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

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

(11) **1-0020717**

(51)[7] **C11D 1/02**, 17/00, 1/66, 3/04, 3/10

(13) **B**

(21) 1-2015-01003
(22) 20.09.2013
(86) PCT/EP2013/069643 20.09.2013
(87) WO2014/048857A1 03.04.2014
(30) 12185831.0 25.09.2012 EP
(45) 25.04.2019 373
(43) 27.07.2015 328
(73) UNILEVER N.V. (NL)
Weena 455, 3013 AL Rotterdam, The Netherlands
(72) OSLER, Jonathan (GB), THORLEY, David, Christopher (GB)
(74) Công ty TNHH Trần Hữu Nam và Đồng sự (TRAN H.N & ASS.)

(54) HẠT TẨY GIẶT

(57) Sáng chế đề cập đến hạt tẩy giặt được bao có các kích thước vuông góc x, y, z, trong đó x là từ 0,5 đến 2 mm, y là từ 2 đến 8mm, và z là từ 2 đến 8 mm, trong đó hạt này chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt được lựa chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion và không ion, với lượng từ 20 đến 39% trọng lượng;

(ii) lớp bao muối vô cơ được lựa chọn từ: natri cacbonat và/hoặc natri sulfat, với lượng từ 10 đến 40% trọng lượng, trong đó muối vô cơ là natri cacbonat chiếm ít nhất 5% trọng lượng; và,

(iii) canxit với lượng từ 10 đến 40% trọng lượng, có đường kính trung bình của kích thước hạt trung bình (D50) trong khoảng từ 10 đến 70 micron, và trong đó các muối vô cơ có mặt trên các hạt tẩy giặt như một lớp bao và chất hoạt động bề mặt là lõi với canxit được phân tán qua lõi.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các hạt tẩy giặt kích thước lớn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Công bố sáng chế quốc tế số WO 2012/049178 bộc lộ sự kết hợp natri silicat vào lớp bao cacbonat của hạt tẩy giặt cỡ lớn. Natri silicat được bộc lộ như là chất làm giảm sự xâm nhập của nước vào lõi chất hoạt động bề mặt của hạt tẩy giặt kích thước lớn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã tìm ra rằng bằng cách kết hợp bột canxit vào lõi chất hoạt động bề mặt hạt tẩy giặt kích thước lớn được bao cacbonat giúp kéo dài sự nguyên vẹn của hạt khi hạt được đặt trong điều kiện khí quyển. Các hạt duy trì khả năng rót chảy ra khỏi bao bì tốt hơn so với các hạt tương tự nhưng không có bột canxit trong lõi.

Theo đó, mục đích của sáng chế là đề xuất hạt tẩy giặt được bao có các kích thước vuông góc x, y và z, trong đó x là từ 0,5 đến 2 mm, y là từ 2 đến 8 mm, và z là từ 2 đến 8 mm, trong đó hạt này chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt được lựa chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion và không ion, với lượng từ 20 đến 39% trọng lượng;

(ii) lớp bao phủ muối vô cơ được lựa chọn từ: natri cacbonat và/hoặc natri sulfat, với lượng từ 10 đến 40% trọng lượng, trong đó muối vô cơ là natri cacbonat chiếm ít nhất 5% trọng lượng; và

(iii) canxit với lượng từ 10 đến 40% trọng lượng, có đường kính trung bình của kích thước hạt trung bình (D50) nằm trong khoảng từ 10 đến 70 micron, và trong đó các muối vô cơ có mặt trên hạt tẩy giặt như một lớp bao và các chất hoạt động bề mặt là lõi với canxit được phân tán trong lõi.

Trừ khi có quy định khác đi % trọng lượng là tổng tỷ lệ phần trăm trong hạt theo trọng lượng khô.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hình dạng

Tốt hơn là hạt tẩy giặt được bao có dạng cong.

Hạt tẩy giặt được bao có thể có dạng hình hạt đậu (hình dạng giống như một hạt đậu lăng khô), dạng hình elipxoit dẹt, trong đó z và y là đường vĩ tuyến và x là đường kinh tuyến, tốt hơn là y = z.

Các hạt tẩy giặt được bao có thể được định hình dạng đĩa.

Tốt hơn là hạt tẩy giặt được bao không có lỗ, tức là, hạt tẩy giặt được bao không có đường dẫn xuyên qua qua hạt mặc dù nó xuyên qua lõi, tức là, các hạt tẩy giặt được bao có giống tô pô bằng không.

