



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

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

(11)



1-0034599

(51)⁷ C11D 3/40; C09B 19/00; C11D 11/00

(13) B

(21) 1-2018-03031

(22) 10/01/2017

(86) PCT/EP2017/050384 10/01/2017

(87) WO2017/121714 A1 20/07/2017

(30) 16151400.5 15/01/2016 EP

(45) 25/01/2023 418

(43) 25/12/2018 369A

(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

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

(72) BATCHELOR Stephen Norman (GB); BURNHAM Neil Stephen (GB).

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

(54) CHẾ PHẨM TẨY GIẶT VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ VẢI DỆT Ở QUY MÔ GIA ĐÌNH

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm tẩy giặt làm trắng và làm sáng ở quy mô gia đình.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất tẩy trắng quang học màu xanh-tím và việc dùng chất tẩy trắng quang học màu xanh-tím trong chế phẩm tẩy giặt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thuốc nhuộm bóng là các thuốc nhuộm màu xanh hoặc tím, đọng lại trên vải sau khi giặt tẩy tạo ra màu xanh hoặc tím, làm tăng độ trắng của vải. Thuốc nhuộm bóng được đề cập trong WO 2012/172038 (Unilever).

WO2005/003277 (Unilever) bộc lộ các thuốc nhuộm xanthen làm chất tẩy trắng quang học hiệu quả. Các hợp chất có màu đỏ và để có được màu xanh-tím, hợp chất phải được trộn với thuốc nhuộm màu xanh dương-xanh lá cây. Thuốc nhuộm xanthen chứa hệ thơm gồm các vòng 3 và 6 cạnh ngưng tụ, và do đó đơn giản hơn nhiều so với chất tẩy trắng quang học trong chất giặt tẩy phthaloxyanin được phủ kim loại màu xanh được đề cập trong WO2005/014769 (Ciba).

US2006/230547 bộc lộ thuốc nhuộm phenoxazin và việc sử dụng nó làm thuốc nhuộm tóc.

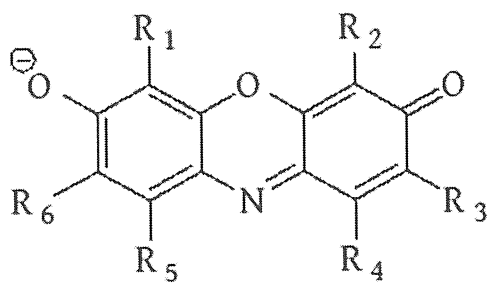
Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Có nhu cầu đối với chất tẩy trắng quang học màu xanh-tím hiệu quả để sử dụng trong chế phẩm tẩy giặt dựa trên cấu trúc ba vòng ngưng tụ đơn giản được đề xuất trong bản mô tả sáng chế này.

Theo một khía cạnh, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm tẩy giặt chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 70% trọng lượng, tốt hơn là từ 5 đến 30% trọng lượng; và,

(ii) thuốc nhuộm phenoxazin màu xanh hoặc tím có công thức dưới đây và N-oxit của nó, dưới dạng muối natri, với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng:



trong đó từ R_1 đến R_6 độc lập được chọn từ H và Cl và trong đó ít nhất 4 trong số từ R_1 đến R_6 là Cl.

