



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0050954
(51)⁷ C11D 1/37; C11D 3/10; C11D 3/386; (13) B
C11D 1/83

(21) 1-2018-01385 (22) 27/09/2016
(86) PCT/EP2016/072929 27/09/2016 (87) WO2017/055254 06/04/2017
(30) 15187966.5 01/10/2015 EP
(45) 25/08/2025 449 (43) 25/10/2018 367A
(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)
Port Sunlight, Wirral, Merseyside, CH62 4ZD, United Kingdom
(72) BATCHELOR Stephen Norman (GB); BIRD Jayne Michelle (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

(21) 1-2018-01385

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm để sử dụng trong tẩy giặt ở quy mô gia đình chứa chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt không ion và axit stearyl ete carboxylat.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm sạch chứa alkyl ete carboxylat để sử dụng trong tẩy giặt ở quy mô gia đình.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

WO2013/087286 (Unilever) bộc lộ các chế phẩm theo công thức dạng lỏng chứa axit alkyl ete carboxylic, betain, chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt không ion để đem lại các tác dụng làm mềm.

US5269960 (Clorox) bộc lộ chất tẩy giặt enzyme dạng lỏng hệ nước chứa enzyme, chất hoạt động bề mặt không ion, axit béo và axit alkyl ete carboxylic mà đã cải thiện tính ổn định enzyme và tính chất vật lý.

EP0154380 bộc lộ chất tẩy giặt mà chứa hoạt chất tẩy giặt, chất làm mềm nước, sự kết hợp giữa polyphosphat với zeolit làm tác nhân chelat hóa và, nếu muốn, các chất phụ gia thông thường khác, trong đó tác dụng chelat hóa của sự kết hợp giữa polyphosphat-zeolit được tăng cường bởi axit etecarboxylic có công thức $RO-(C_2H_4O)_x-CH_2COOM$ hoặc $R-CO-NH-(C_2H_4O)_x-CH_2COOM$, trong đó R là phần dư của hydrocacbon béo hoặc alkyl thơm có ít nhất 8 nguyên tử cacbon, x là số có giá trị trung bình từ 0,5 đến 20 và M là hydro hoặc cation được chấp nhận trong các chất tẩy giặt, axit polyete carboxylic có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,3 đến 10 phần trăm, tốt hơn là từ 0,3 đến 5 phần trăm, tính trên toàn bộ chế phẩm.

US3741911 bộc lộ chế phẩm tẩy giặt, tốt hơn là không chứa phosphat, được điều chế bằng các chất làm mềm nước thông thường, theo tùy chọn có thể chứa tác nhân chelat hóa hữu cơ, và chứa hệ thống giọt tụ chứa axit alkyl hoặc alkyl-aryl polyoxyalkylen carboxylic và chất tẩy rửa không ion làm hệ thống 15 hoạt chất. Hệ thống giọt tụ thích hợp cho việc giặt đồ vải dệt và để sử dụng trong thiết bị rửa bát đĩa tự động.

Có nhu cầu gia tăng hiệu quả làm sạch của các chế phẩm tẩy giặt chứa alkyl ete carboxylat bão hòa với mức độ etoxyl hóa cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Stearyl ete carboxylat với từ 10 đến 20 đơn vị etoxyl, làm tăng cường hiệu quả làm sạch trong chế phẩm tẩy giặt.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm tẩy giặt chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 40% trọng lượng, được chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion và không ion, tốt hơn là với lượng nằm trong khoảng từ 12 đến 25% trọng lượng, tốt hơn là từ 14 đến 21% trọng lượng, tốt hơn là trong đó phần trọng lượng của chất hoạt động bề mặt không ion/chất hoạt động bề mặt anion là từ 0 đến 0,3, tốt hơn là từ 0 đến 0,15, tốt nhất là 0 đến 0,12 [chất phân tán axit alkyl ete carboxylic trong toàn bộ (ii) không được tính vào tỷ lệ này và cũng không được tính vào lượng xác định cho toàn bộ (i)];

(ii) chất phân tán axit alkyl ete carboxylic với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10% trọng lượng, tốt hơn là từ 1 đến 5% trọng lượng, ngoài các chất hoạt động bề mặt khác, chất phân tán axit alkyl ete carboxylic theo cấu trúc sau:



trong đó

n là etoxyl hóa trung bình và n được chọn từ 15 đến 20; và,

(iii) enzym subtilisin proteaza tốt hơn là với lượng nằm trong khoảng từ 0,002 đến 0,2% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,005 đến 0,05% trọng lượng.

Các enzym subtilisin proteaza là thành viên của họ serin proteaza loại subtilaza.

