



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

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)** (11) 1-0019944  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(51)<sup>7</sup> **C11D 1/62, 1/66, 1/835, 3/00, 3/50,** (13) **B**  
17/00

(21) 1-2014-01972

(22) 20.11.2012

(86) PCT/EP2012/073039 20.11.2012

(87) WO2013/087364 20.06.2013

(30) 11193974.0 16.12.2011 EP

(45) 25.10.2018 367

(43) 27.10.2014 319

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, NL-3013 AL Rotterdam, the Netherlands

(72) BOARDMAN, Christopher (GB), LEE, Kenneth, Stuart (GB)

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

(54) **CHẾ PHẨM DUỖNG VẢI VÀ QUY TRÌNH XỬ LÝ VẢI**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm duỗng vải chứa:

(i) tác nhân hữu ích dễ bay hơi bọc trong nang;

(ii) hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang, hoạt chất này có nhiệt độ thay đổi pha từ 24 đến 39°C; và

(iii) ít nhất một tác nhân làm mềm vải được chọn từ tác nhân làm mềm cation, tác nhân làm mềm không ion và các hỗn hợp của chúng; và

(iv) tác nhân hữu ích dễ bay hơi không bọc trong nang.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dường vải chứa tác nhân hữu ích dễ bay hơi ở dạng bọc trong nang và không bọc trong nang, nguyên liệu thay đổi pha bọc trong nang và hoạt chất làm mềm vải cation hoặc không ion.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Các hương liệu là tác nhân hữu ích có giá trị và được dùng phổ biến trong các ứng dụng chăm sóc cho gia đình và cá nhân. Việc sử dụng các chất thơm trong khi giặt là để chỉ báo cho người tiêu dùng biết là quá trình giặt đã đến độ chấp nhận được.

Các công nghệ chất thơm bọc trong nang được biết đến để sử dụng trong các sản phẩm giặt là. Những công nghệ như vậy đem lại việc cấp hương liệu được cải thiện so với cách giải phóng tinh dầu thơm thông thường bằng cách khắc phục các vấn đề mất mùi thơm trong quá trình sấy bằng cách bảo vệ chất thơm trong viên nang. Việc bọc trong nang cũng đảm bảo rằng chất thơm được giải phóng ra vào thời điểm tối ưu để cho phép việc đem lại lợi ích có thể nhận biết cho người mặc quần áo đã được giặt. Các ví dụ về phương thức hoạt động của các bao nang bao gồm: hoạt động nhạy cảm với sự rách, là khi chất thơm trong lõi được giải phóng ra ngay khi bao nang bị vỡ một cách cơ học, và hoạt động khuếch tán, là khi chất thơm được giải phóng ra bằng cách khuếch tán qua lớp ngoài của bao nang. Một số bao nang có thể có cả hai cơ chế giải phóng. Một loại viên nang đã được sử dụng trong các chế phẩm giặt có vỏ melamin formaldehyt và một lõi chất thơm. Sự giải phóng chất thơm từ các viên nang melamin formaldehyt là dựa vào sự cọ sát, hiệu quả trở nên rõ ràng sau một quá trình chà xát được áp dụng cho các loại vải được xử lý. Hiệu quả này có được bởi sự tăng cường độ thơm trong khi mặc.

Tài liệu WO 99/43777 bộc lộ chế phẩm dường vải đậm đặc chứa các hợp chất làm mềm vải trộn với dầu.

Tài liệu WO 2008/058833 bộc lộ chế phẩm làm mềm vải chứa hợp chất làm mềm vải và một nguyên liệu có nhiệt độ chuyển pha nằm trong khoảng từ 26 đến 39°C, được bọc trong vỏ polyme để tạo ra các hạt nang có kích thước hạt nằm trong khoảng từ 10nm đến 1000μm.

Tài liệu WO 2009/150017 bộc lộ quy trình điều chế chế phẩm chứa hoạt chất làm mềm vải, chất thơm bọc trong nang và chất thơm không bọc. Quy trình bao gồm bước phân tán chất thơm bọc trong nang trong nước trước khi bổ sung hoạt chất làm mềm vải vào trong nước.

Tài liệu WO 2010/ 012590 bộc lộ các chế phẩm làm mềm vải chứa chất thơm bọc trong lớp nang có các nhóm axit yếu trên bề mặt của viên nang, hoạt chất làm mềm vải và hoạt chất ổn định là một hợp chất amoni bậc bốn cation liên kết không este tan trong nước hoặc một chất hoạt động bề mặt không ion và muối.

Tài liệu EP 0371535 A2 bộc lộ các chế phẩm xử lý vải dạng lỏng có nước chứa các nguyên liệu dưỡng vải cation không tan trong nước, và một chế phẩm hydrocacbon có nhiệt độ chuyển pha giữa 27 và 38°C.

Đến nay chúng tôi đã tìm thấy rằng việc đưa vào nguyên liệu thay đổi pha bọc trong nang với mức độ thấp làm tăng đáng kể hiệu quả việc giải phóng do cách kết hợp với một công thức dưỡng vải chứa các tác nhân dễ bay hơi hữu ích bọc trong nang thông thường, ví dụ như chất thơm.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo khía cạnh đầu tiên, sáng chế đề xuất chế phẩm dưỡng vải, chứa:

- (i) tác nhân hữu ích dễ bay hơi bọc trong nang;
- (ii) hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang, hoạt chất thay đổi pha này có nhiệt độ thay đổi pha từ 24 đến 39°C;
- (iii) ít nhất một tác nhân làm mềm vải được chọn từ tác nhân làm mềm cation, tác nhân làm mềm không ion và hỗn hợp của chúng; và
- (iv) tác nhân hữu ích dễ bay hơi không bọc trong nang.

Theo khía cạnh thứ hai của sáng chế đề xuất quy trình xử lý vải bao gồm bước xử lý vải với chế phẩm được xác định ở khía cạnh thứ nhất.

### Mô tả chi tiết sáng chế

Tác nhân hữu ích dễ bay hơi bọc trong nang.

Tác nhân hữu ích dễ bay hơi bọc trong nang chứa viên nang và tác nhân hữu ích dễ bay hơi. Viên nang bao gồm vỏ và lõi.

Viên nang chứa tác nhân hữu ích dễ bay hơi có vỏ chứa nguyên liệu bao gồm nhưng không giới hạn polyuretan, polyamit, polyolefin, polysacarit, protein, silicon, chất béo, xenluloza được biến đổi, các loại gốm, polyacrylat, polyphosphat, polystyren, polyeste hoặc tổ hợp của các nguyên liệu này. Nguyên liệu tạo vỏ bọc nang khác có thể được sử dụng một cách hiệu quả trong sáng chế, chẳng hạn như polymethylmetacrylat. Các polyme tạo vỏ bọc nang được ưu tiên bao gồm những polyme được hình thành từ sản phẩm ngưng tụ của melamin formaldehyt hoặc ure formaldehyt, cũng như các loại chất dẻo amino tương tự. Tốt nhất là vỏ chứa melamin formaldehyt.

Ngoài ra, các viên vi nang được tạo ra thông qua sự tụ giọt đơn hay phức của gelatin cũng phù hợp để sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế.

Một quy trình tiêu biểu được sử dụng để bọc bằng nhựa dẻo amino được bộc lộ trong Patent US 3516941 mặc dù đã được biết rằng các nguyên liệu và các bước của quy trình có thể thay đổi. Một quy trình tiêu biểu được sử dụng để bọc trong nang gelatin được bộc lộ trong Patent US 2800457 mặc dù đã được biết rằng các nguyên liệu và các bước của quy trình có thể thay đổi. Cả hai quy trình này đều được thảo luận trong nội dung việc bọc nang hương liệu để sử dụng trong các sản phẩm tiêu dùng trong Patent US 4145184 và US 5112688 tương ứng.

Việc bọc nang có thể tạo ra các khoảng trống dạng lỗ hổng hoặc kẽ hở tùy thuộc vào kỹ thuật bọc nang được sử dụng.

Các viên nang hương liệu đã được biết đến trong tình trạng kỹ thuật và phù hợp để sử dụng trong sáng chế chứa lớp bọc hoặc vỏ mà chứa một mạng lưới liên kết ngang ba chiều của một loại nhựa dẻo amino, cụ thể hơn là một polyme axit acrylic được thế hoặc không được thế hoặc copolyme liên kết ngang

với một sản phẩm tiền ngưng tụ của ure-formaldehyt hoặc sản phẩm tiền ngưng tụ của melamin-formaldehyt.

Sự hình thành của viên vi nang bằng cách sử dụng các cơ chế tương tự như cơ chế đã nói ở trên, sử dụng (i) sản phẩm tiền ngưng tụ của melamin-formaldehyt hoặc ure formaldehyt và (ii) các polyme có các đơn vị monome vinyl được thể có các gốc của nhóm chức cho proton (ví dụ các nhóm axit sulfonic hoặc các nhóm axit cacboxylic anhydrit), cách này đã được bộc lộ trong Patent US 4406816 (các nhóm axit 2-acrylamido-2-metyl-propan sulfonic), đơn đăng ký sáng chế đã công bố GB 2062570 A (các nhóm axit styren sulfonic) và đơn đăng ký sáng chế đã công bố GB 2006709 A (các nhóm axit cacboxylic anhydrit).

Viên nang để sử dụng trong sáng chế có thể chứa thêm dầu nền trong lõi. Các loại dầu nền là nguyên liệu kỵ nước có thể trộn lẫn với các nguyên liệu của tác nhân hữu ích dễ bay hơi được sử dụng trong sáng chế. Các loại dầu thích hợp là các loại có ái lực hợp lý đối với tác nhân hữu ích. Khi tác nhân hữu ích là một chất thơm, các nguyên liệu phù hợp bao gồm nhưng không giới hạn dầu triglycerit, mono và diglycerit, dầu khoáng, dầu silicon, diethylphthalat, olefin polyalpha, dầu thầu dầu và isopropyl myristat. Tốt hơn là, dầu là dầu triglycerit, tốt nhất là loại dầu triglycerit capric/caprylic.

Đối với các chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng, các viên nang có thể được sử dụng ở dạng huyền phù, mà tốt hơn là chứa khoảng 40% chất rắn.

Kích thước hạt và đường kính trung bình của các viên nang có thể thay đổi từ 10 nm đến 1000  $\mu\text{m}$ , tốt hơn là từ 50 nm đến 100  $\mu\text{m}$ , tốt hơn nữa là từ 2 đến 40  $\mu\text{m}$ , thậm chí tốt hơn nữa là từ 4  $\mu\text{m}$  đến 15  $\mu\text{m}$ . Phạm vi đặc biệt được ưu tiên là từ 5  $\mu\text{m}$  đến 10  $\mu\text{m}$ , ví dụ 6  $\mu\text{m}$  đến 7  $\mu\text{m}$ . Việc phân bố viên nang có thể là hẹp, rộng hoặc đa dạng. Việc phân phối đa dạng có thể bao gồm các loại chất hóa học dạng viên nang khác nhau.

Vỏ có thể chứa thêm một chất trợ lắng, tốt hơn là liên kết hóa trị kèm theo.

Một chất trợ lắng được ưu tiên là polysacarit. Tốt hơn là polysacarit có một trực chính liên kết  $\beta$ -1,4-.