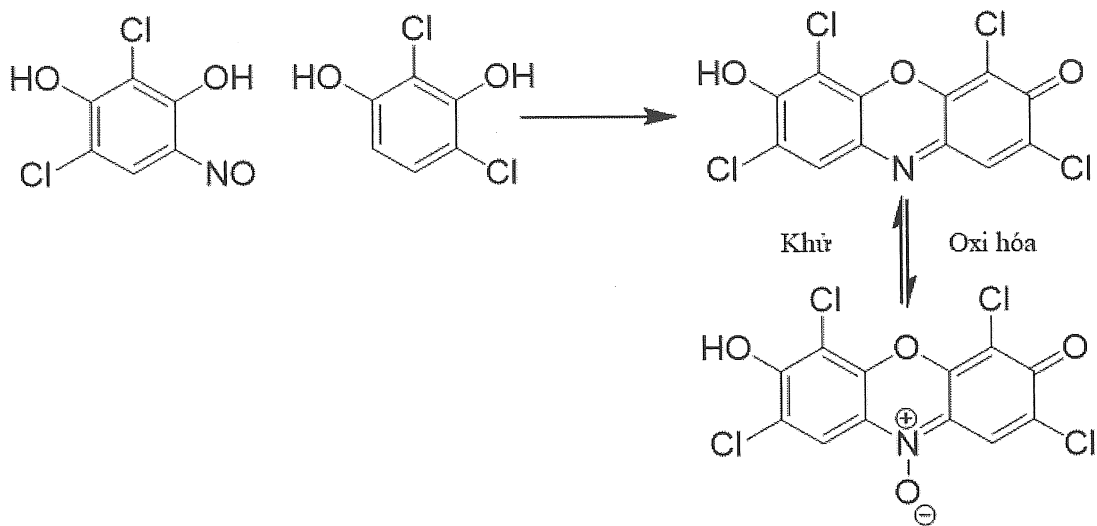
Theo khía cạnh khác, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp xử lý vải dệt ở quy mô gia đình, phương pháp bao gồm các bước sau: xử lý vải dệt với dung dịch nước chứa lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 g/L, tốt hơn nữa là từ 1 đến 10g/L, chế phẩm tẩy giặt như được xác định trong bản mô tả này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Thuốc nhuộm được dùng trong sáng chế này là thuốc nhuộm màu xanh hoặc tím. Về vấn đề này, thuốc nhuộm tạo màu xanh hoặc tím tạo cho đồ vải trắng với góc màu từ 240 đến 330, tốt hơn nữa là từ 260 đến 320, tốt nhất là từ 265 đến 300. Vải trắng được sử dụng là tấm vải bông dệt không được ngâm kiềm đã được tẩy trắng.

Ion làm trung hòa điện tích của thuốc nhuộm phenoxazin màu xanh hoặc tím có thể là kim loại kiềm, kim loại kiềm thổ hoặc amin bậc bốn - tốt nhất là ion làm trung hòa điện tích là muối natri.

Thuốc nhuộm phenoxazin có thể được tổng hợp đơn giản thông qua quá trình ngưng tụ axit xúc tác giữa resorcinol và 4-nitrosoresorcinol. Ví dụ như:



Sơ đồ 1

Thuốc nhuộm có thể được oxy hoá sẵn thành dạng N-oxit, trong phản ứng thuận nghịch.

Thuốc nhuộm thường có giá trị pK_a xấp xỉ bằng 6 và trở nên tích điện âm ở giá trị lớn hơn. Tốt hơn là, độ pH của chế phẩm trong dung dịch tẩy rửa ở 2g/L (nước cất) lớn hơn giá trị pK_a , tốt hơn là lớn hơn 7, tốt hơn là lớn hơn 10.

Tốt hơn là, chế phẩm chứa thuốc nhuộm phenoxazin màu xanh hoặc tím với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,002 đến 0,05%, trọng lượng, dưới dạng muối natri.

Chất hoạt động bề mặt

Chế phẩm tẩy giặt chứa chất hoạt động bề mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 70% trọng lượng, tốt nhất là từ 10 đến 30% trọng lượng. Nói chung, các chất hoạt động bề mặt không ion và anion của hệ chất hoạt động bề mặt có thể được chọn từ các chất hoạt động bề mặt được mô tả trong "Surface Active Agents" tập 1, của Schwartz & Perry, Interscience 1949, tập 2 của Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, trong phiên bản hiện tại của "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" do Manufacturing Confectioners Company xuất bản hoặc trong "Tenside-Taschenbuch", H. Stache, 2nd Edn.,

Carl Hauser Verlag, 1981. Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt được sử dụng đã bão hòa.

Các hợp chất tẩy rửa không ion thích hợp có thể được sử dụng bao gồm, đặc biệt là các sản phẩm phản ứng của các hợp chất có nhóm kỵ nước và nguyên tử hydro phản ứng, ví dụ như, rượu béo, axit, amit với các alkylen oxit, đặc biệt là etylen oxit đơn hoặc với propylen oxit. Các hợp chất tẩy rửa không ion cụ thể là các sản phẩm ngưng tụ của rượu béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh bậc một hoặc bậc hai có từ 8 đến 18 nguyên tử cacbon với etylen oxit, nói chung có từ 5 đến 40 EO, tốt hơn là từ 7EO đến 9EO.

