



(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



1-0020982

(51)<sup>7</sup> C11D 3/386, 11/00, 3/40

(13) B

(21) 1-2013-01374

(22) 25.10.2011

(86) PCT/EP2011/068621 25.10.2011

(87) WO2012/059363A1 10.05.2012

(30) 3021/MUM/2010 01.11.2010 IN  
11151057.4 17.01.2011 EP

(45) 27.05.2019 374

(43) 25.09.2013 306

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, The Netherlands

(72) KOHLI, Gurpreet, Singh (IN), MENDU, Sharat Chandra (IN), PATHAK, Gaurav (IN), SHEWALE, Jayesh, Ashok (IN)

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

(54) CHẾ PHẨM TẨY GIẶT CHÚA THUỐC NHUỘM BÓNG VÀ LIPAZA, VÀ PHƯƠNG PHÁP GIẶT VẢI SỬ DỤNG CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm tẩy giặt chứa thuốc nhuộm bóng và lipaza. Sự kết hợp của lipaza với thuốc nhuộm bóng cụ thể được chứng minh là làm giảm sự tái lăng đọng của vết bẩn. Điều này được thể hiện bằng độ phản xạ cao hơn và ống vàng thấp hơn, đặc biệt là khi giặt nhiều trên vải bóng dệt kim, vải polyeste dệt kim và vải polyeste. Cụ thể, sáng chế đề cập đến chế phẩm tẩy giặt chứa:

- (i) chất hoạt động bề mặt;
- (ii) thuốc nhuộm kỵ nước;
- (iii) thuốc nhuộm trực tiếp;
- (iv) thuốc nhuộm axit, và
- (v) lipaza.

## Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến chế phẩm tẩy giặt chứa thuốc nhuộm bóng và lipaza.

## Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bất cứ tranh luận nào về tình trạng kỹ thuật trong suốt bản mô tả này sẽ không được xem rằng tình trạng kỹ thuật này đã được biết đến rộng rãi hoặc là một phần hiểu biết chung trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Quần áo trắng rất phổ biến. Chúng có thể được làm từ nhiều loại vải như vải bông 100%, vải pha polyeste-bông (nhiều bông), vải polyeste 100% hoặc vải nylon. Trong vải, đặc biệt vải trắng, được biết là có xu hướng trở thành màu vàng nhẹ sau một thời gian. Điều này có thể xảy ra do sự loại bỏ vết bẩn không hoàn toàn, sự lão hóa của da nhờn, và quá trình oxy hóa của bã nhờn. Ở vàng vải trắng không phải là một hiện tượng xảy ra ngay lập tức hoặc trong thời gian ngắn. Vải trắng phải được giặt và mặc nhiều lần mới tạo ra màu vàng nhẹ.

Vấn đề này có thể được giải quyết ở một mức độ nào đó bằng cách sử dụng chất huỳnh quang. Chúng hấp thụ ánh sáng cực tím và phát ra ánh sáng nhìn thấy làm cho quần áo bị ô vàng nhìn tươi sáng hơn. Vấn đề này cũng có thể được giải quyết bằng cách sử dụng thuốc nhuộm bóng. Thuốc nhuộm này bổ sung màu xanh nhẹ cho vải, từ đó che màu vàng nhẹ và làm cho vải trông trắng và sáng hơn. Thuốc nhuộm bóng giúp duy trì và tái tạo màu trắng. Chất huỳnh quang và thuốc nhuộm bóng lão hóa trên vải. Một số thuốc nhuộm bóng chỉ lão hóa trên một số loại vải cụ thể. Điều

này có thể phụ thuộc vào sự tương tác hóa học giữa vải và thuốc nhuộm. Ví dụ, thuốc nhuộm bóng kỹ nước lăng đọng trên vải kỹ nước. Thuốc nhuộm trực tiếp và thuốc nhuộm axit, đó là màu xanh và màu tím, có tính hữu dụng đặc biệt trên bông. Thuốc nhuộm dung môi và thuốc nhuộm phân tán có lợi ích trên vải polyeste, vải nylon và vải elastan. Nhận thấy rằng sự tích lũy vết bẩn hoặc bã nhòn trên vải ngăn chặn, hoặc ít nhất là làm giảm sự lăng đọng của thuốc nhuộm bóng. Điều này có thể là do loại bỏ không hết vết bẩn hoặc bã nhòn trong quá trình giặt.