Ngoại trừ alkyl ete carboxylat, tỷ lệ % theo trọng lượng của chất hoạt động bề mặt anion được tính như muối natri. Tỷ lệ % trọng lượng của alkyl ete carboxylat được tính ở dạng proton hóa: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{OCH}_2-\text{COOH}$. Tỷ lệ % trọng lượng của enzym proteaza là tính cho hoạt chất enzym tinh khiết.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý đồ vải dệt ở quy mô gia đình, phương pháp này bao gồm bước: xử lý đồ vải dệt với dung dịch nước từ 1,5 đến 20g/L của chế phẩm tẩy giặt như được xác định theo tài liệu này. Bước tiếp theo là giữ xả qua nước và làm khô vải dệt được ưu tiên.

Tốt hơn là, dung dịch tẩy giặt hệ nước duy trì tiếp xúc với vải dệt trong từ 10 phút đến 2 ngày rồi giữ xả và làm khô vải. Tốt hơn là, dung dịch tẩy giặt hệ nước chứa alkyl ete carboxylat theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5 g/L. Điều này hỗ trợ việc làm sạch.

Tốt hơn là, nước trong dung dịch tẩy giặt hệ nước có độ cứng từ 6 đến 40 độ theo hệ Pháp. Tốt hơn là, nước trong dung dịch tẩy giặt hệ nước có nhiệt độ từ 280 đến 315K. Tốt hơn là, axit béo có mặt trong dung dịch tẩy giặt hệ nước. Tốt hơn là, axit béo được chọn chủ yếu từ axit béo mạch thẳng bão hòa và không bão hòa đơn với chiều dài chuỗi là C16 và C18, ở nồng độ lớn hơn 0,05g/L.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dạng chất tẩy giặt

Chế phẩm tẩy giặt có thể ở dạng lỏng, bột hoặc gel.

Tốt hơn là, chế phẩm tẩy giặt là chế phẩm tẩy giặt không chứa phosphat, tức là chứa phosphat với lượng ít hơn 1% trọng lượng. Trong lĩnh vực kỹ thuật này, thuật ngữ 'phosphat' bao gồm các phân tử diphosphat, triphosphat và phosphonat. Chế phẩm tẩy giặt dạng bột chủ yếu điều chế từ cacbonat, tức là tỷ lệ % trọng lượng của natri cacbonat lớn hơn tổng % trọng lượng của thành phần chất làm mềm nước có mặt khác, tốt hơn là mức tỷ lệ % trọng lượng của chất làm mềm nước khác là ít hơn 30%, tốt hơn nữa là mức % trọng lượng của natri cacbonat ít hơn 10%. Tốt hơn là, bột được sử dụng ở độ pH từ 9,6 đến 10,5.

Tốt hơn là, chế phẩm dạng lỏng nên được sử dụng ở độ pH từ 7 đến 9.

Chế phẩm tẩy giặt có thể có mặt trong bao túi rọ polyvinyl để dễ dàng phân phối.

Proteaza

Các enzym subtilisin proteaza (EC 3.4.21.62) thủy phân liên kết trong các peptit và protein, trong lĩnh vực tẩy giặt, điều này dẫn đến tăng cường khả năng loại bỏ các protein hoặc peptit trong vết bẩn. Các enzym subtilisin proteaza là thành viên của họ serin proteaza loại subtilaza.

Các họ serin proteaza như vậy được mô tả trong cơ sở dữ liệu peptidaza MEROPS (<http://merops.sanger.ac.uk/>). Thuật ngữ "các subtilaza" dùng để chỉ phân nhóm của serin proteaza theo Siezen et al., Protein Engng. 4 (1991) 719-737 và Siezen et al., Protein Science 6 (1997) 501-523. Proteaza serin là phân nhóm của proteaza với đặc điểm là có serin tại vị trí hoạt tính, tạo thành chất liên kết cộng hoá trị với chất nền. Subtilaza có thể được chia thành 6 nhóm nhỏ, trong đó họ Subtilisin là một trong số đó.