Lõi

Lõi gồm canxit và chất hoạt động bề mặt.

Chất hoạt động bề mặt

Nhìn chung, chất hoạt động bề mặt không ion và anion của hệ thống chất hoạt động bề mặt có thể được lựa chọn từ các chất hoạt động bề mặt được mô tả trong "Surface Active Agents" Vol. 1, bởi Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 bởi Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, trong ấn bản hiện tại của "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" do Manufacturing Confectioners Company xuất bản hoặc trong "Tenside - Taschenbuch", H. Stache, tái bản lần 2, Carl Hauser Verlag, 1981. Tốt hơn là, các chất hoạt động bề mặt được sử dụng là bão hòa.

Chất hoạt động bề mặt anion

Hợp chất chất tẩy rửa anion phù hợp có thể được sử dụng thường là muối kim loại kiềm thường tan trong nước của các sulfat và sulfonat hữu cơ có gốc alkyl chứa từ khoảng 8 đến 22 nguyên tử cacbon, thuật ngữ alkyl được sử dụng để bao gồm cả các phần alkyl của các gốc axyl cao. Ví dụ hợp chất tẩy rửa anion tổng hợp phù hợp là natri và kali alkyl sulfat, đặc biệt khi chúng là sản

phẩm thu được bằng cách sulfat hóa rượu cao từ C_8 đến C_{18}, được sản xuất từ mỡ động vật hoặc dầu dừa, natri và kali alkyl C_9 đến C_{20} benzen sulfonat, đặc biệt là natri alkyl C_{10} đến C_{15} mạch thẳng bậc hai benzen sulfonat, và natri alkyl glyxeryl ete sulfat, đặc biệt là những ete của rượu cao có nguồn gốc từ mỡ động vật hoặc dầu dừa và rượu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ. Các chất hoạt động bề mặt anion được ưu tiên hơn nữa là natri lauryl ete sulfat (SLES), đặc biệt ưu tiên với từ 1 đến 3 nhóm etoxy, natri C_{10} đến C_{15} alkyl benzen sulfonat và natri C_{12} đến C_{18} alkyl sulfat. Cũng có thể áp dụng là chất hoạt động bề mặt như được mô tả trong EP-A-328 177 (Unilever), trong đó cho thấy khả năng chống muối, các chất hoạt động bề mặt alkyl polyglycosit mô tả trong công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP-A-070 074, và alkyl monoglycosit. Mạch của chất hoạt động bề mặt có thể là mạch nhánh hoặc mạch thẳng.

Xà phòng cũng có thể có mặt. Xà phòng axit béo được sử dụng tốt hơn là chứa từ 16 đến khoảng 22 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có cấu hình mạch thẳng. Sự đóng góp anion từ xà phòng tốt hơn là từ 0 đến 30% trọng lượng của tổng anion.

Chất hoạt động bề mặt không ion

Các hợp chất tẩy rửa không ion phù hợp có thể được sử dụng bao gồm, cụ thể là, các sản phẩm phản ứng của hợp chất có nhóm kỵ nước và nguyên tử hydro phản ứng, ví dụ, rượu béo, axit, amit hoặc alkyl phenol với các alkylen oxit, đặc biệt là etylen oxit đơn hoặc với propylen oxit. Các hợp chất chất tẩy rửa không ion được ưu tiên là phần ngưng tụ C_6 đến C_{22} alkyl phenol-etylen oxit, thường từ 5 đến 25 EO, tức là từ 5 đến 25 đơn vị của etylen oxit trên mỗi phân tử, và các sản phẩm ngưng tụ của rượu béo C_8 đến C_{18} mạch thẳng hay mạch nhánh bậc một hay bậc hai với etylen oxit, thường từ 5 đến 50 EO. Tốt hơn, chất hoạt động bề mặt không ion có từ 10 đến 50 EO, tốt hơn nữa là 20 đến 35 EO. Alkyl etoxylat được đặc biệt ưu tiên.

Tốt hơn là, tất cả các chất hoạt động bề mặt được pha trộn với nhau trước khi được sấy khô. Thiết bị trộn thông thường có thể được sử dụng. Lõi chất hoạt

động bề mặt của hạt tẩy giặt có thể được hình thành bởi cách đùn hoặc lăn nén chặt và sau đó được bao với muối vô cơ.