Các hợp chất tẩy giặt anion thích hợp có thể được sử dụng thường là các muối kim loại kiềm tan trong nước của sulphat hữu cơ và các sulphonat có gốc alkyl chứa khoảng từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, thuật ngữ alkyl được sử dụng để bao gồm phần alkyl của các gốc axyl mạch dài. Ví dụ về các hợp chất tẩy giặt anion tổng hợp thích hợp là natri alkyl sulphat và kali alkyl sulphat, đặc biệt các hợp chất thu được bằng phản ứng sulphat hóa rượu bậc cao có từ 8 đến 18 nguyên tử cacbon, được sản sinh từ mỡ động vật hoặc dầu dừa, natri và kali alkyl benzen sulphonat có từ 9 đến 20 nguyên tử cacbon, cụ thể là natri alkyl benzen sulphonat bậc hai mạch thẳng có từ 10 đến 15 nguyên tử cacbon; và natri alkyl glyxeryl ete sulphat, đặc biệt là ete của rượu bậc cao có nguồn gốc từ mỡ động vật hoặc dầu dừa và rượu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ. Các hợp chất tẩy giặt anion được ưu tiên là các natri alkyl benzen sulphonat có từ 11 đến 15 nguyên tử cacbon và natri alkyl sulphat có từ 12 đến 18 nguyên tử cacbon. Các chất cũng có thể sử dụng là các chất hoạt động bề mặt như được mô tả trong EP-A-328 177 (Unilever), thể hiện tính chống sự tách muối, các chất hoạt động bề mặt alkyl polyglycosit được mô tả trong EP-A-070 074 và alkyl monoglycosit.

Hệ chất hoạt động bề mặt được ưu tiên là các hỗn hợp của chất có hoạt tính tẩy giặt anion với không ion, đặc biệt là các nhóm và các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt anion và không ion được chỉ ra trong EP-A-346 995 (Unilever). Đặc biệt được ưu tiên là hệ chất hoạt động bề mặt mà là hỗn hợp của

muối kim loại kiềm của rượu sulphat bậc một có từ 16 đến 18 nguyên tử cacbon với rượu bậc một có từ 12 đến 15 nguyên tử cacbon có độ etoxyl từ 3 đến 7 EO.

Tốt hơn là, chất tẩy giặt không ion có mặt với lượng nhỏ hơn 50% trọng lượng, tốt nhất là nhỏ hơn 20% trọng lượng của hệ chất hoạt động bề mặt. Các chất hoạt động bề mặt anion có thể có mặt ví dụ với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 100% trọng lượng của hệ chất hoạt động bề mặt.

Theo khía cạnh khác cũng được ưu tiên, chất hoạt động bề mặt có thể là chất hoạt động bề mặt cation sao cho chế phẩm là chất dưỡng vải.

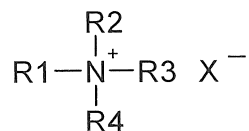
Hợp chất cation

Khi sáng chế được sử dụng làm chất dưỡng vải, nó cần phải chứa hợp chất cation.

Được ưu tiên nhất là các hợp chất amoni bậc bốn.

Thuận lợi nếu hợp chất amoni bậc bốn là hợp chất amoni bậc bốn có ít nhất một chuỗi alkyl có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon.

Được ưu tiên hơn là hợp chất amoni bậc bốn có công thức sau:



trong đó R^1 là chuỗi alkyl hoặc alkenyl có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon; R^2 , R^3 và R^4 được chọn một cách độc lập từ chuỗi alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon và X^- là anion thích hợp. Hợp chất được ưu tiên của loại này là hợp chất amoni bậc bốn xetyl trimetyl amoni bậc bốn bromua.

Nhóm chất thứ hai để sử dụng theo sáng chế này là amoni bậc bốn có cấu trúc trên, trong đó R^1 và R^2 được chọn một cách độc lập từ chuỗi alkyl hoặc alkenyl có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon; R^3 và R^4 được chọn một cách độc lập từ chuỗi alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon và X^- là anion thích hợp.

Chế phẩm tẩy giặt theo điểm 1, trong đó tỷ lệ giữa chất cation (ii) so với chất hoạt động bề mặt anion (iv) ít nhất là 2:1.

Các hợp chất amoni bậc bốn thích hợp khác được bộc lộ trong EP 0 239 910 (Procter and Gamble).

Được ưu tiên hơn nếu tỷ lệ chất hoạt động bề mặt cation so với chất hoạt động bề mặt không ion là từ 1:100 đến 50:50, tốt hơn nữa là từ 1:50 đến 20:50.

Hợp chất cation có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1,5% đến 50% trọng lượng của tổng trọng lượng chế phẩm. Tốt hơn là hợp chất cation có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2% trọng lượng đến 25% trọng lượng, khoảng chế phẩm được ưu tiên hơn nữa là từ 5% trọng lượng đến 20% trọng lượng.

Chất làm mềm tốt hơn là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 60%, tính theo trọng lượng tổng chế phẩm, tốt hơn nữa là từ 2 đến 40%, tốt nhất là từ 3 đến 30%, tính theo trọng lượng.