Tốt hơn là polysacarit là xenluloza, một dẫn xuất xenluloza, hoặc một polysacarit liên kết  $\beta$ -1,4- có ái lực đối với xenluloza, chẳng hạn như polymanan, polyglucan, polyglucomanan, polyxyloglucan và polygalactomanan hoặc hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nữa là, polysacarit được chọn từ nhóm bao gồm polyxyloglucan và polygalactomanan.

Polysacarit rất được ưu tiên được chọn từ gôm carob, gôm me, xyloglucan, gôm guar không ion, tinh bột cation và các hỗn hợp của nó. Tốt nhất là, chất trợ lắng là gôm carob.

Tốt hơn là, trực chính polysacarit chỉ có liên kết  $\beta$ -1,4. Polysacarit tùy ý có thêm nhiều liên kết ngoài các liên kết  $\beta$ -1,4, chẳng hạn như các liên kết  $\beta$ -1,3. Vì vậy, một số liên kết khác tùy ý có mặt. Các trực chính polysacarit bao gồm một số phân đoạn mà không phải là vòng sacarit cũng thuộc trong phạm vi của sáng chế (ở cuối hoặc giữa chuỗi polysacarit).

Polysacarit có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Nhiều polysacarit xuất hiện tự nhiên có ít nhất một số mức độ phân nhánh, hoặc ở tỷ lệ bất kỳ ít nhất một số vòng sacarit là ở dạng các nhóm biên treo (do đó bản thân chúng không được tính trong việc xác định mức độ thế) trên một trực chính polysacarit.

Tốt hơn là, các polysacarit hiện diện ở các cấp độ từ 0,1% đến 10% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng của hạt.

Chất trợ lắng, tốt hơn là một polysacarit, được gắn vào hạt bằng phương pháp liên kết hóa trị, sự mắc hoặc hấp phụ mạnh, tốt nhất là liên kết hóa trị hoặc sự vướng mắc và tốt nhất bằng liên kết hóa trị. Sự mắc như sử dụng ở đây với nghĩa là chất trợ lắng được hấp phụ vào hạt trong khi sự polyme hoá tiến hành và hạt phát triển về kích thước, một phần chất trợ lắng được hấp phụ trở nên lắng đọng sâu vào bên trong của hạt. Do đó ở cuối quy trình polyme hóa, một phần của chất trợ lắng bị kẹt lại và liên kết trong hệ nền polyme của hạt, trong khi phần còn lại thì tự do đi vào pha nước.

Hấp phụ mạnh như sử dụng ở đây với nghĩa là sự hấp phụ mạnh chất trợ lăng vào bề mặt của hạt; hấp phụ như vậy có thể, ví dụ, xảy ra do liên kết hydro, Van Der Waals hoặc hút tĩnh điện giữa chất trợ lăng và hạt.

Do đó, chất trợ lăng được gắn chủ yếu với bề mặt hạt và không được phân phối tới khói lượng bên trong của hạt với bất kỳ mức độ đáng kể nào. Điều này khác biệt với copolyme ghép, ví dụ một polysacarit có thể được ghép dọc theo chiều dài của chuỗi polyme. Hạt được hình thành từ copolyme ghép sẽ chứa polysacarit trong cả khói lượng bên trong của các hạt cũng như trên bề mặt hạt và sáng chế này không bao gồm một hạt như vậy. Vì vậy, hạt được tạo ra khi sử dụng một polysacarit như chất trợ lăng theo quy trình của sáng chế có thể được coi như một "hạt lông", khác với copolyme ghép. Đặc điểm này của sáng chế đem đến cơ hội giảm chi phí đáng kể cho các nhà sản xuất khi cần rất ít chất trợ lăng để đạt được cùng một mức độ hoạt động như hệ thống mà sử dụng các copolyme polysacarit.

Chất trợ lăng có mặt trong phần ngoài cùng của vỏ, được làm bằng polyme melamin formaldehyt có độ dày từ 5 đến 20 nm.

Các polyeste của terephthalic và các axit dicarboxylic thơm khác có đặc tính giải thoát vết bẩn, cụ thể, được gọi là PET/POET (polyetylen terephthalat/polyoxyetylen terephthalat) và PET/PEG (polyetylen terephthalat/polyetylen glycol) polyeste có thể được sử dụng như các chất trợ lăng.

Polyme phải có ít nhất một mol nhóm OH tự do trên một mol polyme, để cho phép liên kết cộng hóa trị với (các) thuốc nhuộm hoạt tính. Tốt nhất là polyme bao gồm ít nhất hai nhóm OH tự do. Tốt hơn là các nhóm OH là nhóm cuối của polyme.

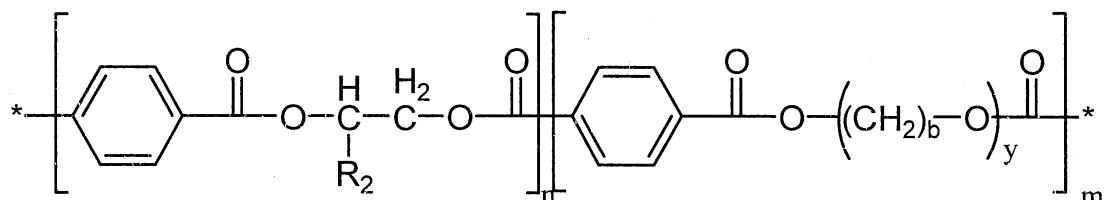
Tốt hơn là, oxyalkylenoxy [-O(CH<sub>2</sub>)<sub>t</sub>O-] được chọn từ: oxy-1,2-propyleneoxy [-OCH<sub>2</sub>CH(Me)O-]; oxy-1,3-propyleneoxy [O-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-]; và, oxy-1,2-etylenoxy [-OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-] (t là một số nguyên). Hiển nhiên một hoặc nhiều hơn các nhóm CH<sub>2</sub> của oxyalkylenoxy có thể được thế bằng (các) nhóm C1-C4 alkyl.

Các polyoxyalkylenoxy tạo điều kiện cho khả năng tan nước của polyme. Tốt hơn là, polyoxyalkylenoxy  $[-O(CH_2)_w]_nO-$  được chọn từ: polyoxy-1,2-propylenoxy  $[-O(CH_2CH(Me)-)]_nO-$ ; polyoxy-1,3-propylenoxy  $[O-CH_2CH_2CH_2]_nO-$ , và, polyoxy-1,2-etylenoxy  $[O-CH_2CH_2]_nO-$ ; các polyoxyalkylenoxy có thể là một hỗn hợp của oxyalkylenoxy khác nhau. Các loại polyoxyalkylenoxy khác nhau có thể xuất hiện trong polyme. (s và w là các số nguyên).

Phenyl dicacboxylat tốt hơn là 1,4-phenyl dicacboxylat. Tốt hơn là dicacboxylat phenyl có dạng:  $-OC(O)C_6H_4C(O)O-$ .

Ví dụ về các polyme được ưu tiên là polyme PET / POET (polyetylen terephthalat / polyoxyetylen terephthalat), PEG / POET (polyetylenglycol / polyoxyetylen terephthalat) hoặc PET / PEG (polyetylen terephthalat / polyetylenglycol). Tốt nhất là PET / POET.

Cấu trúc của polyme được ưu tiên là như sau:



trong đó:

$R_2$  được chọn từ H hoặc  $CH_3$ , tốt hơn là H;

b là 2 hoặc 3, tốt hơn là 2;

y là 2 đến 100, tốt hơn là 5 đến 50;

n và m độc lập là 1 đến 100, tốt hơn là 2 đến 30; và, các nhóm ở tận cùng (cuối) của polyme là  $(CH_2)_bOH$ .

Các polyme có thể được tổng hợp bởi nhiều cách, ví dụ như một phản ứng este hóa dimetyl terephthalat với etylen glycol và polyetylen glycol, phản ứng này được thảo luận trong *Polymer Bulletin* 28, 451-458 (1992). Một ví dụ khác sẽ là este hóa trực tiếp axit terephthalic với etylen glycol và/hoặc propylen glycol và polypropylen glycol.

Một ví dụ khác sẽ là phản ứng transeste hóa của polyetylen terephthalat với polyetylen glycol hoặc polypropylen glycol.

Được ưu tiên rằng số trọng lượng phân tử trung bình của polyme là trong khoảng từ 1000 đến 50000, tốt hơn là trọng lượng phân tử trung bình của polyme là trong khoảng từ 1000 đến 15000, tốt hơn nữa là từ 2000 đến 10000.

### Tác nhân hữu ích dễ bay hơi

Tác nhân hữu ích dễ bay hơi là tác nhân mà dễ bay hơi và mang lại lợi ích cho vải.

Các tác nhân hữu ích dễ bay hơi phù hợp bao gồm nhưng không giới hạn các loại chất thơm, thuốc diệt côn trùng, tinh dầu, các chất tác động lên giác quan như tinh dầu bạc hà và hoạt chất trị liệu bằng tinh dầu, tốt hơn là các chất thơm. Các hỗn hợp của các tác nhân hữu ích dễ bay hơi có thể được sử dụng.

Tổng lượng của tác nhân hữu ích dễ bay hơi tốt hơn là từ 0,01 đến 10% trọng lượng, tốt hơn nữa là 0,05 đến 5% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là 0,1 đến 4,0%, tốt nhất là 0,15 đến 4,0%, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Tác nhân hữu ích dễ bay hơi được ưu tiên là một loại chất thơm. Các chế phẩm sáng chế cũng bao gồm tác nhân hữu ích dễ bay hơi tự do (còn gọi là không bọc trong nang). Trường hợp tác nhân hữu ích dễ bay hơi là chất thơm, các loại chất thơm được mô tả dưới đây rất thích hợp để sử dụng làm tác nhân có ích dễ bay hơi bọc trong nang và cũng như thành phần chất thơm tự do.

Các thành phần hữu ích của chất thơm bao gồm các nguyên liệu có nguồn gốc tự nhiên và tổng hợp. Chúng bao gồm các hợp chất đơn và các hỗn hợp. Ví dụ cụ thể của các thành phần này có thể được tìm thấy trong tài liệu hiện tại, ví dụ như, trong *Handbook of Flavor Ingredients*, 1975 của Fenaroli, CRC Press; *Synthetic Food Adjuncts*, của MB Jacobs, do Van Nostrand hiệu chỉnh, hoặc *Perfume and Flavor Chemicals* của S. Arctander 1969, Montclair, NJ (USA). Những chất này được biết đến rộng rãi bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực về tạo chất thơm, mùi vị và/hoặc tạo hương thơm cho các sản phẩm tiêu dùng, tức là, mang lại hương thơm và/hoặc mùi vị hoặc vị giác cho một sản phẩm tiêu dùng được tạo hương thơm hay tạo mùi vị thơm theo cách

truyền thống, hoặc thay đổi hương thơm và/hoặc mùi vị của sản phẩm tiêu dùng nói trên.

Chất thơm trong phạm vi này không chỉ có nghĩa là hương liệu của sản phẩm được làm thành công thức đầy đủ, mà còn được chọn từ các thành phần của hương liệu đó, đặc biệt là những loại dễ bị mất, chẳng hạn như chất được gọi là "hương hàng đầu".