Canxit

Các canxit có sẵn trên thị trường từ Omya nhưng bột canxit với kích thước khác nhau là phổ biến rộng rãi. Kích thước hạt của canxit được đo bằng cách sử dụng kỹ thuật nhiễu xạ tia laze để xác định đường kính trung bình của kích thước hạt trung bình (D50). D50 là kích cỡ micron mà chia tách sự phân bố nửa trên và nửa dưới đường kính này; D50 còn được gọi là đường trung bình.

D50, đường trung bình, đã được xác định ở trên là đường kính mà một nửa mật độ nằm dưới giá trị này. Tương tự như vậy, 90 phần trăm của sự phân phối nằm dưới D90, và 10 phần trăm mật độ nằm dưới D10.

Các kỹ thuật nhiễu xạ laze được sử dụng để đo D50 là Sympatec Helos (H1438) và Rodos. Các canxit được sử dụng là Canxit Omya 40và Canxit Omya 5.

Kích thước của Canxit Omya 40đã được kiểm tra và cho thấy đã có sự phân phối kích thước đường kính 10% (1,93 micron), phân phối 50% (24,01 micron) và phân phối 90% (70,08 micron).

Kích thước của Canxit Omya 5 đã được kiểm tra và cho thấy đã có sự phân bố kích thước đường kính 10% (0,70 micron), sự phân bố 50% (4,22 micron), và sự phân bố 90% (14,88 micron).

Lớp bao

Muối vô cơ

Muối vô cơ hòa tan trong nước có vai trò là một lớp bao trên hạt. Muối vô cơ hòa tan trong nước tốt hơn là có mặt ở mức độ làm giảm độ dính của hạt tẩy giặt tới điểm mà các hạt được chảy tự do.

Nó sẽ được đánh giá cao bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật rằng trong khi lớp bao nhiều lớp của vật liệu bao giống nhau hoặc khác nhau, có thể được sử dụng, tuy nhiên một lớp bao duy nhất được ưu tiên, để vận hành đơn giản, và để tối đa hóa độ dày của lớp bao.

Lớp bao tốt hơn là được đưa lên bề mặt của lõi chất hoạt động bề mặt, lắng đọng từ dung dịch nước của muối vô cơ hòa tan trong nước. Lớp bao khác có thể được thực hiện bằng cách sử dụng huyền phù. Dung dịch nước tốt hơn là chứa nhiều hơn 50g/L, tốt hơn nữa là 200 g/L muối. Dung dịch nước để phun của dung dịch lớp bao trong tầng được hóa lỏng đã được thấy rằng cho kết quả tốt và cũng có thể tạo ra một sự làm tròn nhẹ của hạt tẩy giặt trong quá trình hóa lỏng. Việc làm khô và/hoặc làm mát có thể cần thiết để kết thúc quy trình.

Hạt tẩy giặt được bao

Tốt hơn là, các hạt tẩy giặt được bao chứa từ 10 đến 100% trọng lượng, tốt hơn là từ 50 đến 100% trọng lượng, của chế phẩm tẩy giặt trong bao bì. Bao bì là bao bì của chế phẩm thương mại để bán cho công chúng và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 kg đến 5 kg, tốt hơn là 0,02 kg đến 2 kg, tốt nhất là 0,5 kg đến 2 kg.

Tốt hơn là, hạt tẩy giặt được bao mà ít nhất là 90 đến 100% hạt tẩy giặt được bao với các kích thước x, y, z nằm trong khoảng biến thiên 20%, tốt hơn là 10%, từ hạt tẩy giặt được bao lớn nhất đến nhỏ nhất.

Lượng nước

Hạt tốt hơn là chứa nước với lượng từ 0 đến 15% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0 đến 10% trọng lượng, tốt nhất là từ 1 đến 5% trọng lượng, ở 293K và độ ẩm tương đối 50%. Điều này tạo điều kiện cho sự ổn định khi bảo quản của hạt và các đặc tính cơ học của nó.

Phụ gia khác

Các phụ gia như mô tả dưới đây có thể có mặt trong lớp bao hoặc lõi. Những chất này có thể là trong lõi hoặc lớp bao.