Các ví dụ về subtilaza có nguồn gốc từ *Bacillus* như *Bacillus lentus*, *Bacillus alkalophilus*, *Bacillus* cổ khô, *Bacillus amyloliquefacien*, *Bacillus pumilus* và *Bacillus gibsonii* được mô tả trong; US7262042 và WO09/021867 và subtilisin lentus, subtilisin Novo, subtilisin Carlsberg, *Bacillus licheniformis*, subtilisin BPN', subtilisin 309, subtilisin 147 và subtilisin 168 mô tả trong WO89/06279 và proteaza PD138 được mô tả trong (WO93/18140). Các proteaza khác được mô tả trong: W092/19729, WO96/034946, WO98/201 15, WO98/201 16, WO99/01 1768, WO01/44452, WO03/006602, WO04/03186, WO04/041979, WO07/006305, W01 1/036263, W01 1/036264, W011/036264, đặc biệt là các biến thể có sự thay đổi ở một hoặc nhiều vị trí sau: 3, 4, 9, 15, 27, 36, 57, 68, 76, 87, 95, 96, 97, 98, 99, 100, 101, 102, 103, 104, 106, 118, 120, 123, 128, 129, 130, 160, 167, 170, 194, 195, 199, 205, 206, 217, 218, 222, 224, 232, 235, 236, 245, 248, 252 và 274 sử dụng cách đánh số BPN'. Các biến thể subtilaza khác được ưu tiên hơn có thể chứa các đột biến: S3T, V4I, S9R, A15T, K27R, *36D, V68A, N76D, N87S,R, *97E, A98S, S99G,D,A, S99AD, S101 G,M,R S103A, V104I,Y,N, S106A, G118V,R, H120D,N, N123S, S128L, P129Q, S130A, G160D, Y167A, R170S, A194P, G195E, V199M, V205I, L217D, N218D, M222S, A232V, K235L, Q236H, Q245R, N252K, T274A (sử dụng cách đánh số BPN').

Tốt nhất là, subtilisin có nguồn gốc từ *Bacillus gibsonii* hoặc *Bacillus Lentus*.

Đối với dạng bột, việc chứa enzym proteaza tốt hơn là được nghiền và đưa vào bột sau. Tốt hơn là, hạt enzym có kích thước hạt nhỏ hơn 2mm, như được xác định bằng cách sử dụng phân tích qua sàng. Tốt nhất là, hạt enzym có kích thước hạt từ 0,21 đến 1,45mm như được xác định bằng cách sử dụng phân tích sàng.

Subtilisin có sẵn trên thị trường, ví dụ như từ Novozymes™ và Genencor™

Axit alkyl ete carboxylic

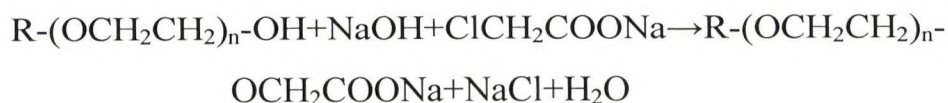
Lượng axit alkyl ete carboxylic ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{OCH}_2-\text{COOH}$) như được xác định là không phụ thuộc vào lượng các chất hoạt động bề mặt khác đã được xác định. Chất phân tán axit alkyl ete carboxylic ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{OCH}_2-\text{COOH}$) không đóng góp vào phần trọng lượng của chất hoạt động bề mặt không ion/chất hoạt động bề mặt anion.

Tỷ lệ % trọng lượng của alkyl ete carboxylat được tính toán ở dạng proton hóa: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{OCH}_2-\text{COOH}$.

Tốt hơn là, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{OCH}_2-\text{COOH}$ được sử dụng làm muối natri, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{OCH}_2-\text{COONa}$, trong chế phẩm.

Axit alkyl ete carboxylic có sẵn từ Kao (Akypo ®), Huntsman (Empicol®) và Clariant (Emulsogen ®).

Axit alkyl ete carboxylic có thể được điều chế bằng sự tổng hợp Williamson được biến đổi:



Giải pháp thay thế là thông qua phản ứng oxy hóa với chất xúc tác Pt hoặc Pd như được mô tả trong DE3135946; DE2816127 và EP0304763.

Đối với dạng bột, chất phân tán axit alkyl ete carboxylic tốt hơn là được thêm vào hỗn hợp bột trước quá trình nghiền bột tẩy giặt. Ngoài ra, nó cũng có thể được nghiền riêng và cho vào sau hoặc phun lên bột đã hoàn chỉnh.

Đối với dạng lỏng, chất phân tán axit alkyl ete carboxylic tốt hơn là được trộn trước với chất hoạt động bề mặt khác trước khi cho vào và trộn vào chất tẩy giặt.

Chất hoạt động bề mặt

Tốt hơn là, chế phẩm tẩy giặt chứa chất hoạt động bề mặt được chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion và không ion (mà bao gồm hỗn hợp của các chất tương tự) ngoài alkyl ete carboxylat theo sáng chế, tức là $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{-OCH}_2\text{-COOH}$. Alkyl ete carboxylat, tức là $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{-OCH}_2\text{-COOH}$, không đóng góp vào phần trọng lượng của chất hoạt động bề mặt không ion/chất hoạt động bề mặt anion.

Các hợp chất tẩy giặt anion thích hợp có thể được sử dụng thường là các muối kim loại kiềm có thể tan trong nước hoặc muối amin của axit béo (xà phòng), sulfat hữu cơ và 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 gốc alkyl bậc cao.