Hương hàng đầu được xác định bởi Poucher (*Journal of the Society of Cosmetic Chemists* 6(2):80 [1955]). Các ví dụ về các hương hàng đầu phổ biến bao gồm các loại dầu cây quýt, linalola, linalyl axetat, hoa oải hương, dihydromyroxenol, oxit hoa hồng và cis-3-hexanol. Hương hàng đầu thường chiếm từ 15 đến 25% trọng lượng của chế phẩm có chất thơm và trong các phương án thực hiện của sáng chế có chứa một mức độ gia tăng của hương hàng đầu được dự kiến là ít nhất 20% trọng lượng có mặt trong bao nang.

Một số hoặc tất cả các loại chất thơm hoặc hương liệu gốc có thể bọc trong nang, các thành phần hương liệu đặc trưng mà thuận lợi để bọc trong nang, bao gồm những chất với điểm sôi tương đối thấp, tốt hơn là những chất thành phần có điểm sôi thấp hơn 300°C, tốt hơn là 100 đến 250°C và các hương liệu gốc có thể sản xuất các thành phần như vậy.

Tốt hơn là bọc trong nang các thành phần hương liệu có clog P thấp (tức là những thành phần sẽ được phân chia thành nước), tốt hơn với clog P nhỏ hơn 3.0. Các nguyên liệu này, với điểm sôi tương đối thấp và clog P tương đối thấp được gọi là các thành phần hương liệu "chậm tỏa hương" và bao gồm các nguyên liệu sau đây:

Alyl caproat, amyl axetat, amyl propionat, anisic aldehyt, anisol, benzaldehyt, benzyl axetat, benzyl axeton, rượu benzyl, benzyl format, benzyl iso valerat, benzyl propionat, beta gama hexenol, gồm long não, laevo-carvon, d-carvon, rượu xinamic, xinamyl format, cis-jasmon, cis-3-hexenyl axetat, rượu cuminic, xyclal c, dimetyl benzyl carbinol, dimetyl benzyl carbinol axetat, etyl axetat, etyl axeto axetat, etyl amyl keton, etyl benzoat, etyl butyrat, etyl hexyl keton, etyl phenyl axetat, eucalyptol, eugenol, fenchyl axetat, flo axetat (trixyclo

dexenyl axetat), fruten (trixyclo dexenyl propionat), geraniol, hexenol, hexenyl axetat, hexyl axetat, hexyl format, rượu hydratropic, hydroxyxitronelal, indon, rượu isoamyl, iso menton, isopulegyl axetat, isoquinolon, ligustral, linalool, linalool oxit, linalyl format, menton, mentyl axetphenon, methyl amyl keton, methyl anthranilat, methyl benzoat, methyl benzyl axetat, methyl eugenol, methyl heptenon, methyl heptin cacbonat, methyl heptyl keton, methyl hexyl keton, methyl phenyl carbonyl axetat, methyl salixylat, methyl-n-methyl anthranilat, nerol, octalacton, rượu octyl, p-cresol, p-cresol methyl ete, p-methoxyacetophenon, \*p-methyl axetophenon, phenoxy ethanol, phenyl axetaldehyt, phenyl ethyl axetat, rượu phenyl etyl, etyl phenyl dimethyl carbinol, prenyl axetat, propyl bornat, pulegon, oxit hoa hồng, safrol, 4 terpinenol, alpha-terpinenol, và/hoặc viridin.

Các thành phần hương liệu không bọc trong nang được ưu tiên là những thành phần chất thơm ký nước với ClogP lớn hơn 3. Như sử dụng ở đây, thuật ngữ "ClogP" có nghĩa là logarit được tính toán đến cơ số 10 của hệ số phân chia octanol/nước (P). Hệ số phân chia octanol/nước của một nguyên liệu thô của chất thơm (PRM) là tỷ lệ giữa nồng độ cân bằng của nó trong octanol và nước. Phép đo này là tỷ lệ nồng độ cân bằng của một PRM trong một dung môi không phân cực (octanol) với nồng độ của nó trong một dung môi phân cực (nước), ClogP cũng là một phép đo tính ký nước của nguyên liệu - giá trị ClogP càng cao, tính ký nước của nguyên liệu càng cao. Các giá trị ClogP có thể dễ dàng tính toán từ một chương trình gọi là "CLOGP" có trong *Daylight Chemical Information Systems Inc.*, Irvine Calif., USA. Các hệ số phân chia octanol/nước được mô tả chi tiết hơn trong Patent US 5578563.

Các thành phần chất thơm với ClogP lớn hơn 3 bao gồm: iso E super, xitronelol, etyl xinamat, bangalol, 2,4,6-trimetylbenzaldehyt, hexyl xinamic aldehyt, 2,6-dimetyl-2-heptanol, diisobutylcarbinol, etyl salixylat, phenetyl isobutyrat, etyl hexyl xeton, propyl amyl xeton, dibutyl xeton, heptyl methyl keton, 4,5-dihydrotoluen, caprylic aldehyt, xitral, geranial, isopropyl benzoat, axit xiclohexanpropionic, campholen aldehyt, axit caprylic, rượu caprylic, cuminaldehyt, 1-etyl-4-nitrobenzen, heptyl format, 4-isopropylphenol, 2-

isopropylphenol, 3-isopropylphenol, alyl disulfit, 4-metyl-1-phenyl-2-pentanon, 2-propylfuran, alyl caproat, styren, isoeugenyl methyl ete, indonaphten, dietyl suberat, l-menton, menton raxemic, p-cresyl isobutyrat, butyl butyrat, etyl hexanoat, propyl valerat, n-pentyl propanoat, hexyl axetat, methyl heptanoat, trans-3,3,5-trimethylxyclohexanol, 3,3,5-trimethylxyclohexanol, etyl p-anisat, 2-etyl-1-hexanol, benzyl isobutyrat, 2,5-dimethylthiophen, isobutyl 2-butenoat, caprylnitril, gama-nonalacton, nerol, trans-geraniol, 1-vinylheptanol, eucalyptol, 4-terpinenol, dihydrocarveol, etyl 2-metoxybenzoat, etyl xyclohexancacboxylat, 2-etylhexanal, etyl amyl carbinol, 2-octanol, etyl methylphenylglyxidat, diisobutyl xeton, cumaron, propyl isovalerat, isobutyl butanoat, isopentyl propanoat, 2-etylbutyl axetat, 6-metyl-tetrahydroquinolin, eugenyl methyl ete, etyl dihydroxinamat, 3,5-dimetoxytoluen, toluen, etyl benzoat, n-butyrophenon, alpha-terpineol, methyl 2-metylbenzoat, methyl 4-metylbenzoat, methyl 3, metylbenzoat, sec. butyl n-butyrat, 1,4-xineol, rượu fenchyl, pinanol, cis-2-pinanol, 2,4-dimetylaxetophenon, isoeugenol, safrol, methyl 2-octynoat, o-metylanisol, p-cresyl methyl ete, etyl anthranilat, linalool, phenyl butyrat, etylen glycol dibutyrat, dietyl phthalat, phenyl mercaptan, rượu cumin, m-toluquinolin, 6-metylquinolin, lepidin, 2-etylbenzaldehyt, 4-etylbenzaldehyt, o-etylphenol, p-etylphenol, m-etylphenol, (+)-pulegon, 2,4-dimetylbenzaldehyt, isoxyaldehyt, etyl sorbat, benzyl propionat, 1,3-dimetylbutyl axetat, isobutyl isobutanoat, 2,6-xylenol, 2,4-xylenol, 2,5-xylenol, 3,5-xylenol, methyl xinamat, hexyl methyl ete, benzyl etyl ete, methyl salixylat, butyl propyl xeton, etyl amyl xeton, hexyl methyl keton, 2,3-xylenol, 3,4-xylenol, xyclopentadenanolit và phenyl etyl 2 phenylaxetat 2.

Nhiều thành phần chất thơm có mặt trong một chế phẩm là rất phổ biến. Trong các chế phẩm của sáng chế, ước tính sẽ có bốn hoặc nhiều hơn, tốt hơn là năm hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là sáu hoặc hơn hoặc thậm chí bảy hoặc nhiều hơn các thành phần chất thơm khác nhau từ danh sách đã được liệt kê cho các chất thơm chậm tỏa hương nêu trên và/hoặc danh sách các thành phần chất thơm có ClogP lớn hơn 3 có mặt trong chất thơm.

Tác nhân hữu ích dễ bay hơi có thể là thuốc chống côn trùng. Về mặt hóa học, hầu hết các hoạt chất của thuốc chống côn trùng thuộc về một trong bốn nhóm: amit, rượu, este hoặc ete. Những hoạt chất phù hợp để sử dụng trong súng ché là các chất lỏng hoặc chất rắn với điểm nóng chảy tương đối thấp và nhiệt độ sôi trên 150°C, tốt nhất là chất lỏng. Chúng bay hơi từ từ ở nhiệt độ phòng. Trường hợp tác nhân hữu ích dễ bay hơi là thuốc chống côn trùng, các thuốc chống côn trùng được mô tả dưới đây rất thích hợp để sử dụng như tác nhân có ích dễ bay hơi bọc trong nang và cũng thích hợp để làm thành phần chống côn trùng không bọc trong nang.

Nhiều thuốc chống côn trùng phù hợp có liên quan đến các loại của chất thơm (nhiều loại thuộc vào cả hai lớp). Các thuốc chống côn trùng thường hay được sử dụng nhất bao gồm: DEET (N,N-diethyl-m-toluamit), tinh dầu của bạch đàn chanh (*Corymbia citriodora*) và hợp chất hoạt động của nó p-mentan-3,8-diol (PMD), icaridin, còn được gọi là picaridin, D-limonen, Bayrepel, và KBR 3023, Nepetalacton, còn được gọi là "dầu catnip", tinh dầu xitronela, permethrin, dầu Neem và Bog Myrtle.

Các thuốc diệt côn trùng đã biết bắt nguồn từ tự nhiên bao gồm: Achillea alpina, alpha terpinen, dầu húng (*ocimum basilicum*), Callicarpa americana (Beautyberry), long não, carvacrol, dầu thầu dầu (*Ricinus communis*), dầu catnip (loài *Nepeta*), dầu bách hương (*Cedrus Atlantica*), chiết xuất cần tây (*Apium graveolens*), quế (*xinnamomum Zeylanicum*, dầu lá), dầu xitronela (*Xymbopogon fleusus*), dầu đinh hương (*caryophyllata* ưu sinh), tinh dầu bạch đàn (70% + dầu bạch đàn, còn được gọi là xineol), tinh dầu thì là (*Foeniculum vulgare*), tinh dầu tỏi (*Allium sativum*), tinh dầu Phong lữ (còn gọi là cây quỳ thiên trúc), tinh dầu oải hương (*Lavandula officinalis*), chanh bạch đàn (*Corymbia citriodora*) tinh dầu và thành phần hoạt chất của nó p-mentan-3 ,8-diol (PMD), dầu sả (*Xymbopogon flexuosus*), cúc vạn thọ (loài *Tagetes*), Kinh giới ô (*Tetranychus urticae* và *Eutetranychus orientalis*), dầu Neem (*Azadirachta indica*), axit oleic, bạc hà (*Menta x piperita*), Pennyroyal (*Menta pulegium*), Cây kim cúc (từ các loài hoa cúc, đặc biệt là *C. xinerariifolium* và *C. coxineum*),

dầu Rosemary (*Rosmarinus officinalis*), Spanish Flag *Lantana camara* (*Helopeltis theivora*), nước trái cây mọng *Solanum villosum*, dầu cây trà (*Melaleuca alternifolia*) và Thyme (loài tuyến úc) và các hỗn hợp của chúng.