Chất huỳnh quang

Hạt tẩy giặt được bao tốt hơn là chứa chất huỳnh quang (chất làm sáng quang). Các chất huỳnh quang được biết đến rộng rãi và nhiều loại chất huỳnh quang như này có sẵn trên thị trường. Thông thường, các chất huỳnh quang như này được đề xuất và sử dụng dưới dạng các muối kim loại kiềm của chúng, ví dụ, các muối natri. Tổng lượng chất huỳnh quang hoặc nhiều chất được sử dụng

trong chế phẩm thường là từ 0,005 đến 2% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,01 đến 0,5% trọng lượng. Huỳnh quang phù hợp để sử dụng trong sáng chế được mô tả trong chương 7 của Industrial Pigments bởi K. Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

Chất huỳnh quang ưu tiên được lựa chọn từ các lớp distyrylbiphenyl, triazinylaminostilben, bis (1,2,3-triazol-2-yl) stilben, bis (benzo [b] furan-2-yl) biphenyl, 1,3-diphenyl-2-pyrazolin và courmarin. Huỳnh quang tốt hơn là được sulfonat hóa.

Các lớp được ưu tiên của chất phát huỳnh quang là: hợp chất di-styryl biphenyl, ví dụ như Tinopal (nhãn hiệu) CBS-X, hợp chất axit Di-amin stilbene di-sulfonic, ví dụ như Tinopal DMS tinh khiết Xtra và Blankophor (Nhãn hiệu) HRH, và hợp chất pyrazolin, ví dụ như Blankophor SN. Chất phát huỳnh quang được ưu tiên là: natri 2 - (4-styryl-3-sulfophenyl)-2H-napthol [1 ,2-d] trazol, 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.

Tinopal® DMS là muối dinatri của dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morpholino-1,3,5-triazin-2-yl)]amino}stilben 2-2' disulfonat. Tinopal® CBS là muối dinatri của dinatri 4,4'-bis (2-sulfostyryl)biphenyl.

Hương liệu

Tốt hơn là chế phẩm chứa hương liệu. Hương liệu tốt hơn là nằm trong phạm vi từ 0,001 đến 3% trọng lượng, tốt nhất là từ 0,1 đến 1% trọng lượng. Nhiều ví dụ phù hợp của hương liệu được cung cấp trong CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association) 1992 International Buyers Guide, xuất bản bởi CFTA Publications và OPD 1993 Chemicals Buyers Directory 80th Annual Edition, xuất bản bởi Schnell Publishing Co.

Việc nhiều thành phần hương liệu có mặt trong chế phẩm là phổ biến. Trong các chế phẩm theo sáng chế sẽ có bốn hoặc nhiều hơn, tốt hơn là năm

hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là sáu hoặc nhiều hơn hoặc thậm chí là bẩy hoặc nhiều hơn các thành phần hương liệu khác nhau.

Trong các hỗn hợp của hương liệu tốt hơn là có 15 đến 25% trọng lượng là hương đầu. Hương đầu được xác định bởi Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6 (2): 80 [1955]). Các hương đầu được ưu tiên lựa chọn từ dầu cam quýt, linalool, linalyl axetat, oải hương, dihydromyrxenol, oxit hoa hồng và cis-3-hexanol.

Hạt tẩy giặt được bao ưu tiên là không chứa chất tẩy peroxygen, ví dụ như, natri percacbonat, natri perborat, và peraxit.

Polyme

Chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều polyme. Ví dụ như carboxymetylxenluloza, poly (etylen glycol), poly (vinyl alcohol), các hợp chất polyetylen imin, polyetylen imin được etoxylat hóa, polyeste polyme polycarboxylat tan trong nước như polyacrylat, các copolyme axit maleic/acrylic và copolyme lauryl metacrylat/ axit acrylic.

Enzym

Một hoặc nhiều enzym được ưu tiên có mặt trong chế phẩm theo sáng chế.

Tốt hơn là mức độ mỗi enzym là từ 0,0001% trọng lượng đến 0,5 % trọng lượng protein trên sản phẩm.