Chế phẩm tùy ý chứa silicon.

Chất làm mềm nước hoặc chất tạo phức

Chất làm mềm nước có thể được chọn từ 1) các tác nhân chelat hóa canxi, 2) các chất tạo kết tủa, 3) các chất trao đổi ion canxi và 4) hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về các chất làm mềm nước chelat hóa canxi bao gồm polyphosphat của kim loại kiềm, như natri tripolyphosphat và tác nhân chelat hóa hữu cơ, ví dụ như axit etylen diamin tetra-axetic.

Ví dụ về các chất làm mềm nước tạo kết tủa bao gồm natri orthophosphat và natri cacbonat.

Ví dụ về các chất làm mềm nước trao đổi ion canxi bao gồm các loại tinh thể không hòa tan trong nước hoặc nhôm silicat vô định hình, trong đó zeolit được biết đến nhiều nhất, ví dụ như zeolit A, zeolit B (còn được biết đến là zeolit P), zeolit C, zeolit X, zeolit Y và zeolit loại P như được mô tả trong EP-A-0,384,070.

Chế phẩm cũng có thể chứa chất làm mềm nước hoặc chất tạo phức với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 65% như axit etylendiamintetraaxetic, axit diethylentriamin-pentaaxetic, axit alkyl- hoặc alkenylsuccinic, axit nitrilotriaxetic

hoặc các chất làm mềm nước khác được đề cập dưới đây. Nhiều chất làm mềm nước cũng là chất làm ổn định tẩy trắng nhờ khả năng tạo phức với ion kim loại.

Zeolit và cacbonat (cacbonat (bao gồm cả bicacbonat và sesquicacbonat) là những chất làm mềm nước được ưu tiên.

Chế phẩm có thể chứa chất làm mềm nước như nhôm silicat dạng tinh thể, tốt hơn là nhôm silicat của kim loại kiềm, tốt hơn nữa là natri nhôm silicat. Chất này thường có mặt ở lượng nhỏ hơn 15% trọng lượng. Các chất nhôm silicat là các chất có công thức chung:



trong đó M là cation hóa trị một, tốt hơn là natri. Các chất này chứa một ít nước liên kết và cần phải có khả năng trao đổi ion canxi của ít nhất 50 mg CaO/g. Natri nhôm silicat được ưu tiên chứa từ 1,5 đến 3,5 đơn vị SiO₂ theo công thức nêu trên. Chúng có thể được điều chế dễ dàng bằng phản ứng giữa natri silicat và natri aluminat, như được mô tả đầy đủ trong tài liệu này. Tỷ lệ giữa chất hoạt động bề mặt và nhôm silicat (khi có mặt) tốt hơn là lớn hơn 5:2, tốt hơn nữa là lớn hơn 3:1.

Thay thế hoặc ngoài các chất làm mềm nước nhôm silicat, các chất làm mềm nước phosphat có thể được sử dụng. Trong lĩnh vực kỹ thuật này, thuật ngữ “phosphat” bao gồm các phân tử diphosphat, triphosphat và phosphonat. Các dạng chất làm mềm nước khác bao gồm silicat, như silicat hoà tan, metasilicat, silicat tách lớp (ví dụ: SKS-6 của Hoechst).

Tốt hơn là chế phẩm tẩy giặt là chế phẩm tẩy giặt không chứa photphat, tức là chứa phosphat với lượng nhỏ hơn 1% trọng lượng. Tốt hơn là chế phẩm tẩy giặt là từ cacbonat.

Chất huỳnh quang

Chế phẩm có thể chứa chất huỳnh quang (chất làm trắng quang học). Các chất huỳnh quang đã biết đến và nhiều chất huỳnh quang như vậy có bán trên thị trường. Thông thường, những chất huỳnh quang này được cung cấp và sử dụng dưới dạng muối kim loại kiềm của chúng, ví dụ như muối natri. Tổng lượng của một hoặc các chất huỳnh quang được sử dụng trong chế phẩm nói chung nằm

trong khoảng từ 0,005 đến 2% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 0,1% trọng lượng. Các loại chất huỳnh quang được ưu tiên là các hợp chất Di-styryl biphenyl, ví dụ như tinopal (Nhãn hiệu) CBS-X, các hợp chất axit Di-amin stinben di-sulphonic, ví dụ như tinopal DMS pure Xtra và Blankophor (Nhãn hiệu) HRH, và các hợp chất Pyrazolin, ví dụ như Blankophor SN. Các chất huỳnh quang được ưu tiên là: natri 2 (4-styryl-3-sulfophenyl)-2H-naphthol[1,2-d]triazol, dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N metyl-N-2 hydroxyetyl) amino 1,3,5-triazin-2-yl)]amino}stinben-2-2'disulfonat, dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morpholino-1,3,5-triazin-2-yl)]amino}stinben-2-2' disulfonat, và dinatri 4,4'-bis(2-sulfostyryl)biphenyl.