Thuốc chống côn trùng được ưu tiên bọc trong nang là thuốc chống muỗi có sẵn từ Celessence, Rochester, England. Celessence Repel, có chứa thành phần hoạt chất Saltidin<sup>TM</sup> và Celessence Repel tự nhiên, có chứa hoạt chất Xitrepel<sup>TM</sup> 75. Saltidin là một phân tử nhân tạo được phát triển ban đầu của Bayer Corporation. Xitrepel được sản xuất từ các loại dầu bạch đàn và là cao trong pentan-3,8-diol (PMD). Thuốc chống côn trùng không bọc nang được ưu tiên là Xitriodiol<sup>TM</sup> cung cấp bởi Xitrefine.

Một nhóm khác của các tác nhân hữu ích dễ bay hơi mà sáng chế có thể được áp dụng là những chất gọi là nguyên liệu của phương pháp "trị liệu bằng tinh dầu". Những nguyên liệu này bao gồm các thành phần của các loại tinh dầu như Clary Sage, bạch đàn, phong lữ, oải hương, chiết xuất của nhục đậu khấu, dầu hoa cam, nhục đậu khấu, bạc hà, lá của cây violet ngọt và cây nữ lang.

#### Hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang

Các hoạt chất thay đổi pha là các nguyên liệu có thể hấp thụ, lưu trữ và giải thoát ra nhiệt trong khi nguyên liệu thay đổi hình thức vật lý của nó. Điều này được biết đến như một sự thay đổi pha. Nước thay đổi từ rắn (nước đá) sang lỏng là một ví dụ về hiện tượng này. Trong những sự thay đổi về pha này một lượng lớn nhiệt được hấp thụ hoặc giải thoát ra.

Hoạt chất thay đổi pha có nhiệt độ chuyển pha do nhiệt (TPTT) trong khoảng 24 đến 39°C. TPTT có thể được đo một cách thuận tiện bằng hệ thống phân tích nhiệt Perkin & Elmer.

Hệ thống phân tích nhiệt Perkin Elmer & đo dòng nhiệt vào một nguyên liệu được làm nóng như một chức năng nhiệt độ của nguyên liệu. Bằng cách kiểm tra một loại nguyên liệu ở các nhiệt độ khác nhau, một biên dạng nhiệt độ thu được. Một biên dạng nhiệt độ như vậy thường có một hoặc nhiều điểm cực đại, mỗi điểm cực đại tương ứng với mức tối đa cho dòng nhiệt vào nguyên liệu ở nhiệt độ cụ thể. Nhiệt độ tương ứng với điểm cực đại quan trọng trong biên

dạng nhiệt độ được gọi là nhiệt độ chuyển pha do nhiệt. Nói chung là một TPTT cao tương ứng với một nhiệt độ làm mềm cao của nguyên liệu. Nguyên liệu có TPTT trong khoảng 24 tới 39°C, tốt hơn là 25 tới 39°C, tốt hơn nữa là 26 đến 38°C và tốt nhất 26 đến 30°C.

Hoạt chất thay đổi pha có nhiệt ẩn và thể hiện nhiều hiện tượng chuyển tiếp giữa các pha ở một nhiệt độ chuyển pha. Chuyển pha của sáng chế được kết hợp từ rắn sang lỏng; lỏng sang hơi, rắn sang hơi, gel sang những sự thay đổi pha tinh thể lỏng. Trong sáng chế, tốt hơn là các sự chuyển pha là pha rắn sang lỏng hoặc lỏng sang những sự thay đổi pha rắn. Ở những sự thay đổi của pha, PTMs hấp thụ nghịch hoặc giải thoát ra nhiệt từ môi trường ở xung quanh nhiệt độ chuyển pha, mà được đi kèm với một sự thay đổi tương ứng ở nhiệt độ môi trường xung quanh.

Hoạt chất thay đổi pha có thể ở dạng một chế phẩm (hoặc hỗn hợp) với điều kiện tổng chế phẩm có TPTT trong khoảng 24 đến 39°C, tốt hơn là 25 đến 39°C, tốt nhất là 26 đến 38°C và tốt nhất là 26 đến 30°C.

Các chế phẩm phù hợp có thể bao gồm các nguyên liệu hydrocacbon chứa một chuỗi alkyl thẳng hoặc phân nhánh và tốt hơn là bao gồm trung bình từ 12 đến 50 nguyên tử cacbon trên mỗi phân tử, tốt hơn là từ 12 đến 30 nguyên tử cacbon. Tốt hơn là, các nguyên liệu hydrocacbon là một trong hai ankan hoặc alken. Số lượng tương đối nhỏ của các nhóm thê không alkyl thê có mặt với điều kiện tính chất hydrocacbon của sản phẩm không bị ảnh hưởng đáng kể. Các hỗn hợp của những nguyên liệu này có thể được sử dụng.

Ví dụ về các nguyên liệu hydrocacbon phù hợp để sử dụng trong các chế phẩm có hydrocacbon là những nguyên liệu hydrocacbon dạng lỏng có nguồn gốc tự nhiên. Những nguyên liệu hydrocacbon dạng lỏng khác bao gồm cả phần chất lỏng có nguồn gốc từ dầu thô, như dầu khoáng, parafin lỏng, hydrocacbon đã crackin và các hỗn hợp của nó. Một nguyên liệu được ưu tiên là sáp parafin (n-Octadecan).

Ví dụ về các nguyên liệu hydrocacbon rắn hoặc bán rắn là những nguyên liệu paraffin chiều dài chuỗi dài hơn, và các phiên bản hydro hóa của một số các nguyên liệu dạng lỏng nói trên.

Một sự kết hợp đặc biệt hữu ích của nhiều nguyên liệu hydrocacbon là một hỗn hợp của dầu khoáng (ví dụ, M85 của Daltons Company) và vazolin (ví dụ, Silkolene 910 của Daltons), trong đó tỷ lệ trọng lượng của dầu khoáng so với vazolin được lựa chọn sao cho TPTT của hỗn hợp là trong khoảng 24 đến 39°C. Trong các thí nghiệm của chúng tôi kết quả này được thử tháp bằng cách sử dụng một tỷ lệ dầu khoáng so với vazolin dưới 3:1, tốt hơn là 2:1 đến 1:3. Dầu khoáng là một hỗn hợp chất lỏng của hydrocacbon mạch thẳng và phân nhánh có một số nguyên tử cacbon trung bình trên mỗi mol phân tử là 26. Vazolin là hỗn hợp hydrocacbon mạch thẳng và phân nhánh nửa rắn có nguyên tử cacbon trung bình trên một mol là 26, và có nhiệt độ làm mềm khoảng 50°C.

Hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang bao gồm một viên nang và một hoạt chất thay đổi pha. Viên nang bao gồm một vỏ và lõi. Viên nang cho nguyên liệu thay đổi pha tốt hơn là có một lớp vỏ mà có thể thẩm được đổi với tác nhân hữu ích dễ bay hơi tự do trong chế phẩm. Hỗn hợp của các hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang có thể có mặt.

Hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang trong một lớp vỏ polyme để tạo thành các hạt bọc trong nang có kích thước hạt được ưu tiên từ 10 nm đến 1000 µm, tốt hơn là 50 nm đến 100 µm, tốt hơn là 0,2-30 µm. Việc sử dụng các nguyên liệu bọc trong nang có lợi thế mà các nguyên liệu có thể được dễ dàng phân tán mà không có sự can thiệp hoặc tương tác với hợp chất làm mềm vải. Một lợi thế thêm nữa là nguyên liệu bọc trong nang không gây ra một cảm giác "bẩn" khi đụng lại trên vải mà có thể có mặt với các nguyên liệu có tính chất bán lỏng.

Các polyme bọc nang được ưu tiên bao gồm những chất được hình thành từ sản phẩm ngưng tụ của melamin formaldehyt hoặc ure formaldehyt, cũng như các loại tương tự của chất dẻo amino. Ngoài ra, các viên nang được tạo ra thông qua sự tụ giọt đơn giản hay phức tạp của gelatin cũng được ưu tiên để sử dụng

với lớp phủ. Các viên nang có vách bao gồm polyuretan, polyamit, polyolefin, polysacarit, protein, silicon, chất béo, xenluloza được biến đổi, các loại gôm, polyacrylat, polyphosphat, polystyren, và các polyeste khác hoặc sự kết hợp của các nguyên liệu này cũng có chức năng.

Ví dụ về các hoạt chất thay đổi pha phù hợp là những nguyên liệu được bộc lộ trong WO 03/0144460 có nhiệt độ chuyển pha từ 24 đến 39°C, được gọi trong đó là "các nguyên liệu chuyển pha" hoặc "PTM's" tại trang 6, đoạn cuối cùng đến dòng gần cuối ở trang 8.

Một nguyên liệu được ưu tiên là Lurapret TX PMC 28 có sẵn trên thị trường từ BASF, đặc biệt là sáp paraffin (bao gồm n-octadecan), là một loại nguyên liệu được bọc trong nang trong polymethylmetacrylat có kích thước hạt từ 0,2 đến 20 $\mu$ m. Nguyên liệu này có nhiệt độ chuyển pha khoảng 28°C.

Các hoạt chất thay đổi pha thường được sử dụng từ 0,2 đến 1%, tốt hơn là 0,2 đến 0,5% trọng lượng của vải sau khi sấy khô. Các hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang tốt hơn là có mặt với lượng từ 0,01 đến 15% trọng lượng, tốt hơn nữa là 0,01 đến 10% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là 0,05 đến 5% trọng lượng, vẫn tốt hơn nữa là 0,05 đến 2% trọng lượng, vẫn tốt hơn nữa là 0,05 đến 1% trọng lượng và tốt nhất là từ 0,05 đến 0,5% trọng lượng tính theo trọng lượng của chế phẩm làm mềm vải.

Nguyên liệu thay đổi pha bọc trong nang chứa một vỏ có thể thẩm qua tác nhân hữu ích dễ bay hơi tự do trong chế phẩm. Các polyme bọc nang thích hợp bao gồm những chất được hình thành từ sản phẩm ngưng tụ của melamin formaldehyt hoặc ure formaldehyt, cũng như các loại tương tự của chất dẻo amino. Ngoài ra, viên nang được tạo thành thông qua sự tụ giọt đơn giản hay phức tạp của gelatin cũng được ưu tiên để sử dụng với lớp phủ. Viên nang có vách bao gồm polyuretan, polyamit, polyolefin, polysacarit, protein, silicon, chất béo, xenluloza được biến đổi, gôm, polyacrylate, polyphosphat, polystyren, và các polyeste khác hoặc sự kết hợp của các nguyên liệu này cũng rất thích hợp. Nguyên liệu được ưu tiên là polymethylmetacrylat.

### Hợp chất làm mềm vải

Chế phẩm của sáng chế chứa một hoạt chất làm mềm vải.

Tốt hơn là, hoạt chất làm mềm vải khác hoạt chất thay đổi pha. Các hợp chất làm mềm vải phù hợp được mô tả dưới đây.

Các tác nhân dưỡng vải (còn gọi ở đây là hoạt chất hoặc hợp chất làm mềm vải) có thể là cation, không ion hoặc các hỗn hợp của nó.