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

Các lipaza phù hợp bao gồm các lipaza có nguồn gốc vi khuẩn hay nấm. Đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein được bao gồm. Các ví dụ về lipaza hữu ích bao gồm các lipaza từ *Humicola* (từ đồng nghĩa là *Thermomyces*), ví dụ như từ *H. lanuginosa* (*T. lanuginosus*) như mô tả trong công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 258 068 và công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 305 216 hoặc từ *H. insolens* như mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số WO 96/13580, lipaza từ *Pseudomonas*, ví dụ như từ *P. Alcaligenes* hoặc *P. pseudoalcaligenes* (công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu

số EP 218 272), *P. cepacia* (công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 331 376), *P. stutzeri* (công bố đơn yêu cầu cấp patent Anh số GB 1. 372. 034), *P. fluorescens*, chủng *Pseudomonas* SD 705 (công bố sáng chế quốc tế số WO 95/06720 và công bố sáng chế quốc tế số WO 96/27002), *P. wisconsinensis* (công bố sáng chế quốc tế số WO 96/12012), lipaza từ *Bacillus*, ví dụ như từ *B. subtilis* (Dartois et al. (1993), Biochemica et Biophysica Acta, 1131, 253-360), *B. stearothermophilus* (công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số JP 64/744992) hoặc *B. pumilus* (công bố sáng chế quốc tế số WO 91/16422).

Các ví dụ khác là biến thể lipaza như được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số WO 92/05249, công bố sáng chế quốc tế số WO 94/01541, EP 407 225, công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 260 105, công bố sáng chế quốc tế số WO 95/35381, công bố sáng chế quốc tế số WO 96/00292, công bố sáng chế quốc tế số WO 95/30744, công bố sáng chế quốc tế số WO 94/25578, công bố sáng chế quốc tế số WO 95/14783, công bố sáng chế quốc tế số WO 95/22615, công bố sáng chế quốc tế số WO 97/04079 và công bố sáng chế quốc tế số WO 97/07202, công bố sáng chế quốc tế số WO 00/60063, công bố sáng chế quốc tế số WO 09/107091 và công bố sáng chế quốc tế số WO09/111. 258.

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

Phương pháp của sáng chế có thể được thực hiện với sự có mặt của phospholipaza được phân loại là EC 3.1.1.4 và/hoặc EC 3.1.1.32. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ phospholipaza là một enzym có tác dụng đối với các phospholipit.

Các phospholipit, chẳng hạn như lexithin hoặc phosphatidylcholin, bao gồm glyxerol được este hóa với hai axit béo ở một vị trí bên ngoài (sn-1) và vị trí giữa (sn-2) và este hóa với axit phosphoric ở vị trí thứ ba, axit phosphoric, lần lượt, có thể là este hóa một rượu amino. Các phospholipaza là các enzym tham gia vào quá trình thủy phân của các phospholipit. Một số loại hoạt động phospholipaza có thể được phân biệt, bao gồm phospholipaza A1 và A2 mà thủy phân một nhóm axyl béo (trong vị trí sn-1 và sn-2, tương ứng) để tạo thành

lysophospholipit và lysophospholipaza (hoặc phospholipaza B) mà có thể thủy phân nhóm axyl béo còn lại trong lysophospholipit. Phospholipaza C và phospholipaza D (các phosphodiesteraza) tách ra glyxerol diaxyl hoặc axit phosphatidic tương ứng.

Proteaza phù hợp bao gồm các proteaza có nguồn gốc động vật, thực vật hoặc vi khuẩn. Nguồn gốc vi khuẩn được ưu tiên. Đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein được bao gồm. Proteaza có thể là serin proteaza hoặc metallo proteaza, tốt hơn là proteaza vi sinh vật kiềm hoặc một proteaza giống trypsin. Các enzym proteaza được ưu tiên có sẵn trên thị trường bao gồm Alcalaza™, Savinaza™, primaza™, Duralaza™, Dyrazym™, Esperaza™, Everlaza™, Polarzyme™, và Kannaza™, (Novozymes A/S), Maxataza™, Maxacal™, Maxapem™ , Properaza™, Purafect™, Purafect OxP™, FN2™, và FN3™ (Genencor International).

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

Các amylaza phù hợp (alpha và/hoặc beta) bao gồm các amylaza có nguồn gốc từ vi khuẩn hay nấm. Các đột biến hóa học hoặc do công nghệ protein cũng được bao gồm. Amylaza bao gồm, ví dụ, alpha-amylaza thu được từ vi khuẩn *Bacillus*, ví dụ như chủng đặc biệt của *B. licheniformis*, mô tả chi tiết hơn trong công bố đơn yêu cầu cấp patent Anh số GB 1. 296. 839, hoặc các chủng vi khuẩn *Bacillus sp.* bộc lộ trong công bố sáng chế quốc tế số WO 95/026. 397 hoặc công bố sáng chế quốc tế số WO 00/060. 060. Các amylaza có sẵn trên thị trường là Duramyl™, Termamyl™, Termamyl Ultra™, Natalaza™, Stainzyme™, Fungamyl™ và BAN™ (Novozymes A/S), Rapidaza™ và Purastar™ (từ Genencor International).