Được ưu tiên nếu dung dịch nước được sử dụng trong phương pháp này có mặt chất huỳnh quang. Khi chất huỳnh quang có mặt trong dung dịch nước được sử dụng trong phương pháp, tốt hơn là với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 g/l đến 0,1 g/l, tốt hơn là từ 0,001 đến 0,02 g/l.

Hương liệu

Tốt hơn là, chế phẩm chứa hương liệu. Tốt hơn là, hương liệu nằm trong khoảng từ 0,001 đến 3% trọng lượng, tốt nhất là từ 0,1 đến 1% trọng lượng. Nhiều ví dụ thích hợp về hương liệu được cung cấp trong CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association) 1992 International Buyers Guide, do CFTA Publications xuất bản và OPD 1993 Chemicals Buyers Directory tái bản lần thứ 80, do Schnell Publishing Co. xuất bản.

Thông thường, một lượng lớn các thành phần hương liệu sẽ có mặt trong chế phẩm. Trong các chế phẩm của sáng chế này, các thành phần hương liệu khác nhau dự kiến sẽ có từ bốn trở lên, tốt hơn là từ năm trở lên, tốt hơn nữa là từ sáu trở lên hoặc thậm chí là từ bảy trở lên.

Tốt hơn là, trong hỗn hợp hương liệu có từ 15 đến 25% trọng lượng hương đầu. Các hương đầu được định nghĩa bởi Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Hương đầu được ưu tiên chọn từ dầu cam, linalola, linalyl axetat, hoa oải hương, dihydromyrcenol, oxit hoa hồng và cis-3-hexanol.

Hương liệu và hương đầu có thể được sử dụng để ám chỉ tác dụng làm trắng của sáng chế.

Tốt hơn là, chế phẩm tẩy giặt không chứa chất tẩy trắng peroxygen, ví dụ như natri percarbonat, natri perborat và peraxit.

Polyme

Chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều polyme khác. Ví dụ như carboxymetylxenluloza, poly(etylen glycol), poly(rượu vinyl), polycarboxylat như polyacrylat, copolyme của axit maleic/acrylic và copolyme của axit lauryl metacrylat/acrylic.

Các polyme có mặt để ngăn ngừa sự lắng đọng thuốc nhuộm, ví dụ như poly(vinylpyrrolidon), poly(vinylpyridin-N-oxit), và poly(vinylimidazol), tốt hơn là không có mặt trong chế phẩm.

Enzym

Một hoặc nhiều enzym được ưu tiên có mặt trong chế phẩm giặt của sáng chế và khi thực hiện phương pháp của sáng chế.

Tốt hơn là hàm lượng của mỗi enzym trong chế phẩm giặt của sáng chế là từ 0,0001% trọng lượng đến 0,1% trọng lượng protein.

Đặc biệt các enzym dự tính bao gồm proteaza, alpha-amylaza, xenlulaza, lipaza, peroxidaza/oxidaza, pectat lyaza và mananaza, hoặc hỗn hợp của chúng.

Các lipaza thích hợp bao gồm các chất có nguồn gốc từ vi khuẩn hoặc nấm. Các đột biến protein được nuôi cấy hoặc được biến đổi hóa học cũng được bao gồm. Ví dụ về lipaza hữu ích bao gồm lipaza từ *Humicola* (từ đồng nghĩa *Thermomyces*), ví dụ: từ *H. lanuginosa* (*T. lanuginosus*) như mô tả trong EP 258 068 và EP 305 216 hoặc từ *H. insolens* như mô tả trong WO 96/13580, lipaza *Pseudomonas*, ví dụ: từ *P. alcaligenes* hoặc *P. pseudoalcaligenes* (EP 218 272), *P. cepacia* (EP 331 376), *P. stutzeri* (GB 1,372,034), *P. fluorescens*, *Pseudomonas* sp. chủng SD 705 (WO 95/06720 và WO 96/27002), *P. wisconsinensis* (WO 96/12012), lipaza *Bacillus*, ví dụ từ *B. subtilis* (Dartois et al.(1993), Biochemica et Biophysica Acta, 1131, 253-360), *B. stearothermophilus* (JP 64/744992) hoặc *B. pumilus* (WO 91/16422).