Ví dụ về các hợp chất tẩy giặt anion thích hợp là natri và kali alkyl sulfat, đặc biệt là các chất thu được từ việc sulfat hóa rượu có từ C_8 đến C_{18} bậc cao, được sản xuất từ, ví dụ như, mỡ động vật hoặc dầu dừa, natri và kali alkyl có từ C_9 đến C_{20} benzen sulphonat, cụ thể là natri alkyl benzen sulphonat có từ C_{10} đến C_{15} bậc hai mạch thẳng; và natri alkyl glyxeryl ete sulfat, đặc biệt là các ete của rượu bậc cao có nguồn gốc từ mỡ động vật hoặc dầu dừa và rượu tổng hợp thu được từ dầu mỡ.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt anion được chọn từ: alkyl benzen sulphonat mạch thẳng; alkyl sulfat; alkyl ete sulfat; xà phòng; alkyl (tốt hơn là metyl) este sulphonat, và các hỗn hợp của chúng.

Các chất hoạt động bề mặt anion được ưu tiên nhất được lựa chọn từ: alkyl benzen sulphonat mạch thẳng; alkyl sulfat; xà phòng; alkyl ete sulfat; và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, alkyl ete sulfat là n-alkyl ete sulfat $\text{C}_{12}\text{-C}_{14}$ với trung bình từ 1 đến 3EO đơn vị (etoxyl hóa). Natri lauryl ete sulfat (SLES) đặc biệt được ưu tiên. Tốt hơn là, alkyl benzen sulphonat mạch thẳng là natri alkyl

benzen sulphonat có từ C_{11} đến C_{15} (LAS). Tốt hơn là, alkyl sulfat là natri alkyl sulfat có từ C_{12} đến C_{18} mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Natri dodexyl sulfat được đặc biệt ưu tiên, (SDS, còn được biết đến là alkyl sulfat bậc một). Tốt hơn là, xà phòng là axit béo bão hòa có từ C_{12} đến C_{18} , tốt hơn là chúng có mặt với lượng dưới 3% trọng lượng chế phẩm.

Lượng chất hoạt động bề mặt anion trong chế phẩm tẩy giặt là từ (i) 10 đến 40% trọng lượng. Tốt hơn là, trong chế phẩm, LAS là chất hoạt động bề mặt anion chủ yếu.

Trong chất tẩy giặt dạng bột điều chế từ cacbonat, tốt hơn là > 90% trọng lượng chất hoạt động bề mặt anion có mặt là LAS.

Chất hoạt động bề mặt không ion có thể có mặt trong hỗn hợp chất hoạt động bề mặt.

Các hợp chất tẩy rửa không ion thích hợp có thể được sử dụng bao gồm, cụ thể là, các sản phẩm phản ứng của các hợp chất có nhóm kỵ nước béo và nguyên tử hydro phản ứng, ví dụ như rượu béo, axit hoặc amit, đặc biệt là etylen oxit đơn hoặc với propylen oxit. Các hợp chất tẩy giặt không ion được ưu tiên là các sản phẩm ngưng tụ của rượu béo cso từ C_8 đến C_{18} mạch thẳng hoặc mạch nhánh bậc một hoặc bậc hai với etylen oxit.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt không ion là chất hoạt động bề mặt không ion được etoxyl hóa alkyl và là rượu bậc một có từ C_8 đến C_{18} , tốt nhất là rượu bậc một có từ C_{12} đến C_{16} , với sự etoxyl hóa trung bình của 7EO đến 9EO đơn vị.

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 triphosphat và tác nhân chelat hóa hữu cơ, ví dụ như axit etylen diamin tetra-acetic.

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

Zeolit và cacbonat (bao gồm bicacbonat và sesquicacbonat) là các chất làm mềm nước được ưu tiên cho các chất tẩy giặt dạng bột.

Chế phẩm có thể chứa chất làm mềm nước như nhôm silicat dạng tinh thể, tốt hơn là nhôm silicat kim loại kiềm, tốt hơn nữa là natri nhôm silicat. Chất này thường có mặt với lượng nhỏ hơn 5% trọng lượng. 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 số liên kết nước 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 SiO_2 theo công thức nói trên. Các chất có thể được điều chế dễ dàng bằng phản ứng giữa natri silicat và natri aluminat, như mô tả đầy đủ trong tài liệu.

Thay thế hoặc ngoài các chất làm mềm nước nhôm silicat, các dạng khác của chất làm mềm nước bao gồm silicat, như silicat hòa tan, metasilicat, silicat phân lớp (ví dụ như SKS-6 từ Hoechst) có thể có mặt.

Việc phun khô bột tẩy giặt được ưu tiên.

Chất huỳnh quang

Tốt hơn là, chế phẩm có thể bao gồm chất huỳnh quang (chất làm trắng quang học). Các chất huỳnh quang đã được biết đến và nhiều chất huỳnh quang này có sẵn trong thương mại. 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 là 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 stilben di-sulphonic, ví dụ như Tinopal DMS pure Xtra và Blankophor (Nhãn hiệu) HRH, và các hợp chất Pyrazolin, ví dụ 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}stilben-2-2' disulfonat, dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morpholino-1,3,5-triazin-2-yl)]amino}stilben-2-2' disulfonat, và dinatri 4,4'-bis(2-sulfostyryl)biphenyl.

