi ích kháng vi sinh tương tự hoặc tốt hơn, tuy nhiên nó sẽ để lại phần hạt còn lại không mong muốn trên hàng may mặc, đặc biệt là nếu quần áo không được giữ sạch thêm.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm hệ nước để xử lý vật nền, chứa:

a) hỗn hợp dung môi với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 60% trọng lượng, chứa:

i. diol với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 25% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi, là diol kế cận với chuỗi cacbon có chiều dài từ 7 đến 14 cacbon;

ii. este của axit béo với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 80% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi, có công thức R_1COR_2 trong đó R_1 là nhóm alkyl có từ 6 đến 15 nguyên tử cacbon và R_2 tốt hơn là methyl hoặc etyl;

iii. glycol ete với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 80% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp dung môi;

b) hạt kháng vi sinh lưỡng cực với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5% trọng lượng là hạt đất sét không đối xứng 1:1 hoặc 2:1:1 bao gồm tấm tứ diện và các tấm bát diện xen kẽ kết thúc bằng một tấm tứ diện tại một bề mặt phẳng phía ngoài và một tấm bát diện ở bề mặt phẳng phía ngoài khác và một nhóm kháng vi sinh được gắn vào cation kết hợp trên một trong số các bề mặt phẳng phía ngoài nêu trên, trong đó nhóm kháng vi sinh được chọn từ chất liệu amoni bậc bốn bao gồm chuỗi dài alkyl hoặc alkenyl đơn có chiều dài mạch trung bình lớn hơn hoặc bằng 20 nguyên tử carbon hoặc chất liệu amoni bậc bốn được chọn từ xetylpyridini clorua (CPC), xetyltrimetyl amoni bromua (CTAB), benzylkoni (BKC), benzethoni clorua, xetrimet, quaterni, polyhexametylen BH, rượu kháng vi sinh, phenol kháng vi sinh, axit/muối hữu cơ kháng vi sinh, kẽm pyrithion, ketoconazol, octopirox hoặc các hỗn hợp của chúng; và

c) nước

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 39,9 đến 98,9% trọng lượng.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó diol là 1,2-octandiol.
4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm chứa hạt kháng vi sinh lưỡng cực với lượng nằm trong khoảng từ 0,25 đến 5% trọng lượng.
5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó este của axit béo là metyl laurat.
6. Phương pháp xử lý vật nền bao gồm các bước theo trình tự:
 - a) cho chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5 lên vật nền; và,
 - b) để cho vật nền khô.