Các ví dụ khác là các biến thể lipaza như các biến thể được mô tả trong WO 92/05249, WO 94/01541, EP 407 225, EP 260 105, WO 95/35381, WO 96/00292, WO 95/30744, WO 94/25578, WO 95/14783, WO 95/22615, WO 97/04079 và WO 97/07202, WO 00/60063.

Các enzym lipaza được ưu tiên có bán trên thị trường bao gồm Lipolase™ và Lipolase Ultra™, Lipex™ và Lipoclean™ (Novozymes A/S).

Phương pháp theo sáng chế có thể được thực hiện với sự có mặt của phospholipaza được phân loại như EC 3.1.1.4 và/hoặc EC 3.1.1.32. Như được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này, thuật ngữ phospholipaza là enzym có hoạt tính đối với phospholipit.

Phospholipit, chẳng hạn như lecithin hoặc phosphatidylcholin, bao gồm glycerin được este hóa với hai axit béo ở vị trí ngoài (sn-1) và vị trí giữa (sn-2) và được este hóa với axit phosphoric ở vị trí thứ ba; axit phosphoric, lần lượt, có thể được este hóa với amino-ruợu. Phospholipaza là các enzym tham gia quá trình thủy phân phospholipit. Có thể phân biệt một số loại phospholipaza hoạt tính, bao gồm phospholipaza A₁ và A₂ làm thủy phân một nhóm axyl béo (lần lượt ở vị trí sn-1 và sn-2) để tạo thành lysophospholipit; và lysophospholipaza (hoặc phospholipaza B) có thể làm thủy phân nhóm axyl béo còn lại trong lysophospholipit. Phospholipaza C và phospholipaza D (phosphodiesteraza) giải phóng diaxyl glycerin hoặc axit phosphatidic tương ứng.

Enzym và chất tẩy trắng quang học có thể cho thấy một số tương tác và nên được chọn sao cho sự tương tác này không phải là tiêu cực. Một số tương tác tiêu cực có thể tránh được bằng cách đóng nang một hoặc nhiều enzym hoặc chất tẩy trắng quang học và/hoặc sự phân tách khác trong sản phẩm.

Các proteaza thích hợp bao gồm các proteaza có nguồn gốc từ động vật, thực vật hoặc vi sinh vật. Nguồn gốc vi sinh vật được ưu tiên. Các đột biến protein được nuôi cấy hoặc được biến đổi hóa học cũng được bao gồm. Proteaza có thể là serin proteaza hoặc metallo proteaza, tốt hơn là proteaza của vi khuẩn kiềm hoặc proteaza giống trypsin. Các enzym proteaza được ưu tiên có bán trên thị trường bao gồm Alcalase™, Savinase™, Primase™, Duralase™,

Dyrazym™, Esperase™, Everlase™, Polarzyme™, và Kannase™, (Novozymes A/S), Maxatase™, Maxacal™, Maxapem™, Properase™, Purafect™, Purafect OxP™, FN2™ và FN3™ (Genencor International Inc.).

Phương pháp theo sáng chế có thể được thực hiện với sự có mặt của cutinaza được phân loại trong EC 3.1.1.74. Cutinaza được sử dụng theo sáng chế có thể có nguồn gốc bất kỳ. Tốt hơn là, cutinaza có nguồn gốc từ vi sinh vật, đặc biệt là vi khuẩn, nấm hoặc có nguồn gốc từ men.

Amylaza thích hợp (alpha và/hoặc beta) bao gồm các chất có nguồn gốc từ vi khuẩn hoặc nấm. Các đột biến protein được nuôi cấy hoặc được biến đổi hóa học cũng được bao gồm. Amylaza bao gồm, ví dụ như, alpha-amylaza thu được từ *Bacillus*, ví dụ như chủng đặc hiệu của *B. licheniformis*, được mô tả chi tiết hơn trong GB 1,296,839, hoặc các chủng *Bacillus* sp. được bộc lộ trong WO 95/026397 hoặc WO 00/060060. Amylaza có bán trên thị trường là Duramyl™, Termamyl™, Termamyl Ultra™, Natalase™, Stainzyme™, Fungamyl™ và BAN™ (Novozymes A/S), Rapidase™ và Purastar™ (từ Genencor International Inc.).