Chế phẩm tẩy giặt có sự kết hợp với thuốc nhuộm bóng đã được biết đến.

Kết hợp như vậy thường được sử dụng để các chế phẩm chứa thuốc nhuộm có thể lăng đọng trên nhiều loại vải.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 1921132 A2 (Unilever, 2008) bộc lộ chế phẩm tẩy giặt có chất hoạt động bề mặt và sự kết hợp của thuốc nhuộm mà cùng nhau tạo nên hiệu ứng nhìn thấy ở mắt người chất như là thuốc nhuộm duy nhất có bước sóng hấp thụ đỉnh trên bông từ 540 nm đến 650 nm. Một trong số các thuốc nhuộm này là thuốc nhuộm ổn định quang mà phù hợp với vải bông.

Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2010/145887 A1 (Unilever, 2010) bộc lộ các chế phẩm tẩy giặt chứa polym - thuốc nhuộm anion làm cải thiện độ bóng của vải và tạo điều kiện loại bỏ vết bẩn. Đơn này đã bộc lộ chế phẩm chứa chất hoạt động bề mặt và polym-thuốc nhuộm thu được bằng cách trùng hợp monome thuốc nhuộm và đồng monome alken. Đơn này không bộc lộ hiệu quả của sự kết hợp thuốc nhuộm bóng và lipaza vào việc làm giảm sự tái lăng đọng của vết bẩn.

Enzym, đặc biệt là lipaza, được sử dụng trong chế phẩm tẩy giặt để tăng cường chức năng làm sạch. Được biết, lipaza giúp loại bỏ mỡ. Lipaza

xúc tác thủy phân triglycerit mà là thành phần chính của nhiều loại vết bẩn béo thường gặp như bã nhòn, mỡ động vật (ví dụ như mỡ lợn, bơ sữa trâu lỏng, bơ) và dầu thực vật (ví dụ như dầu ô liu, dầu hướng dương, dầu đậu phộng).

Chế phẩm tẩy giặt chứa lipaza và thuốc nhuộm bóng cũng đã được bộc lộ.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số US 2007191250 A1 (P & G) bộc lộ các chế phẩm tẩy giặt trong đó bao gồm các biến thể lipaza cụ thể và thuốc nhuộm bóng được lựa chọn từ thuốc nhuộm và liên hợp thuốc nhuộm-đất sét. Đơn này bộc lộ rằng hoạt động của lipaza gây ra mùi hôi do thủy phân triglycerit chúc năng hóa với chuỗi đơn vị axyl béo ngắn. Triglycerit như trên giải phóng ra các axit béo dễ bay hơi sau khi phân giải lipit. Vấn đề này đã được giải quyết trong quá khứ bằng cách kết hợp thuốc nhuộm bóng với biến thể lipaza cụ thể, mà được cho là làm tăng mức độ loại bỏ mỡ dẫn đến khả năng tiếp cận tốt hơn của thuốc nhuộm bóng với bề mặt vải và do đó, cải thiện sự lắng đọng.

Chúng tôi đã xác định rằng sự kết hợp của lipaza với thuốc nhuộm bóng cụ thể làm giảm sự tái lắng đọng của vết bẩn. Điều này được thể hiện bằng độ phản xạ cao hơn và ngả màu vàng thấp hơn, đặc biệt là sau nhiều lần giặt trên vải bông dệt kim, vải dệt kim polyeste và vải polyeste.