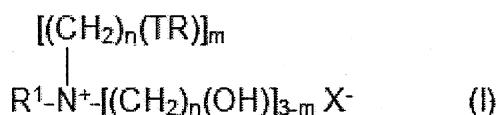
Các chế phẩm dưỡng vải phù hợp với sáng chế có thể được pha loãng hoặc cô đặc. Các sản phẩm pha loãng thường chứa lên đến khoảng 8%, nói chung khoảng 2 đến 8% trọng lượng hoạt chất làm mềm, trong khi các sản phẩm cô đặc có thể chứa lên đến khoảng 50% trọng lượng, tốt hơn là từ 8 đến khoảng 50%, tốt hơn nữa là 8 đến 25% trọng lượng hoạt chất. Nhìn chung, các sản phẩm của sáng chế có thể chứa 2 đến 50% trọng lượng, tốt hơn nữa là 3 đến 25% trọng lượng hoạt chất làm mềm.

Hoạt chất làm mềm được ưu tiên để sử dụng trong các chế phẩm dưỡng khi giữ của sáng chế là một hợp chất amoni bậc bốn (QAC). Chất dưỡng vải amoni bậc bốn được ưu tiên để sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế được gọi là "este bậc bốn".

Các nguyên liệu được ưu tiên đặc biệt là các hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin (TEA) liên kết este, bao gồm một hỗn hợp của các thành phần liên kết mono, di và tri-este.

Thông thường, các hợp chất làm mềm vải dựa trên TEA bao gồm một hỗn hợp của hợp chất dạng mono, di-và tri-este mà trong đó thành phần liên kết di-este chiếm không quá 70% trọng lượng của hợp chất làm mềm vải, tốt hơn là không quá 60 % trọng lượng của hợp chất làm mềm vải và ít nhất 10% của thành phần liên kết monoeste.

Một nhóm đầu tiên các hợp chất amoni bậc bốn (QAC) phù hợp để sử dụng trong sáng chế được thể hiện bởi công thức (I):



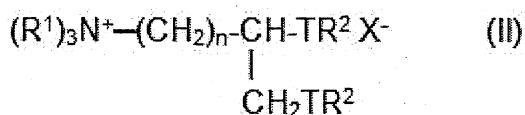
trong đó mỗi R độc lập được chọn từ các nhóm C<sub>5-35</sub> alkyl hoặc alkenyl; R<sup>1</sup> là C<sub>1-4</sub> alkyl, C<sub>2-4</sub> alkenyl hoặc C<sub>1-4</sub> hydroxyalkyl; T thường là O-CO (nghĩa là một nhóm este liên kết với R qua nguyên tử cacbon của nó), nhưng có thể là CO-O (tức là một nhóm este liên kết với R qua nguyên tử oxy của nó); n là một số chọn từ 1 đến 4; m là một số chọn từ 1 đến 3, và X<sup>-</sup> là một anion trái dấu, chẳng hạn như một halogen hoặc alkyl sulphat, ví dụ như clorua hoặc methylsulphat. Các biến thể di-este có công thức I (tức là m = 2) được ưu tiên và thường có chất tương tự mono-và tri-este kết hợp với chúng. Những nguyên liệu này là đặc biệt thích hợp để sử dụng trong sáng chế.

Các tác nhân đặc biệt được ưu tiên là chế phẩm giàu di-este của trietanolamoni methylsulphat, "TEA este bậc bốn".

Các ví dụ phổ biến bao gồm Stepanex™ UL85, của Stepan, Prapagen™ TQL, ví dụ Clariant, và Tetranyl™ AHT-1, của Kao, (cả di-[este mỡ được làm cứng] của trietanolamoni methylsulphat), AT-1 (di-[este mỠ động vật] của trietanolamoni methylsulphat), và L5/90 (di-[este từ cây cọ] của trietanolamoni methylsulphat), cả Kao và Rewoquat™ WE15 (di-este của trietanolamoni methylsulphat có axyl dư lượng béo dẫn xuất từ các axit béo không no C<sub>10</sub>-C<sub>20</sub> và C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>), của tập đoàn WITCO.

Ngoài ra, các hoạt chất amoni mềm bậc bốn như Stepanex VK90, Stepanex VT90, SP88 (của Stepan), Ceca Noramin, Prapagen TQ (của Clariant), Dehyquart AU-57 (của Cognis), Rewoquat WE18 (của Degussa) và Tetranyl L190 P, Tetranyl L190 SP và Tetranyl L190 S (tất cả của Kao) là phù hợp.

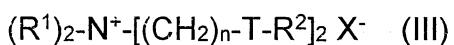
Một nhóm thứ hai của QAC phù hợp để sử dụng trong sáng chế được thể hiện bởi công thức (II):



trong đó mỗi nhóm R<sup>1</sup> độc lập được chọn từ các nhóm C<sub>1-4</sub> alkyl, hydroxyalkyl hoặc C<sub>2-4</sub> alkenyl, và trong đó mỗi nhóm R<sup>2</sup> độc lập được chọn từ các nhóm C<sub>8-28</sub> alkyl hoặc alkenyl; và trong đó n, T, và X<sup>-</sup> như định nghĩa ở trên.

Các nguyên liệu được ưu tiên của nhóm thứ hai này bao gồm 1,2-bis[tallowoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua, 1,2-bis[tallowoyloxy cứng]-3-trimethylamoni propan clorua, 1,2-bis[oleoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua, và 1,2-bis[stearoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua. Các nguyên liệu như vậy được mô tả trong US 4137180 (Lever Brothers). Tốt hơn là, các nguyên liệu này cũng chứa một lượng tương ứng mono-este.

Một nhóm thứ ba của QAC phù hợp để sử dụng trong sáng chế được thể hiện bởi công thức (III):



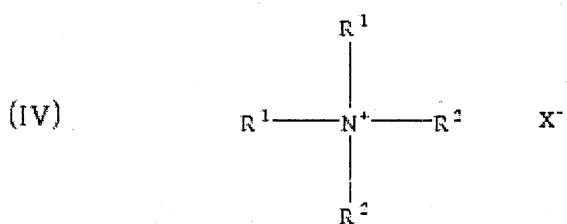
trong đó mỗi nhóm R<sup>1</sup> độc lập được chọn từ các nhóm C<sub>1-4</sub> alkyl, C<sub>2-4</sub> alkenyl, và trong đó mỗi nhóm R<sup>2</sup> độc lập được chọn từ các nhóm C<sub>8-28</sub> alkyl hoặc alkenyl và n, T, và X<sup>-</sup> như định nghĩa ở trên. Các nguyên liệu được ưu tiên của nhóm thứ ba này bao gồm bis(2-tallowoyloxyethyl)dimetyl amoni clorua, các phiên bản được làm cứng và cứng một phần của chúng.

Trị số i-ốt của các nguyên liệu dưỡng vải amoni bậc bốn tốt hơn là từ 0 đến 80, tốt hơn nữa là từ 0 đến 60, và tốt nhất là từ 0 đến 45. Trị số i-ốt có thể được lựa chọn cho phù hợp. Nguyên liệu no cơ bản có một trị số i-ốt từ 0 đến 5, tốt hơn là từ 0 đến 1 có thể được sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế. Các nguyên liệu này được gọi là các hợp chất amoni bậc bốn "được làm cứng".

Một loạt các trị số i-ốt được ưu tiên hơn nữa là từ 20 đến 60, tốt hơn là 25 đến 50, tốt hơn nữa là từ 30 đến 45. Một nguyên liệu thuộc loại này là một hợp chất trietanolamin amoni bậc bốn "mềm", tốt hơn là trietanolamin di-alkyleste methylsulphat. Hợp chất trietanolamin amoni bậc bốn liên kết este bao gồm các chuỗi béo không no.

Trị số i-ốt được sử dụng trong phạm vi của sáng chế này để đo mức độ không no của nguyên liệu bằng phương pháp quang phổ NMR như mô tả trong Anal. Chem., 34, 1136 (1962) Johnson và Shoolery.

Một loại nữa của hợp chất làm mềm là nguyên liệu amoni bậc bốn không este thể hiện bởi công thức (IV):



trong đó mỗi nhóm  $R^1$  độc lập được chọn từ các nhóm C<sub>1-4</sub> alkyl, hydroxyalkyl hoặc C<sub>2-4</sub> alkenyl; nhóm  $R^2$  độc lập được chọn từ các nhóm C<sub>8-28</sub> alkyl hoặc alkenyl, và  $X^-$  được như định nghĩa ở trên.

#### Các dẫn xuất đường dầu

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa một loại nguyên liệu làm mềm không cation, tốt hơn là một chất dẫn xuất đường dầu. Một chất dẫn xuất đường dầu là một dẫn xuất lỏng hoặc rắn mềm của vòng polyol (CPE) hoặc của sacarit (RSE) bị khử, dẫn xuất này được tạo ra từ 35 đến 100% các nhóm hydroxyl trong polyol nói trên hoặc trong sacarit nói trên được este hóa hoặc ete hóa. Dẫn xuất có hai hoặc nhiều các nhóm este hoặc ete độc lập gắn liền với một C<sub>8-C<sub>22</sub></sub> alkyl hoặc chuỗi alkenyl.

Thuận lợi là, CPE hay RSE không có bất kỳ đặc tính kết tinh đáng kể nào ở 20°C. Thay vào đó nó ở một trạng thái rắn lỏng hoặc lỏng như được xác định ở 20°C.

CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm (như định nghĩa dưới đây) thích hợp để sử dụng trong sáng chế có kết quả từ 35 đến 100% các nhóm hydroxyl của vòng polyol ban đầu hoặc sacarit đã khử được este hóa hoặc ete hóa với các nhóm như vậy mà các CPE hoặc RSE đang ở trong trạng thái lỏng hoặc rắn

mềm. Những nhóm này thường có chiều dài của chuỗi không no, phân nhánh hoặc trộn.

Thông thường các CPE hoặc RSE có 3 hoặc nhiều hơn các nhóm ete hoặc este hoặc các hỗn hợp của chúng, ví dụ từ 3 đến 8, đặc biệt là từ 3 đến 5. Nó được ưu tiên nếu hai hoặc nhiều hơn các nhóm este hoặc ete của CPE hoặc RSE là độc lập với nhau và gắn liền với một chuỗi C<sub>8</sub> đến C<sub>22</sub> alkyl hoặc alkenyl. Các nhóm C<sub>8</sub> đến C<sub>22</sub> alkyl hoặc alkenyl có thể là các chuỗi cacbon mạch nhánh hoặc mạch thẳng.

Tốt hơn là 35 đến 85% các nhóm hydroxyl, tốt nhất là từ 40 đến 80%, thậm chí tốt hơn nữa là từ 45 đến 75%, chẳng hạn như từ 45 đến 70% là este hóa hoặc ete hóa.

Tốt hơn là CPE hoặc RSE chứa ít nhất 35% tri este hoặc cao hơn, ví dụ ít nhất là 40%.

CPE hoặc RSE có ít nhất một trong các chuỗi độc lập gắn liền với các nhóm este, ete có ít nhất một liên kết không no. Điều này đề xuất cách dùng CPE hoặc RSE, chất lỏng hoặc chất rắn mềm có hiệu quả về chi phí khi sản xuất. Được ưu tiên nếu các chuỗi chất béo không no có thể được dẫn xuất từ, ví dụ, dầu ép, dầu hạt bông, dầu đậu nành, axit oleic, mỡ động vật, palmitoleic, linoleic eroxic hoặc các nguồn gốc khác của các axit béo thực vật không no, được gắn liền với các nhóm este/ete.