Các xenlulaza thích hợp bao gồm các chất có nguồn gốc từ vi khuẩn hoặc nấm. Các đột biến protein được nuôi cấy hoặc được biến đổi hóa học cũng được bao gồm. Các xenlulaza thích hợp bao gồm xenlulaza từ các loại *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, ví dụ: các xenlulaza nấm tạo ra từ *Humicola insolens*, *Thielavia terrestris*, *Myceliophthora thermophila*, và *Fusarium oxysporum* được bộc lộ trong US 4,435,307, US 5,648,263, US 5,691,178, US 5,776,757, WO 89/09259, WO 96/029397 và WO 98/012307. Các xenlulaza có bán trên thị trường bao gồm Celluzyme™, Carezyme™, Celluclean™, Endolase™, Renozyme™ (Novozymes A/S), Clazinase™ và Puradax HA™ (Genencor International Inc.) và KAC-500 (B)™ (Kao Corporation).

Các peroxidaza/oxidaza thích hợp bao gồm các chất có nguồn gốc từ thực vật, vi khuẩn hoặc nấm. Các đột biến protein được nuôi cấy hoặc được biến đổi hóa học cũng được bao gồm. Ví dụ về peroxidaza hữu ích bao gồm peroxidaza

từ *Coprinus*, ví dụ: từ *C. cinereus*, và các biến thể của chúng như được mô tả trong WO 93/24618, WO 95/10602, và WO 98/15257. Peroxidaza có bán trên thị trường bao gồm Guardzyme™ và Novozym™ 51004 (Novozymes A/S).

Các enzym khác phù hợp để sử dụng được đề cập trong WO2009/087524, WO2009/090576, WO2009/107091, WO2009/111258 và WO2009/148983.

Chất ổn định enzym

Enzym bất kỳ có mặt trong chế phẩm có thể được ổn định bằng các chất ổn định thông thường, ví dụ polyol như propylen glycol hoặc glyxerin, đường hoặc rượu đường, axit lactic, axit boric, hoặc dẫn xuất axit boric, ví dụ, este borat thơm, hoặc dẫn xuất axit phenyl boronic như axit 4-formylphenyl boronic, và chế phẩm có thể được tạo thành công thức như được mô tả trong ví dụ như WO 92/19709 và WO 92/19708.

Trường hợp các nhóm alkyl đủ dài để tạo thành các chuỗi mạch nhánh hoặc mạch vòng, các nhóm alkyl bao gồm các chuỗi alkyl mạch thẳng, mạch vòng và mạch nhánh. Tốt hơn là, các nhóm alkyl là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, tốt nhất là mạch thẳng.

Các từ chỉ số ít trong bản mô tả này được sử dụng ở đây có nghĩa là ít nhất một hoặc một hoặc nhiều hơn, trừ khi có quy định khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

(i) Quy trình tổng hợp

Hợp chất tetracoloresazurin được tổng hợp theo sơ đồ 1. Hợp chất nitroso được điều chế bằng phản ứng của 2,4-cloresorcinol với isopentylnitrit trong dung dịch etanol kiềm, ban đầu ở 273K sau đó được làm ấm đến nhiệt độ phòng trong vài giờ. Hợp chất nitroso được phản ứng với 2,4-cloresorcinol bằng cách trộn trong axit sulphuric đậm đặc ở 273K, sau đó đun nóng đến 353K trong 1 giờ.

(ii) Sự lắng đọng khi giặt và độ màu

Miếng vải bông dệt thoi không ngâm đã được tẩy trắng 10 cm x 10 cm được khuấy trong dung dịch nước (nước khử khoáng, tỷ lệ rượu:vải là 30:1)

2g/L của chất tẩy giặt gốc (15,4% trọng lượng alkyl benzen sulfonat mạch thẳng, 23,4% trọng lượng natri cacbonat, 41,9% trọng lượng natri sulphat, 1,8% trọng lượng dolomit, 9,8% trọng lượng canxit, trọng lượng còn lại là các chất phụ và độ ẩm) trong 30 phút ở nhiệt độ phòng. Vải đã được giữ sạch và làm khô. Màu của vải được đo bằng phản xạ kế và thể hiện bằng các giá trị CIE $L^*a^*b^*$. Thử nghiệm được lặp lại với việc thêm 0,025% trọng lượng muối trimetylamin của thuốc nhuộm vào chế phẩm.