Các xenlulaza phù hợp bao gồm các xenlulaza có nguồn gốc vi khuẩn hay nấm. Đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein được bao gồm. Xenlulaza phù hợp bao gồm các xelulaza từ giống *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, ví dụ như các loại xelulaza nấm được sản xuất từ *Humicola insolen*, *Thielavia terrestris*, *Myceliophthora thermophila*, và *Fusarium oxysporum* được bộc lộ ở patent Mỹ số US 4.435.307, US 5.648.263, US 5.691.178, US 5.776.757, công bố sáng chế quốc tế số WO 89/09259, công bố sáng chế quốc tế số WO 96/029397, và công bố sáng chế quốc tế số WO 98/012307. Xenlulaza có sẵn trên thị trường bao gồm Celluzyme™, Carezyme™, Endolase™, Renozyme™ (Novozymes A/S), Clazinase™ và Puradax HA™ (Genencor International), và KAC-500 (B)™ (Kao Corporation).

Peroxidaza/oxidaza phù hợp bao gồm các peroxidaza/oxidaza có nguồn gốc thực vật, vi khuẩn hay nấm. Đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein được bao gồm. Ví dụ về các peroxidaza hữu ích bao gồm peroxidaza từ *Coprinus,* ví dụ, từ *C. cinereus,* và các biến thể của nó như những mô tả trong công bố sáng chế quốc tế WO 93/24618, công bố sáng chế quốc tế WO 95/10602, và công bố sáng chế quốc tế WO 98/15257. Các peroxidaza có sẵn trên thị trường bao gồm Guardzyme™ và Novozym™ 51004 (Novozymes A/S).

Enzym khác phù hợp để sử dụng được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế WO2009/087524, công bố sáng chế quốc tế số WO2009/090576, công bố sáng chế quốc tế số WO2009/148983 và công bố sáng chế quốc tế số WO2008/007318.

Chất ổn định enzym

Bất kỳ enzym nào trong chế phẩm có thể được ổn định bằng cách sử dụng các chất ổn định thông thường, ví dụ như, polyol như propylen glycol hoặc glyxerol, rượu đường hoặc đường, axit lactic, axit boric, hoặc dẫn xuất axit boric, ví dụ, este borat thơm hoặc dẫn xuất axit phenyl boronic như axit 4-formylphenyl boronic, và chế phẩm có thể bào chế như mô tả trong ví dụ công

bố sáng chế quốc tế số WO 92/19709 và công bố sáng chế quốc tế số WO 92/19708.

Trường hợp nhóm alkyl có độ dài đủ để hình thành chuỗi mạch nhánh hoặc mạch vòng, các nhóm alkyl bao gồm chuỗi alkyl mạch nhánh, mạch vòng và mạch thẳng. Các nhóm alkyl tốt hơn là thẳng hoặc phân nhánh, tốt nhất là mạch thẳng.

Các mạo từ bất định "a" hay "an" và mạo từ xác định tương ứng của nó "the" được dùng ở đây có nghĩa là ít nhất một, hoặc một hoặc nhiều, trừ khi có quy định khác. Số ít bao gồm số nhiều trừ khi có quy định khác.

Các chất bảo quản có thể có mặt trong các hạt tẩy giặt được bao.

Các hạt tẩy giặt được bao được ưu tiên là có tỷ lệ lõi và vỏ từ 3 đến 1:1, tốt nhất là từ 2,5 đến 1,5:1, tỷ lệ tối ưu của lõi và vỏ là 2:1.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sản xuất lõi

Nguyên liệu thô của chất hoạt động bề mặt được pha trộn với nhau để tạo thành bột nhão hoạt tính 67% trọng lượng chứa 56 phần chất hoạt động bề mặt anion alkyl mạch thẳng benzen sulphonat (Ufasan 65 ex Unger) LAS, 30 phần natri lauryl ete sulfat, SLES (1-3 nhóm etoxy) và 14 phần chất hoạt động bề mặt PAS. Bột nhão này được đun nóng trước đến nhiệt độ nạp và được nạp vào đầu của thiết bị chưng cất màng lỏng được lau sạch để giảm độ ẩm và tạo ra sự pha trộn chất hoạt động bề mặt rắn kỹ, mà vượt qua thử nghiệm dung nạp canxi. Sản phẩm được làm lạnh và nghiền.