Những chuỗi này được đề cập dưới đây là các chuỗi este hoặc ete (của CPE hoặc RSE).

Tốt hơn là, các chuỗi este hoặc ete của CPE hoặc RSE chủ yếu là không no. Các CPE hoặc RSE được ưu tiên bao gồm tetratallowat sucroza, tetrarapeat sucroza, tetraoleat sucroza, tetraeste sucroza của dầu đậu tương hoặc dầu hạt bông, tetraoleat xelobioza, trioleat sucroza, triapeat sucroza, pentaoleat sucroza, pentarapeatesucroza, hexaoleat sucroza, hexarapeate sucroza, trieste sucroza, pentaeste và hexaeste của dầu đậu tương hoặc dầu hạt bông, tiroleat glucoza, tetraoleat glucoza, xyloza trioleat, hoặc sucroza tetra-, tri-, penta- hoặc hexa- este với bất kỳ hỗn hợp của các chuỗi axit béo không no. Các CPE hoặc RSE

được ưu tiên nhất là những chuỗi axit béo đơn không no, nghĩa là bất kỳ chuỗi đa không no được làm bão hòa bằng phản ứng hydro hóa một phần. Tuy nhiên, một số CPE hoặc RSE dựa trên các chuỗi axit béo đa không no, ví dụ như tetralinoleat sucroza, có thể được sử dụng với điều kiện là hầu hết chuỗi đa không no đã được làm bão hòa bằng phản ứng hydro hóa một phần.

CPE hoặc RSE dạng lỏng được ưu tiên nhất là bất kỳ chất nào ở trên nhưng trong đó chuỗi đa không no đã được làm bão hòa bằng phản ứng hydro hóa một phần.

Tốt hơn là 40% hoặc nhiều hơn các chuỗi axit béo có chứa một liên kết không no, tốt hơn nữa là 50% hoặc nhiều hơn, tốt nhất là 60% hoặc nhiều hơn. Trong hầu hết các trường hợp từ 65% đến 100%, ví dụ như 65% đến 95% có chứa một liên kết không no.

Các CPE được ưu tiên để sử dụng trong sáng chế. Inositol là một ví dụ được ưu tiên của vòng polyol. Các dẫn xuất inositol đặc biệt được ưu tiên.

Trong phạm vi của sáng chế này, thuật ngữ vòng polyol bao gồm tất cả các dạng của sacarit. Thật vậy các sacarit đặc biệt được ưu tiên để sử dụng trong sáng chế này. Ví dụ các sacarit được ưu tiên đối với CPE hoặc RSE được bắt nguồn từ monosacarit và disacarit.

Ví dụ về các monosacarit bao gồm xyloza, arabinoza, galactoza, fructoza, sorboza và glucoza. Glucoza đặc biệt được ưu tiên. Ví dụ về các disacarit bao gồm maltoza, lactoza, xelobioza và sucroza. Sucroza đặc biệt được ưu tiên. Một ví dụ về sacarit đã khử là sorbitan.

Các CPE lỏng hoặc rắn mềm có thể được điều chế bằng các phương pháp quen thuộc đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Những phương pháp này bao gồm phương pháp axyl hóa vòng polyol hoặc sacarit đã khử với axit clorua; trans-este hóa vòng polyol hoặc este axit béo sacarit đã khử bằng cách sử dụng nhiều chất xúc tác; axyl hóa vòng polyol hoặc sacarit đã khử với axit anhydrit và axyl hóa vòng polyol hoặc sacarit đã khử với một axit béo. Xem ví dụ US 4 386 213 và AU 14416/88 (cả hai P&G).

Tốt hơn là, CPE hoặc RSE có 3 hoặc nhiều hơn, tốt hơn là 4 hoặc nhiều hơn các nhóm este hoặc ete. Nếu CPE là một disacarit, tốt hơn là disacarit có 3 hoặc nhiều hơn các nhóm este hoặc ete. Đặc biệt là, các CPE được ưu tiên là các este với mức độ este hóa từ 3 đến 5, ví dụ, tri, tetra và penta este sucroza.

Khi vòng polyol là đường khử, sẽ là lợi thế nếu mỗi vòng của CPE có một nhóm ete hoặc este, tốt hơn là tại vị trí C<sub>1</sub>. Ví dụ thích hợp của các hợp chất như vậy bao gồm các chất dẫn xuất methyl glucoza.

Ví dụ về các chất CPE phù hợp bao gồm các este của alkyl(poly)glucosit, đặc biệt là alkyl glucosit este có một mức độ polyme hoá là 2.

Chiều dài của các chuỗi không no (và no nếu có mặt) trong CPE hay RSE là C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>, tốt hơn là C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>. Nó có thể bao gồm một hoặc nhiều chuỗi C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, tuy nhiên những chuỗi này ít được ưu tiên.

Các CPE hoặc RSE rắn lỏng hoặc lỏng phù hợp để sử dụng trong sáng chế được đặc trưng ở chỗ là nguyên liệu có tỷ lệ rắn:lỏng giữa 50:50 và 0:100 ở 20°C được xác định bởi thời gian thư giãn T2 NMR, tốt hơn là giữa 43:57 và 0:100, tốt nhất là giữa 40:60 và 0:100, chẳng hạn như, 20:80 và 0:100. Thời gian thư giãn T2 NMR thường được sử dụng cho việc mô tả tỷ lệ rắn:lỏng trong các sản phẩm mềm rắn như chất béo và bơ thực vật. Với mục đích của sáng chế, bất kỳ thành phần nào có tín hiệu T2 dưới 100μs được coi là một chế phẩm rắn và bất cứ thành phần nào với T2 ≥ 100μs được coi là một thành phần dạng lỏng.

Đối với các CPE và RSE, các tiền tố (ví dụ như tetra và penta) chỉ cho biết mức độ trung bình của este hóa. Các hợp chất tồn tại như hỗn hợp các nguyên liệu khác nhau, từ mono-este đến este hóa hoàn toàn. Đó là mức độ trung bình của este hóa được sử dụng ở đây để xác định CPE và RSE.

HLB của CPE hay RSE thường là nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Hiện nay, tốt hơn là CPE hoặc RSE có mặt trong chế phẩm với lượng từ 0,5 đến 50% trong lượng, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm, tốt hơn nữa là từ 1 đến 30%, chẳng hạn như từ 2 đến 25%, ví dụ như từ 2 đến 20%.

Các CPE và RSE để sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế bao gồm tetraoleat sucroza, pentaerucat sucroza, tetraerucat sucroza và pentaoleat sucroza.

#### Các thành phần tùy chọn

##### Các đồng chất làm mềm và các tác nhân tạo phức béo

Các đồng chất làm mềm có thể được sử dụng. Khi được sử dụng, các chất đồng làm mềm thường có mặt từ 0,1 đến 20% và đặc biệt là ở mức 0,5 đến 10%, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm. Đồng chất làm mềm được ưu tiên bao gồm các este béo, và N-oxit béo. Este béo có thể được dùng bao gồm mono-este béo, chẳng hạn như glyxerin monostearat, este đường béo, chẳng hạn như những chất được bộc lộ trong WO 01/46361 (Unilever).

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa một tác nhân tạo phức béo.

Các tác nhân tạo phức béo đặc biệt thích hợp bao gồm các rượu béo và các axit béo. Trong số những tác nhân này, rượu béo là được ưu tiên nhất.

Nguyên liệu tạo phức béo có thể được sử dụng để cải thiện biên dạng độ nhớt của chế phẩm.

Axit béo được ưu tiên bao gồm axit béo mỡ động vật cứng (có sẵn dưới tên nhãn hiệu Pristerene<sup>TM</sup>, của Uniqema). Rượu béo được ưu tiên bao gồm rượu mỡ động vật được làm cứng (có sẵn dưới tên nhãn hiệu Stenol<sup>TM</sup> và Hydrenol<sup>TM</sup>, của Cognis và Laurex<sup>TM</sup> CS, của Albright và Wilson).

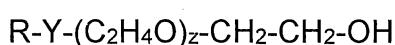
Tốt hơn là, tác nhân tạo phức béo có mặt với lượng lớn hơn 0,3 đến 5% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm. Tốt hơn nữa là, thành phần chất béo có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,4 đến 4%. Tỷ lệ trọng lượng của thành phần mono-este của nguyên liệu làm mềm vải amoni bậc bốn so với tác nhân tạo phức béo, tốt hơn là từ 5:1 đến 1:5, tốt hơn nữa là từ 4:1 đến 1:4, tốt nhất là từ 3:1 đến 1:3, ví dụ như từ 2:1 đến 1:2.

#### Chất hoạt động bề mặt không ion

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa thêm một chất hoạt động bề mặt không ion. Thông thường những chất hoạt động bề mặt này có thể được thêm vào với mục đích ổn định các chế phẩm. Những chất này đặc biệt thích hợp cho các chế phẩm bao gồm các hợp chất amoni bậc bốn được làm cứng.

Các chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp bao gồm các sản phẩm bổ sung của oxit etylen và/hoặc oxit propylen với rượu béo, axit béo và các amin béo. Bất cứ nguyên liệu được alkoxylat hóa của loại đặc biệt được mô tả sau đây có thể được sử dụng như các chất hoạt động bề mặt không ion.

Các chất hoạt động bề mặt thích hợp là chất hoạt động bề mặt hầu như tan trong nước có công thức chung:



trong đó R được chọn từ nhóm bao gồm alkyl chuỗi phân nhánh bậc hai, bậc một và/hoặc các nhóm hydrocarbyl axyl (khi Y = -C(O)O, R ≠ nhóm hydrocacbyl axyl); các nhóm hydrocarbyl alkenyl chuỗi phân nhánh và bậc một, bậc hai; các nhóm hydrocarbyl phenolic được thay thế alkenyl chuỗi phân nhánh bậc một, bậc hai; các nhóm hydrocarbyl có chiều dài chuỗi từ 8 đến 25, tốt hơn là từ 10 đến 20, ví dụ như 14 đến 18 nguyên tử cacbon.

Trong công thức chung cho chất hoạt động bề mặt không ion được etoxilat hóa, Y thường là:



trong đó R có ý nghĩa như nêu trên hoặc có thể là hydro, và Z là ít nhất khoảng 8, tốt hơn là khoảng 10 hoặc 11.

Tốt hơn là chất hoạt động bề mặt không ion có HLB từ 7 đến 20, tốt hơn nữa là từ 10 đến 18, ví dụ như 12 tới 16. Genapol™ C200 (Clariant) dựa trên chuỗi cacao và các nhóm 20 EO là một ví dụ của chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp.

Nếu có mặt, chất hoạt động bề mặt không ion có mặt với lượng từ 0,01 đến 10%, tốt hơn 0,1 đến 5% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

### Thuốc nhuộm bóng

Thuốc nhuộm bóng tùy chọn có thể được sử dụng. Các thuốc nhuộm bóng được ưu tiên là màu tím hoặc xanh. Các loại thuốc nhuộm phù hợp và ưu tiên sẽ được thảo luận dưới đây. Hơn nữa các hợp chất amoni bậc bốn không no dưới sự ảnh hưởng của mức độ ánh sáng tia cực tím và/hoặc quá trình tự động oxi hóa gốc được xúc tác bởi ion kim loại chuyển tiếp, có nguy cơ gây vàng ó vải. Sự có mặt của một thuốc nhuộm bóng cũng làm giảm nguy cơ vàng ó từ nguồn này.