Tổng màu thêm vào vải được tính là giá trị ΔE , sao cho

$$\Delta E = (\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2)^{0,5}$$

trong đó $\Delta L = L$ (đối chứng) - L (thuốc nhuộm); $\Delta a = a$ (đối chứng) - a (thuốc nhuộm); $\Delta b = b$ (đối chứng) - b (thuốc nhuộm)

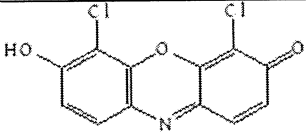
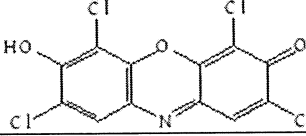
Màu thực tế của vải được tính theo góc màu mà trong phạm vi màu hiện tại được tính bằng

$$\text{Góc màu} = 270 + 180/\pi \times \text{atan}(-\Delta a/\Delta b)$$

Góc màu 360 là màu đỏ, 270 là màu xanh dương và 180 là màu xanh lá cây.

Các kết quả được tóm tắt đối với tấm vải bông dệt không được ngâm đã được tẩy trắng. Giới hạn sai số (trị số $\pm$) là giới hạn độ tin cậy 95% dựa trên 3 lần lặp lại độc lập của thử nghiệm.

Axit màu đỏ 51 (food red 14) được thêm vào như thuốc nhuộm xanthen so sánh.

Thuốc nhuộm	ΔE	Góc màu
Axit màu đỏ 51	6,8	336
So sánh		
	9,3	289
So sánh		
	11,6	268

Resorufin So sánh	7,4	326
----------------------	-----	-----

Các thuốc nhuộm phenoxazin được clo hóa cho màu sắc thích hợp nhất cho việc tạo bóng. (265-300).

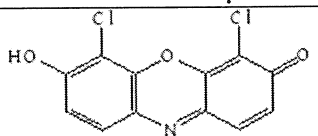
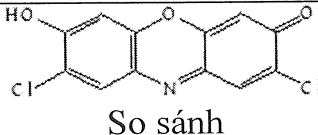
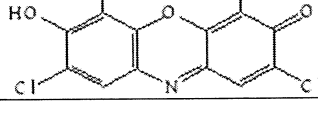
(iii) Chất tẩy trắng quang học

Vải bông dệt nhuộm màu rượu vang đỏ thu được từ ‘Centre for Test materials BV, Stoomloggerweg, 11, 3133 KT, Vlaardingen, NL’ với vải số E114. Các vết bẩn được giặt theo cách tương tự với thử nghiệm lắng đọng và sau khi giũ, trong khi vẫn còn ướt, được đặt trong máy khí tượng trong 2 giờ (đặt ở $0,35\text{W/m}^2$ @340nm) để mô phỏng dòng sấy trong ánh sáng mặt trời tự nhiên. Mức độ tẩy trắng quang học được đo bằng cách sử dụng hệ số phản xạ ở 460nm, R_{460} . Chất tẩy trắng quang học sau đó được biểu thị bằng giá trị ΔR_{460} sao cho

$$\Delta R_{460} = R_{460}(\text{chất tẩy trắng quang học}) - R_{460}(\text{đối chứng})$$

Thử nghiệm được lặp lại 3 lần và giới hạn sai số ($\pm$ giá trị) là giới hạn độ tin cậy 95% dựa trên 3 lặp lại độc lập này của thử nghiệm.

Các kết quả được thể hiện dưới đây:

Thuốc nhuộm	ΔR_{460}
 So sánh	1,3
 So sánh	1,8
	4,1

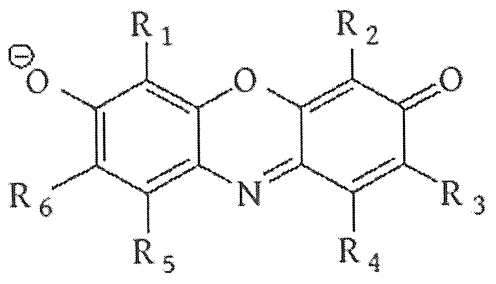
Các tetraclo resorufin đem lại hiệu ứng tẩy trắng quang học lớn nhất, được thể hiện bởi trị số ΔR_{460} lớn nhất.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm tẩy giặt chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 70% trọng lượng; và

(ii) thuốc nhuộm phenoxazin màu xanh hoặc tím có công thức dưới đây và N-oxit của nó, dưới dạng muối natri, với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng:



trong đó từ R_1 đến R_6 được chọn một cách độc lập từ H và Cl và trong đó ít nhất 4 trong số từ R_1 đến R_6 là Cl.

2. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm 1, trong đó R_1 , R_2 , R_3 , và R_6 là clo và R_4 và R_5 là H.

3. Chế phẩm giặt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm ở dạng hạt.

4. Phương pháp xử lý vải dệt ở quy mô gia đình, trong đó phương pháp này bao gồm các bước sau: xử lý vải dệt với dung dịch nước với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 g/L chế phẩm tẩy giặt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.