Được ưu tiên là 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. Các ví dụ về hương liệu thích hợp được cung cấp trong CTFA (Hiệp hội Mỹ phẩm, Dụng cụ vệ sinh cá nhân và Nước hoa) 1992 International Buyers Guide, xuất bản bởi CFTA và OPD 1993 Chemicals Buyers Directory ấn 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 theo sáng chế, 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 xác định 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 thể hiện tác dụng làm sạch và làm trắng của sáng chế.

Polyme

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

Các Enzym khác

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

Tốt hơn là, lượng của mỗi enzym khác trong chế phẩm tẩy giặt theo sáng chế nằm trong khoảng từ 0,0001% trọng lượng đến 0,1% trọng lượng protein.

Tốt hơn là, enzym khác được chọn từ: amylaza, mannanaza, lipaza; và, xenlulaza, tốt nhất là amylaza và lipaza. Lipaza thích hợp bao gồm những chất được bán dưới tên thương mại lipex®, Lipoclean® và Lipolex® của Novozymes, Bagsvaerd Denmark.

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

Thuốc nhuộm bóng

Tốt hơn là, thuốc nhuộm tạo bóng có mặt trong chế phẩm với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,25% trọng lượng. Tùy thuộc vào bản chất của thuốc nhuộm bóng, các khoảng ưu tiên phụ thuộc vào mức độ hiệu quả của thuốc nhuộm bóng, phụ thuộc vào loại và mức độ hiệu quả trong bất kỳ loại cụ thể nào.

Thuốc nhuộm được mô tả trong "Color Chemistry Synthesis, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments", (H Zollinger, Wiley VCH, Zürich, 2003) và "Industrial Dyes Chemistry, Properties Applications".(K Hunger (ed), Wiley-VCH Weinheim 2003).

Tốt hơn là, thuốc nhuộm bóng sử dụng trong chất tẩy giặt có hệ số tắt ở mức hấp thụ tối đa trong khoảng nhìn thấy (từ 400 đến 700nm) lớn hơn 5000 L mol⁻¹ cm⁻¹, tốt hơn là lớn hơn 10000 L mol⁻¹ cm⁻¹. Thuốc nhuộm có màu xanh hoặc tím.

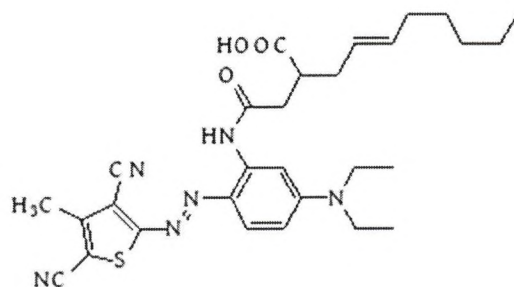
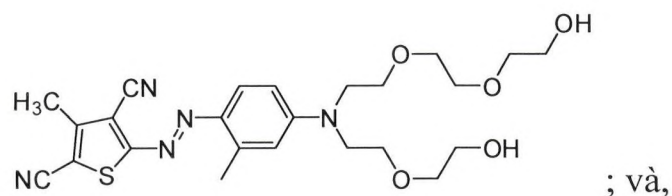
Chất màu nhuộm màu bóng được ưu tiên là azo, azin, và anthraquinon.

Tốt hơn là, thuốc nhuộm azo chứa lưới tích anion hoặc không tích điện. Tốt hơn là, thuốc nhuộm azin chứa lưới tích anion hoặc cation.

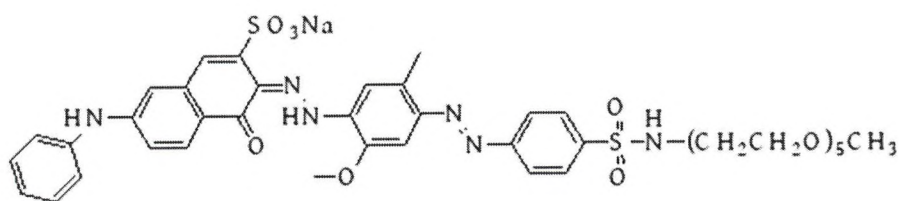
Thuốc nhuộm bóng màu xanh hoặc tím lắng vào vải dệt trong bước giặt hoặc giữ xả của quá trình tẩy giặt tạo ra màu sắc có thể nhìn thấy được cho vải dệt. Về điều này, thuốc nhuộm đem lại màu xanh hoặc tím cho vải dệt trắng với góc màu từ 240 đến 345, tốt hơn là từ 250 đến 320, tốt nhất là từ 250 đến 280. Vải màu trắng được sử dụng trong thử nghiệm này là tấm cotton dệt đã được tẩy trắng chưa làm bóng.