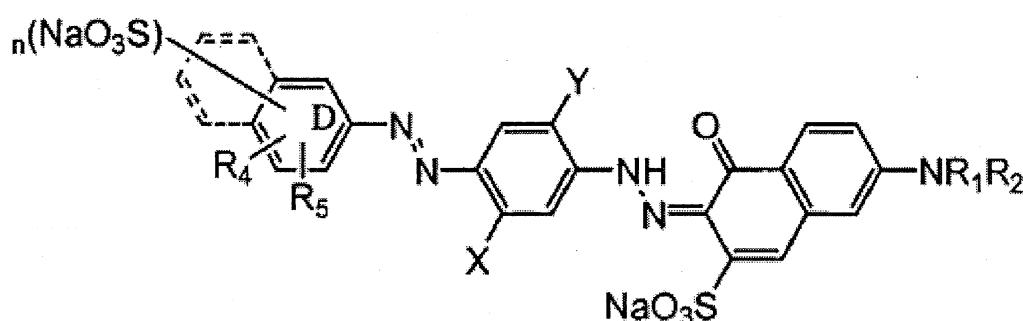
Thuốc nhuộm bóng khác nhau cho cấp độ màu khác nhau. Do đó, mức độ thuốc nhuộm bóng có mặt trong chế phẩm của sáng chế phụ thuộc vào loại thuốc nhuộm bóng. Phạm vi tổng thể được ưu tiên, phù hợp với sáng chế là 0,00001 đến 0,1% trọng lượng, tốt hơn nữa là 0,0001 đến 0,01% trọng lượng, tốt nhất là 0,0005 đến 0,005% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

### Thuốc nhuộm trực tiếp

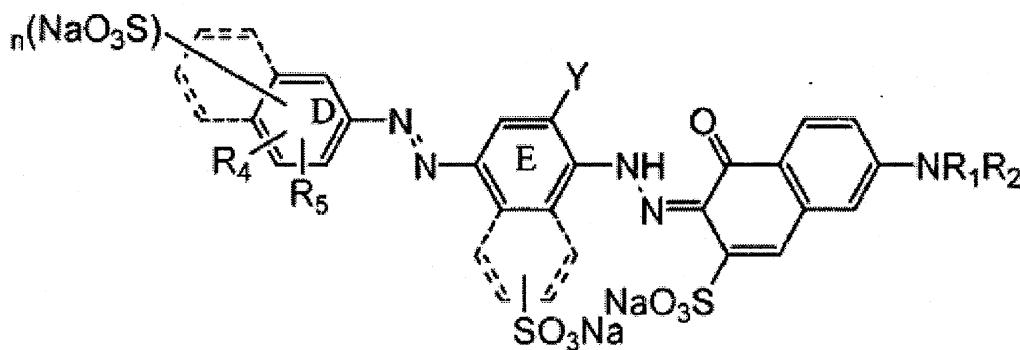
Thuốc nhuộm trực tiếp (hay còn gọi là thuốc nhuộm riêng biệt) là những loại thuốc nhuộm hòa tan trong nước có ái lực với vải sợi và được hấp thụ trực tiếp. Các thuốc nhuộm tím trực tiếp và màu xanh da trời được ưu tiên.

Tốt hơn là thuốc nhuộm là bis-azo hoặc tris-azo được sử dụng.

Tốt nhất là, thuốc nhuộm trực tiếp là màu tím trực tiếp có các cấu trúc sau đây:



hoặc



trong đó:

vòng D và E có thể độc lập là naphthyl hoặc phenyl như thể hiện;

R<sub>1</sub> được chọn từ: hydro và C1-C4-alkyl, tốt hơn là hydro;

R<sub>2</sub> được chọn từ: hydro, C1-C4-alkyl, phenyl được thể hoặc không được thể và naphthyl được thể hoặc không được thể, tốt hơn là phenyl;

R<sub>3</sub> và R<sub>4</sub> được chọn độc lập từ: hydro và C1-C4-alkyl, tốt hơn là hydro hoặc methyl;

X và Y được chọn độc lập từ: hydro, C1-C4-alkyl và C1-C4-alkoxy; tốt hơn là thuốc nhuộm có X = methyl; và, Y = metoxy và n là 0, 1 hoặc 2, tốt hơn là 1 hoặc 2.

Thuốc nhuộm được ưu tiên là tím trực tiếp 7, tím trực tiếp 9, tím trực tiếp 11, tím trực tiếp 26, tím trực tiếp 31, tím trực tiếp 35, tím trực tiếp 40, tím trực tiếp 4, tím trực tiếp 51, và tím trực tiếp 99. Đồng bis-azo có chứa các thuốc nhuộm như thuốc nhuộm màu tím trực tiếp 66 có thể được sử dụng.

Các thuốc nhuộm gốc benziden ít được ưu tiên.

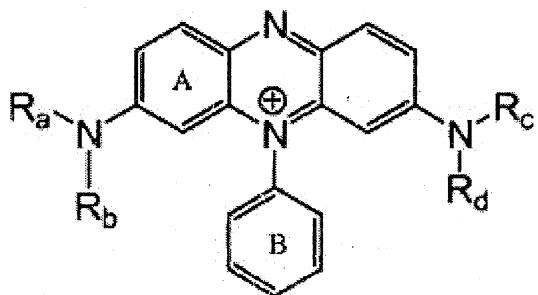
Tốt hơn là, thuốc nhuộm trực tiếp chiếm từ 0,00001% đến 0,0010% trọng lượng ché phẩm.

Trong phương án thực hiện khác, thuốc nhuộm trực tiếp có thể được liên kết cộng hóa trị với thuốc tẩy trắng quang, ví dụ như mô tả trong WO2006/024612.

Thuốc nhuộm axit

Các thuốc nhuộm axit trực tiếp cho bông đem lại những hữu ích cho bông bao gồm hàng may mặc. Các thuốc nhuộm được ưu tiên và các hỗn hợp của thuốc nhuộm được ưu tiên là màu xanh da trời hoặc tím. Các thuốc nhuộm axit được ưu tiên là:

(i) các thuốc nhuộm azin, trong đó thuốc nhuộm có cấu trúc lõi sau đây:



trong đó  $R_a$ ,  $R_b$ ,  $R_c$  và  $R_d$  được chọn từ: H, chuỗi C1-C7-alkyl mạch nhánh hoặc mạch thẳng, benzyl phenyl, và naphthyl;

thuốc nhuộm màu được thể bằng ít nhất một nhóm  $SO_3^-$  hoặc  $COO^-$ ;

vòng B không mang nhóm điện tích âm hoặc muối của chúng;

và vòng A có thể được thể nữa để tạo thành một naphthyl;

thuốc nhuộm màu được thể tùy ý bằng các nhóm được chọn từ: amin, methyl, etyl, hydroxyl, metoxy, etoxy, phenoxy, Cl, Br, I, F, và  $NO_2$ .

Các thuốc nhuộm azin được ưu tiên là: axit xanh da trời 98, axit tím 50, và axit xanh da trời 59, tốt hơn nữa là axit tím 50 và axit xanh da trời 98.

Các thuốc nhuộm axit không azin được ưu tiên khác là axit tím 17, axit đen 1 và axit xanh da trời 29.

Tốt hơn là thuốc nhuộm axit có mặt từ 0,0005% đến 0,01% trọng lượng của chế phẩm.

Các thuốc nhuộm kỹ nước

Chế phẩm của sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều thuốc nhuộm kỹ nước được chọn từ benzodifuran, methin, triphenylmetan, napthalimit, pyrazol, napthoquinon, anthraquinon và các nhóm mang màu của thuốc nhuộm mono-azo hoặc di-azo. Các thuốc nhuộm kỹ nước là thuốc nhuộm không chứa bất kỳ nhóm hòa tan trong nước mang điện tích. Các thuốc nhuộm kỹ nước có thể được

chọn từ các nhóm của thuốc nhuộm dung môi và phân tán. Thuốc nhuộm mono-azo và anthraquinon màu xanh da trời và màu tím được ưu tiên.

Các thuốc nhuộm được ưu tiên bao gồm tím dung môi 13, tím phân tán 27, tím phân tán 26, tím phân tán 28, tím phân tán 63 và tím phân tán 77.

Tốt hơn là thuốc nhuộm kỹ nước có mặt từ 0,0001% đến 0,005% trọng lượng của chế phẩm.

#### Các chất nhuộm bazơ

Các thuốc nhuộm bazơ là các thuốc nhuộm hữu cơ mang điện tích dương. Chúng lắng đọng vào bông. Chúng hữu ích đặc biệt cho việc sử dụng trong chế phẩm có chứa chủ yếu là các chất hoạt động bề mặt cation. Các thuốc nhuộm có thể được chọn từ các thuốc nhuộm tím bazơ và xanh da trời bazơ được liệt kê trong chỉ số màu quốc tế (Colour Index International).

Các ví dụ được ưu tiên bao gồm các thuốc nhuộm bazơ triarylmetan, thuốc nhuộm bazơ metan, thuốc nhuộm bazơ anthraquinon, màu xanh bazơ 16, màu xanh bazơ 65, màu xanh bazơ 66, màu xanh bazơ 67, màu xanh bazơ 71, màu xanh bazơ 159, màu tím bazơ 19, màu tím bazơ 35, màu tím bazơ 38, màu tím bazơ 48, màu xanh bazơ 3, màu xanh bazơ 75, màu xanh bazơ 95, màu xanh bazơ 122, màu xanh bazơ 124, màu xanh bazơ 141.

#### Các thuốc nhuộm hoạt tính

Thuốc nhuộm hoạt tính là thuốc nhuộm có chứa một nhóm hữu cơ có khả năng phản ứng với xenluloza và liên kết thuốc nhuộm với xenluloza bằng một liên kết cộng hóa trị. Chúng lắng đọng vào bông.

Tốt hơn là nhóm phản ứng được thủy phân hoặc nhóm phản ứng của thuốc nhuộm đã phản ứng với một loại chất hữu cơ như polyme, để liên kết thuốc nhuộm với loại chất hữu cơ này. Các thuốc nhuộm có thể được chọn từ thuốc nhuộm màu tím hoạt tính và màu xanh hoạt tính được liệt kê trong chỉ số màu quốc tế (Colour Index International).

Các ví dụ được ưu tiên bao gồm màu xanh da trời hoạt tính 19, màu xanh da trời hoạt tính 163, màu xanh da trời hoạt tính 182 và màu xanh da trời hoạt tính 96.

### Thuốc nhuộm liên hợp

Các thuốc nhuộm liên hợp được hình thành bằng cách kết hợp các thuốc nhuộm bazơ hoặc axit, trực tiếp với các polyme hoặc các hạt thông qua tác dụng vật lý.

Phụ thuộc vào sự lựa chọn của polyme hoặc hạt chúng lắng đọng lên bông hoặc các sợi tổng hợp. Bản mô tả được đưa ra trong WO2006/055787. Chúng không được ưu tiên.