Sản phẩm dạng hạt thu được được pha trộn với các mức độ khác nhau, 0% trọng lượng đến 40% trọng lượng, canxit (Omya 40 và Omya 5) và được cho vào một máy đùn 2 mũi khoan cùng quay trang bị với một tấm có hình lỗ và lưỡi cắt.

Viên ép đùn thu được có tính hút ẩm và do đó, đã được bảo quản trong các thùng kín. Sau đó được bao bằng natri cacbonat trong tầng sôi.

Các hạt là hình cầu dẹt mà có kích thước gần đúng sau x = 1,0 mm, y = 4,0 mm và z = 5,0 mm

Lớp bao

Lõi các hạt được bao natri cacbonat (hạt 1) hoặc CP5 (hạt 2 tham khảo) bằng cách phun. Các hạt ép đùn ở trên được nạp vào buồng lớp sôi của thiết bị làm khô tầng sôi phòng thí nghiệm Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) và bao phun bằng cách sử dụng dung dịch lớp bao dùng cấu hình phun cao nhất. Dung dịch lớp bao được cung cấp vòi phun của Strea 1 thông qua một máy bơm nhu động (mô hình Watson-Marlow 101U/R). Các điều kiện sử dụng cho các lớp bao được đưa ra trong bảng dưới đây:

	Hạt
Chất ép ra theo khối lượng [g]	800
Chế phẩm lớp bao [g]	420 Na_2CO_3 980 H_2O
Nhiệt độ không khí vào [°C]	90
Nhiệt độ không khí ra [°C]	39
Tỷ lệ cung cấp lớp bao [g/min]	35
Nhiệt độ cung cấp lớp bao [°C]	50

Ví dụ - sản xuất viên, canxit trong lõi

Lõi hạt với 20% Omya 40

800g của hỗn hợp chất hoạt động bề mặt khô, nghiền mịn (LAS/PAS/SLES.3eo (58,3-14,6-27,1 theo trọng lượng) được trộn đều với 200g Omya 40 canxit.

Tương tự như vậy, hỗn hợp pha trộn được điều chế với từ 0 đến 40% canxit Omya 40 và từ 10 đến 20% của canxit Omya 5.

Các hỗn hợp này sau đó được đẩy lên bằng một máy đùn hai khoan Thermo Fisher 24HC, hoạt động ở tốc độ 8 kg/giờ. Nhiệt độ đầu vào của máy đùn được

đặt ở 15°C, tăng đến 40°C ngay trước khuôn kéo dây. Các khuôn kéo dây sử dụng được khoan với 6 lỗ tròn đường kính 5mm.

Các sản phẩm ép đùn được cắt sau khi qua khuôn kéo dây sử dụng một máy cắt tốc độ cao thiết lập để tạo hạt với độ dày ~1,0 mm.

Lớp bao

800g của chất đùn trên được nạp vào buồng lưu động của buồng lớp sôi của thiết bị làm khô tầng sôi phòng thí nghiệm Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) và bao phun bằng 1400g dung dịch chứa 420g natri cacbonat, sử dụng cấu hình phun cao nhất.

Dung dịch bao được cho vào vòi phun của Strea 1 thông qua một máy bơm nhu động (mô hình Watson-Marlow 101U/R) với tốc độ ban đầu là 3g/phút, tăng đến 9g/phút trong quá trình thử nghiệm lớp bao.

Tầng chất lỏng lớp bao được vận hành với nhiệt độ khí vào không khí ban đầu là 55°C tăng đến 90°C trong quá trình thử nghiệm lớp bao trong khi duy trì nhiệt độ ra trong khoảng 35 đến 40°C trong suốt quá trình bao.

Phương pháp bảo quản và kết quả

Hạt được bao, 180g, được đặt vào một hộp thẻ trơn, mở ở nắp. Các mẫu được lưu trữ trong một môi trường thiết lập ở 27°C 70% rh trong 2 tuần và 4 tuần. Sau thời gian đó các hộp đã được gỡ bỏ và thử nghiệm về cảm giác rót và độ trong.

1) Kết quả lưu trữ cho dạng viên có chứa Omya 40 (tất cả được bao bằng natri cacbonat).