Các thuốc nhuộm bóng đã được thảo luận trong WO2005/003274, WO2006/032327(Unilever), WO 2006/032397 (Unilever), WO2006/045275 (Unilever), WO06/027086 (Unilever), WO 2008/017570 (Unilever), WO 2008/141880 (Unilever), WO2009/132870 (Unilever), WO 2009/141173 (Unilever), WO 2010/099997 (Unilever), WO 2010/102861 (Unilever), WO 2010/148624 (Unilever), WO2008/087497 (P&G), WO2011/011799 (P&G), WO2012/054820 (P&G), WO2013/142495 (P&G), và WO2013/151970 (P&G).

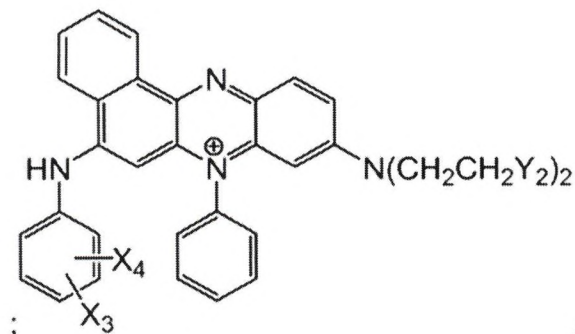
Tốt hơn là, thuốc nhuộm mono-azo chứa vòng dị vòng và tốt nhất là thuốc nhuộm thiophen. Thuốc nhuộm mono-azo tốt hơn là được alkoxyl hóa và tốt hơn là không tích điện hoặc tích anion với độ pH = 7. Thuốc nhuộm thiophen được alkoxyl hóa được thảo luận trong WO/2013/142495 và WO/ 2008/087497. Các ví dụ được ưu tiên của thuốc nhuộm thiophen được mô tả dưới đây:



Tốt hơn là, thuốc nhuộm bis-azo là thuốc nhuộm bis-azo được sulphonat hóa. Các ví dụ được ưu tiên của hợp chất bis-azo được sulphonat hóa là thuốc nhuộm tím trực tiếp 7, thuốc nhuộm tím trực tiếp 9, thuốc nhuộm tím trực tiếp 11, thuốc nhuộm tím trực tiếp 26, thuốc nhuộm tím trực tiếp 31, thuốc nhuộm tím trực tiếp 35, thuốc nhuộm tím trực tiếp 40, thuốc nhuộm tím trực tiếp 41, thuốc nhuộm tím trực tiếp 51, thuốc nhuộm tím trực tiếp 66, thuốc nhuộm tím trực tiếp 99 và các dạng hỗn hợp được alkoxy hóa của chúng. Thuốc nhuộm bis-azo được alkoxy hóa được thảo luận trong WO2012/054058 và WO2010/151906. Ví dụ về thuốc nhuộm bis-azo được alkoxy hóa là:



Tốt hơn là, thuốc nhuộm azin được chọn từ các thuốc nhuộm phenazin được sulphonat hoá và các thuốc nhuộm cation phenazin. Các ví dụ được ưu tiên là thuốc nhuộm xanh axit 98, thuốc nhuộm tím axit 50, thuốc nhuộm với CAS-No 72749-80-5, xanh axit 59 và thuốc nhuộm phenazin được chọn từ:



trong đó

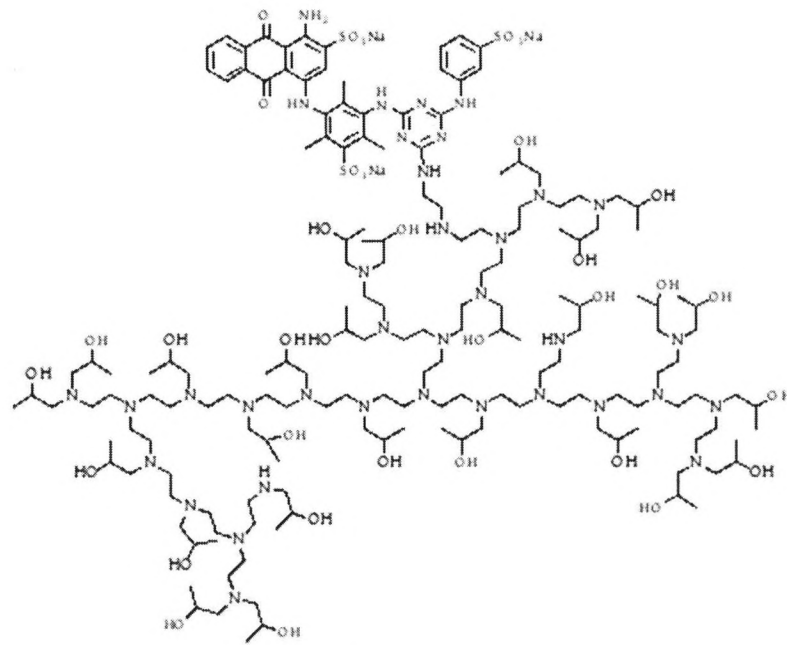
X_3 được chọn từ: -H; -F; -CH₃; -C₂H₅; -OCH₃; và, -OC₂H₅;