Các thuốc nhuộm đặc biệt được ưu tiên là: màu tím trực tiếp 7, màu tím trực tiếp 9, màu tím trực tiếp 11, màu tím trực tiếp 26, màu tím trực tiếp 31, màu tím trực tiếp 35, màu tím trực tiếp 40, màu tím trực tiếp 41, màu tím trực tiếp 51, màu tím trực tiếp 99, axit màu xanh 98, axit màu tím 50, axit màu xanh 59, axit màu tím 17, axit màu đen 1, axit màu xanh 29, tím dung môi 13, tím phân tán 27, tím phân tán 26, tím phân tán 28, tím phân tán 63, tím phân tán 77 và các hỗn hợp của chúng.

### Các thành phần tùy chọn thêm

Chế phẩm của sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều thành phần khác. Thành phần này bao gồm các chất bảo quản (ví dụ như thuốc diệt khuẩn), tác nhân đệm pH, các chất mang chất thơm, chất tăng tan, các tác nhân kháng sự tái lắng đọng, tác nhân giải thoát ra vết bẩn, các chất đa điện phân, các tác nhân chống nhau, các tác nhân chống nhăn, chất chống oxy hóa, chất chống nắng, tác nhân chống ăn mòn, tác nhân tạo nếp, tác nhân chống tĩnh điện, chất phụ trợ là, silicon, chất chống tạo bọt, chất tạo màu, các chất tạo sắc tố ngọc trai và/hoặc chất làm mờ, dầu tự nhiên/chiết xuất, các chất trợ xử lý, ví dụ các chất điện phân, các tác nhân vệ sinh, ví dụ như tác nhân chống khuẩn và kháng nấm, chất làm đặc và các tác nhân có lợi cho da.

Các chế phẩm làm mềm vải cũng có thể bao gồm các chất điều chỉnh độ nhót. Các chất điều chỉnh độ nhót phù hợp được bộc lộ, ví dụ, trong WO 02/081611, US 2004/0214736, US 6827795, EP 0501714, US 2003/0104964, EP 0385749 và EP 331237.

### Dạng của sản phẩm

Tốt hơn là, các chế phẩm của sáng ché là các chế phẩm làm mềm được thêm vào khi giũ.

Các chế phẩm có độ pH trong khoảng từ 2,5 đến 6, tốt hơn từ khoảng 2,5 đến 4,5, tốt nhất khoảng 2,5 đến 2,8. Các chế phẩm của sáng ché cũng có thể chứa các chất biến đổi pH như axit clohydric hoặc axit lactic. Tốt hơn là, chế phẩm của sáng ché ở dạng lỏng. Chế phẩm có thể là chất cô đặc được pha loãng trong dung môi, bao gồm nước, trước khi sử dụng. Chế phẩm cũng có thể là chế phẩm sẵn sàng để sử dụng (sử dụng ngay). Tốt hơn là chế phẩm được cung cấp như một chất lỏng sẵn sàng để sử dụng chứa pha nước. Pha nước có thể chứa các loại tan trong nước, chẳng hạn như muối khoáng hoặc các loại rượu chuỗi ngắn ( $C_{1-4}$ ).

Tốt hơn là chế phẩm để sử dụng trong chu kỳ giũ của máy giặt tại nhà, loại mà nó có thể được thêm trực tiếp dưới dạng không pha loãng, ví dụ như thông qua ngăn đựng, hoặc đối với máy giặt cửa trên thì cho trực tiếp vào buồng giặt. Ngoài ra, nó có thể được pha loãng trước khi sử dụng. Các chế phẩm cũng có thể được sử dụng theo cơ chế giặt bằng tay. Chế phẩm theo sáng ché có thể được sử dụng trong máy giặt công nghiệp, ví dụ như một tác nhân hoàn thiện để làm mềm quần áo mới trước khi bán cho người tiêu dùng.

### Điều chế

Các chế phẩm của sáng ché có thể được điều chế bởi bất kỳ phương pháp phù hợp để điều chế hệ thống phân tán, nhũ hoá. Một phương pháp đề cập đến phương pháp hình thành một tiền hỗn hợp nóng chảy của nguyên liệu hoạt tính trong nước ở nhiệt độ cao, thêm nước bổ sung để có được nồng độ hoạt tính như mong muốn, và sau đó làm mát tới nhiệt độ môi trường xung quanh. Nếu muốn, một số thành phần phụ như chất điện phân, chất tạo màu, vv có thể được bổ sung sau. Một phương pháp thứ hai đề cập đến phương pháp hình thành sản phẩm bằng pha đảo ngược của nhũ tương nước trong hydrocacbon, trong đó nguyên liệu cation hoặc là một phần của pha hydrocacbon hoặc thêm vào như

một chất tiền phân tán riêng biệt. Phương pháp này là thuận lợi, bởi vì điều này cung cấp hạt hydrocacbon rất mịn trong sản phẩm cuối cùng. Trong một phương pháp thay thế, hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang có thể được định lượng sau dưới dạng huyền phù có nước.

Các viên nang có thể được kết hợp với chế phẩm ở bất cứ lúc nào trong quy trình điều chế chế phẩm xử lý giặt là. Các viên nang có thể được bổ sung vào chế phẩm chứa chất thơm tự do hoặc ngược lại. Ví dụ, các viên nang có thể được định lượng sau chế phẩm đã hình thành chứa tác nhân hữu ích dễ bay hơi tự do hoặc có thể được kết hợp với các thành phần khác như nước, trong khi điều chế chế phẩm chứa tác nhân hữu ích tự do.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Các phương án thực hiện của sáng chế sẽ được minh họa bằng các ví dụ không giới hạn sau đây. Các thay đổi khác sẽ được làm rõ bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

Ví dụ của sáng chế được đánh số. Ví dụ so sánh được xếp thứ tự bởi chữ cái.

Trừ khi có quy định khác, lượng thành phần được thể hiện là tỷ lệ phần trăm tính trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Ví dụ 1: Điều chế và chế phẩm dưỡng vải 1, phù hợp với sáng chế, và Ví dụ so sánh A

Chế phẩm dưỡng vải 1 và Ví dụ so sánh A được là chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng đặc, chứa khoảng 12% hoạt chất làm mềm.

A là chế phẩm dưỡng vải có sẵn trên thị trường, với tên thương hiệu Comfort có chứa chất thơm bọc trong nang và chất thơm tự do.

Nguyên liệu thay đổi pha bọc trong nang, Lurapret TX PMC 28, có sẵn từ BASF được bổ sung sau vào chế phẩm dưỡng vải A với lượng 0,1% trọng lượng, tạo thành chế phẩm dưỡng vải 1.

Ví dụ 2: Xử lý vải bằng cách sử dụng chế phẩm dưỡng vải 1 và Ví dụ so sánh A

100% vải làm bằng bông được xử lý với chế phẩm dưỡng vải 1 và Ví dụ so sánh A sử dụng một phương pháp sử dụng máy giặt trong gia đình, như sau:

1. 40 g vải được xử lý trong 1000 ml nước có chứa 0,75 g chế phẩm dưỡng vải (chế phẩm dưỡng vải 1 hoặc Ví dụ so sánh A).
2. Sau đó, vải và chế phẩm dưỡng vải được xử lý trong Tergotometer ở 20°C trong 10 phút.
3. Sau đó, vải được giặt sạch và quay khô trong Creda Debonair Autopump trong 30 giây và để khô ngoài không khí ở nhiệt độ môi trường xung quanh.

Vải không được xử lý được dùng làm đối chứng.

Ví dụ 3: Cường độ chất thơm phát sinh ra từ vải được xử lý với chế phẩm dưỡng vải 1 và Ví dụ so sánh A

Những tấm vải khô sau đó được đánh giá bằng thử nghiệm về chất thơm chuẩn (đơn phân tuần tự không rõ, ngẫu nhiên, sử dụng 8 chuyên gia đánh giá). Đánh giá đã được thực hiện cả trước và sau khi chà xát.

Bảng 2: Cường độ chất thơm của vải chỉ được giặt (đối chứng), và vải được xử lý bằng Ví dụ so sánh A và chế phẩm dưỡng vải 1.

	Cường độ chất thơm khi rách <sup>1</sup>
Vải không xử lý (đối chứng)	0,21875
A	0,6875
1	2,15625
Ở mức 95% giới hạn độ tin cậy	0,3098477

<sup>1</sup> Cường độ chất thơm khi rách = sự khác biệt về cường độ chất thơm giữa vải khi không chà xát và chà xát.

Trị số càng cao, thì cường độ chất thơm càng cao.

Sẽ thấy được rằng vải được xử lý theo sáng chế đem lại sự cải thiện về mùi thơm rõ rệt.

Sự vượt trội sau khi chà xát đối với chế phẩm dưỡng vải 1 là lớn hơn đáng kể so với ví dụ so sánh A. Đây là một hiệu ứng đáng ngạc nhiên cho mức độ thấp của nguyên liệu thay đổi pha bọc trong nang được sử dụng trong chế phẩm.

**YÊU CẦU BẢO HỘ**

1. Chế phẩm dường vải chứa:

- (i) tác nhân hữu ích dễ bay hơi bọc trong nang;
- (ii) hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang, hoạt chất thay đổi pha này có nhiệt độ thay đổi pha từ 24 đến 39°C;
- (iii) ít nhất một tác nhân làm mềm vải được chọn từ tác nhân làm mềm cation, tác nhân làm mềm không ion và các hỗn hợp của chúng; và
- (iv) tác nhân hữu ích dễ bay hơi không bọc trong nang.

2. Chế phẩm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó tác nhân làm mềm cation là một hợp chất amoni bậc bốn.

3. Chế phẩm theo điểm 2, trong đó hợp chất amoni bậc bốn là hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin liên kết este (TEA) gồm hỗn hợp của các thành phần liên kết mono-, di- và tri-este.

4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó tác nhân làm mềm không ion là một polyeste đường.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó tác nhân hữu ích dễ bay hơi được chọn từ chất thơm, thuốc chống côn trùng, dầu hương liệu, các chất tác động lên giác quan như tinh dầu bạc hà và tinh dầu.

6. Chế phẩm theo điểm 5, trong đó tác nhân hữu ích dễ bay hơi là chất thơm.

7. Chế phẩm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó tác nhân hữu ích dễ bay hơi có mặt với lượng từ 0,01 đến 10% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

8. Chế phẩm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang có mặt với lượng từ 0,01 đến 15% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

9. Chế phẩm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó hoạt chất thay đổi pha bao gồm các nguyên liệu hydrocacbon chứa một chuỗi alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có trung bình 12 đến 50 nguyên tử cacbon trên mỗi phân tử.

10. Chế phẩm theo điểm 9, trong đó hoạt chất thay đổi pha được chọn từ dầu khoáng, parafin lỏng, hydrocacbon đã crackinh và các hỗn hợp của nó.
11. Chế phẩm theo điểm 10, trong đó hoạt chất thay đổi pha là n-octadecan.
12. Chế phẩm theo điểm 9, trong đó hoạt chất thay đổi pha bao gồm hỗn hợp của dầu khoáng và vazolin.
13. Chế phẩm theo bất kỳ nêu trên, trong đó hoạt chất thay đổi pha bọc trong nang có kích thước hạt từ 10 nm đến 1000  $\mu\text{m}$ .
14. Chế phẩm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chế phẩm này là chế phẩm dưỡng vải được bổ sung vào bước giũ.
15. Quy trình xử lý vải bao gồm bước xử lý tấm vải với chế phẩm như xác định theo điểm bất kỳ nêu trên.