Mẫu	2 tuần lưu trữ		4 tuần lưu trữ	
LAS/NI được bao bazơ	Chảy tự do	Khá giòn	Hơi chậm chạp	Khá giòn
LAS/PAS/SLES được bao bazơ	chậm chạp	Khá mềm	Chậm chạp	Mềm
LAS/PAS/SLES +	Chảy tự	Khá mềm	Chậm	Mềm

10% Omya 40 canxit	do		chạp	
LAS/PAS/SLES + 20% Omya 40 canxit	Chảy tự do	Khá giòn	Hơi chậm chạp	Mềm
LAS/PAS/SLES + 30% Omya 40 canxit	Chảy tự do	Giòn	Chảy tự do	Khá giòn
LAS/PAS/SLES + 40% Omya 40 canxit	Chảy tự do	Giòn	Chảy tự do	Khá giòn

Từ những kết quả chúng tôi kết luận rằng:

Canxit của D50 phù hợp cải thiện tính chất bảo quản đối với xử lý sản phẩm.

Tính toàn vẹn của hạt LAS/PAS/SLES với một lớp bao 30% natri cacbonat được cải thiện bởi chứa canxit trong lõi.

Sự kết hợp của canxit kích thước D50 phù hợp sẽ làm ổn định các lõi bề mặt rắn.

Canxit Omya 40 được đo có sự phân bố kích thước sau 10% (1,93 micron), phân bố 50% (24,01 micron) và phân bố 90% (70,08 micron). Giải thích biểu tượng và đánh giá được sử dụng trong phân loại tính chất khi bảo quản

Dòng chảy của bột được đánh giá sau khi gói được mở và ngược lại	Cảm giác được xác định bằng việc sờ
F = Chảy tự do	C = Giòn
SS = Hơi chậm chạp	MC = Khá giòn
S = chậm chạp	MS = Khá mềm
L =Đóng cục	S = Mềm
SC = Hơi gồ ghề	M = Ẩm
Không chảy	W = Ướt

2) Kết quả bảo quản cho dạng viên có chứa Omya 5 (tất cả được bao bằng natri cacbonat).

Mẫu	2 tuần lưu trữ		4 tuần lưu trữ	
LAS/PAS/SLES + 10% canxit Omya 5	Chảy tự do	Mềm	Không chảy	Mềm
LAS/PAS/SLES + 20% canxit Omya 5	Chảy tự do	Khá giòn	Không chảy	Khá giòn

Từ những kết quả chúng tôi kết luận rằng canxit của D50 4,22 micron cải thiện tính chất khi bảo quản ở 2 tuần nhưng dường như có một ảnh hưởng có hại sau khi bảo quản 4 tuần.

Canxit Omya 5 được đo có sự phân bố kích thước sau 10% (0,70 micron), phân bố 50% (4,22 micron), và phân bố 90% (14,88 micron).

Yêu cầu bảo hộ

1. Hạt tẩy giặt được bao có các kích thước vuông góc x, y, z, trong đó x là từ 0,5 đến 2 mm, y là từ 2 đến 8 mm, và z là từ 2 đến 8 mm, trong đó hạt này chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt được lựa chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion và không ion, với lượng từ 20 đến 39% trọng lượng;

(ii) lớp bao muối vô cơ được lựa chọn từ: natri cacbonat và/hoặc natri sulfat, với lượng từ 10 đến 40% trọng lượng, trong đó có ít nhất 5% trọng lượng của các muối vô cơ là natri cacbonat; và

(iii) canxit với lượng từ 10 đến 40% trọng lượng, có đường kính trung bình của kích thước hạt trung bình (D50) nằm trong khoảng từ 10 đến 70 micron, và trong đó các muối vô cơ có mặt trên hạt tẩy giặt như một lớp bao và chất hoạt động bề mặt là một lõi với canxit được phân tán qua lõi.

2. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 1, trong đó kích thước hạt D50 của canxit là từ 15 đến 40.

3. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 1 hoặc 2, trong đó kích thước hạt D50 của canxit là từ 20 đến 40.

4. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó các hạt tẩy giặt chứa canxit với lượng từ 25 đến 35% trọng lượng.

5. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó muối vô cơ có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 30% trọng lượng.

6. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó hạt này chứa nước với lượng từ 0,5 đến 5% trọng lượng.

7. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó ít nhất 90 đến 100% các hạt tẩy giặt được bao có các kích thước x, y và z nằm trong khoảng biến thiên 20% từ hạt tẩy giặt được bao lớn nhất đến nhỏ nhất.