X_4 được chọn từ: -H; -CH₃; -C₂H₅; -OCH₃; và, -OC₂H₅;

Y_2 được chọn từ: -OH; -OCH₂CH₂OH; -CH(OH)CH₂OH; -OC(O)CH₃; và, C(O)OCH₃.

Đối với dạng lỏng, tốt nhất là, thuốc nhuộm bóng là thuốc nhuộm anthraquinon xanh hoạt tính liên kết cộng hóa trị với polyetylenimin được alkoxyl hóa. Tốt hơn là, sự alkoxyl hóa được chọn từ etoxyl hóa và propoxyl hóa, tốt nhất là propoxyl hóa. Tốt hơn là, từ 80 đến 95% mol các nhóm N-H trong polyetylen imin được thay thế bằng các nhóm rượu iso-propyl bằng cách propoxyl hóa. Tốt hơn là, polyetylen imin trước khi phản ứng với thuốc nhuộm và propoxyl hóa có trọng lượng phân tử từ 600 đến 1800.

Ví dụ về cấu trúc của anthraquinon hoạt tính được ưu tiên liên kết cộng hóa trị với polyetylen imin được propoxyl hóa là:



(Cấu trúc I).

Thuốc nhuộm anthraquinon hoạt tính được ưu tiên là: thuốc nhuộm xanh hoạt tính 1; xanh hoạt tính 2; xanh hoạt tính 4; xanh hoạt tính 5; xanh hoạt tính 6; xanh hoạt tính 12; xanh hoạt tính 16; xanh hoạt tính 19; xanh hoạt tính 24; xanh hoạt tính 27; xanh hoạt tính 29; xanh hoạt tính 36; xanh hoạt tính 44; xanh hoạt tính 46; xanh hoạt tính 47; xanh hoạt tính 49; xanh hoạt tính 50; xanh hoạt tính 53; xanh hoạt tính 55; xanh hoạt tính 61; xanh hoạt tính 66; xanh hoạt tính 68; xanh hoạt tính 69; xanh hoạt tính 74; xanh hoạt tính 86; xanh hoạt tính 93; xanh hoạt tính 94; xanh hoạt tính 101; xanh hoạt tính 103; xanh hoạt tính 114; xanh hoạt tính 117; xanh hoạt tính 125; xanh hoạt tính 141; xanh hoạt tính 142; xanh hoạt tính 145; xanh hoạt tính 149; xanh hoạt tính 155; xanh hoạt tính 164; xanh hoạt tính 166; xanh hoạt tính 177; xanh hoạt tính 181; xanh hoạt tính 185; xanh hoạt tính 188; xanh hoạt tính 189; xanh hoạt tính 206; xanh hoạt tính 208; xanh hoạt tính 246; xanh hoạt tính 247; xanh hoạt tính 258; xanh hoạt tính 261; xanh hoạt tính 262; xanh hoạt tính 263; và xanh hoạt tính 172.

Thuốc nhuộm được liệt kê theo Colour Index (Hội thợ nhuộm và thợ màu/Hiệp hội các nhà hóa học dệt may và các nhà phối màu).

Hỗn hợp thuốc nhuộm bóng có thể được sử dụng

Để dễ dàng sử dụng, được ưu tiên nếu chế phẩm có mặt trong bao gói từ 0,2 kg đến 10 kg.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Chế phẩm dạng lỏng

Chế phẩm dạng lỏng sau đây đã được điều chế

Thành phần	% trọng lượng
Mono propylen glycol	2
Trietylamin	1,5
Rượu C12-C15 etoxyl có 7 mol etylen oxit	2,1
Alkyl benzen sulphonat mạch thẳng (LAS)	8,4
Natri laureth ete sulfat với 3 mol etylen oxit	10,5
Axit xitric	0,5
Hương liệu	0,3
Natri hydroxit	Đến độ pH = 8,4
Nước	Cân bằng

Chất tẩy giặt dạng lỏng được sử dụng ở 2,3g/L để giặt tám miếng bông dệt kim trắng, 5 x 5cm, trong 800ml của 26 nước theo hệ Pháp ở 25°C trong 1 giờ trong máy đo áp kế (200rpm). 0,04g/L của 100% muối than nén (Alfa Aesar) đã được thêm vào nước giặt, bên cạnh 1/thứ 3/L của tám vết bẩn SBL2004 được cắt thành 20 miếng có kích thước bằng nhau. Điều này mô phỏng vết bẩn dầu trong việc rửa và lắng đọng hạt có gốc cacbon. Sau khi rửa, các mẫu được tráng qua 300 ml của 26 nước theo hệ Pháp và được làm khô trong không khí. Màu của vải được đo bằng phản xạ kế và thể hiện bằng các giá trị CIE L*a*b*. Thử nghiệm đã được lặp lại với việc thêm 200ppm (trong quá trình giặt) của alkyl ete với 10 và 20 nhóm etoxyl và chuỗi alkyl khác nhau.

Sự tăng cường việc làm sạch đã được tính toán bằng trị số ΔL^* :

$$\Delta L^* = L^*(\text{alkyl ete carboxylat}) - L^*(\text{chế phẩm đối chứng})$$

Kết quả đã được thể hiện trong bảng dưới đây

	ΔL^*	95%
C12 Lauryl 20EO (tham chiếu)	0,9	0,2
C12 Lauryl 10EO (tham chiếu)	1,2	0,4
C12-C16 Coco 20EO (tham chiếu)	1,5	0,4
C12-C16 Coco 10EO (tham chiếu)	2,6	0,4
C18 Stearyl 10EO (sáng chế) (tham chiếu)	3,7	0,2
C18 Stearyl 20EO (sáng chế)	4,4	0,5

Chế phẩm stearyl cho trị số ΔL^* lớn nhất.

Ví dụ 2: Chế phẩm dạng bột

Chế phẩm dạng bột sau đây được điều chế

Thành phần	% trọng lượng
Natri LAS	8,0
Natri silicat	7,1
Soda khan nhẹ	22,9
Natri sulfat	59,4
Sokalan CP5 (BASF)	0,4
Natri carboxy metyl xenluloza	0,1
Chất huỳnh quang (Tinopal CBSx từ BASF)	0,02
Hơi ẩm	phần còn lại

Chất tẩy giặt dạng bột được sử dụng ở mức 2g/L để giặt tám miếng bông dệt kim trắng, 5 x 5cm, trong 800ml của 26 nước theo hệ Pháp ở 25°C trong 1 giờ trong máy áp kế (200rpm). 0,04g/L của 100% muối than nén (Alfa Aesur) đã được thêm vào nước rửa, bên cạnh 1/thứ 3/L của tấm bị bẩn SBL2004 cắt thành 20 miếng có kích thước bằng nhau. Điều này mô phỏng vết bẩn dầu trong

việc rửa và lắng đọng hạt có gốc cacbon. Sau khi rửa, các mẫu được tráng qua 400 ml của 26 nước cứng Pháp và được làm khô trong không khí. Màu của vải được đo bằng phản xạ kế và thể hiện bằng các giá trị CIE $L^*a^*b^*$. Thử nghiệm đã được lặp lại với việc thêm 40ppm của alkyl ete với 20 nhóm etoxyl và chuỗi alkyl khác nhau.

Sự tăng cường việc làm sạch đã được tính toán bằng trị số ΔL^* :

$$\Delta L^* = L^*(\text{alkyl ete carboxylat}) - L^*(\text{chế phẩm đối chứng})$$

Kết quả đã được thể hiện trong bảng dưới đây

	ΔL^*	95% khoảng tin cậy
C12-C16 (coco) 20EO (tham chiếu)	0,9	0,5
C18 (stearyl) 20EO (sáng chế)	2,1	0,3

Chế phẩm stearyl cho trị số ΔL^* lớn nhất.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm tẩy giặt chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 40% trọng lượng được chọn từ chất hoạt hóa anion và không ion;

(ii) chất phân tán axit alkyl ete carboxylic với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10% trọng lượng, ngoài chất hoạt động bề mặt khác, chất phân tán axit alkyl ete carboxylic có cấu trúc sau:



trong đó

n là etoxyl hóa trung bình và n được chọn từ 15 đến 20.

2. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm 1, trong đó phần trọng lượng của chất hoạt động bề mặt không ion/chất hoạt động bề mặt anion là từ 0 đến 0,3.

3. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm tẩy giặt chứa subtilisin proteaza với lượng nằm trong khoảng từ 0,002 đến 0,2% trọng lượng.

4. Phương pháp xử lý đồ vải dệt ở quy mô gia đình và phương pháp này bao gồm bước: xử lý đồ vải dệt với dung dịch nước từ 1,5 đến 20 g/l của chế phẩm tẩy giặt như được định nghĩa theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.

5. Phương pháp xử lý đồ vải dệt ở quy mô gia đình theo điểm 4, trong đó phương pháp bao gồm bước tiếp theo là giữ xả qua nước và làm khô vải dệt.