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

Theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm tẩy giặt trong đó chứa chất hoạt động bề mặt, thuốc nhuộm kỹ nước, thuốc nhuộm trực tiếp, thuốc nhuộm axit và lipaza.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp giặt vải trong đó bao gồm bước xử lý vải với chế phẩm theo khía cạnh thứ nhất.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý vải, phương pháp này gồm các bước:

- (i) xử lý vải với dung dịch nước chúa:
  - (a) chất hoạt động bề mặt với nồng độ từ 0,3 g/l đến 10 g/l;
  - (b) thuốc nhuộm kỵ nước với nồng độ từ 0,1 ppb đến 500 ppm;
  - (c) thuốc nhuộm trực tiếp với nồng độ từ 0,1 ppb đến 500 ppm;
  - (d) thuốc nhuộm axit với nồng độ từ 0,1 ppb đến 500 ppm, và
  - (e) lipaza với nồng độ từ 0,3 ppb đến 10 ppm;
- (ii) xả vải, và
- (iii) làm khô vải.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế mô tả chế phẩm theo khía cạnh thứ nhất dùng để giảm sự tái lăng đọng vết bẩn trên vải.

Thuật ngữ "chúa" có nghĩa là không giới hạn tới bất kỳ các thành phần đã được xác định sau đó mà bao gồm các thành phần không cụ thể của chế phẩm có chức năng chính hoặc phụ. Nói cách khác, các bước, các thành phần hoặc các lựa chọn được liệt kê không quá rộng. Bất cứ khi nào có từ "gồm" hoặc "có" được sử dụng, các thuật ngữ này có nghĩa tương đương với "chúa" như được định nghĩa ở trên.

Ngoại trừ trong các ví dụ thực hiện sáng chế hoặc ví dụ so sánh, hoặc khi có chỉ dẫn đầy đủ khác, tất cả các con số trong bản mô tả này chỉ các lượng của nguyên liệu cần được hiểu là được điều chỉnh bằng từ "khoảng".

Cần lưu ý rằng trong khi làm rõ bất kỳ khoảng được của nồng độ hoặc lượng, bất kỳ nồng độ cụ thể cao hơn có thể liên quan đến bất kỳ nồng độ hoặc lượng cụ thể nào thấp hơn.

Các thuật ngữ phần trăm trọng lượng, phần trăm theo trọng lượng, % tính theo trọng lượng, % trọng lượng, và các thuật ngữ tương tự là đồng nghĩa, đề cập đến nồng độ của một chất là trọng lượng của chất đó chia cho trọng lượng của cả chế phẩm và nhân với 100.

Sự trích dẫn dãy số bởi các đầu mút đầu cuối bao gồm tất cả các số nằm trong khoảng được đó (ví dụ 1 đến 5 bao gồm 1, 1,5, 2, 2,75, 3, 3,80, 4 và 5).

Như được sử dụng trong phần mô tả này và phần yêu cầu bảo hộ, các dạng số ít "a", "an", và "các" bao gồm dạng số nhiều trừ khi nội dung có quy định khác một cách rõ ràng. Vì vậy, ví dụ, khi đề cập đến chế phẩm có chứa "một hợp chất" là bao gồm cả hỗn hợp của hai hay nhiều hợp chất. Được sử dụng trong phần mô tả này và phần yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ "hoặc" thường được sử dụng trong ý nghĩa của nó bao gồm "và/hoặc" trừ khi nội dung có quy định khác một cách rõ ràng.

Để hiểu rõ đầy đủ các dấu hiệu và lợi ích của sáng chế, cần xem phần mô tả chi tiết sau đây.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Như sử dụng ở đây, thuật ngữ "chế phẩm tẩy giặt" bao gồm chế phẩm dạng hạt hoặc dạng bột, chất lỏng, viên nén, thanh và gel.

#### **Chất hoạt động bề mặt**

Các chế phẩm tẩy giặt chứa chất hoạt động bề mặt với lượng từ 2% đến 70% trọng lượng, tốt nhất từ 10 đến 30% trọng lượng. Chế phẩm được ưu tiên chứa chất hoạt động bề mặt anion hoặc không ion. Chế phẩm được ưu tiên hơn chứa hỗn hợp của cả hai chất nêu trên.

Nhìn chung, chất hoạt động bề mặt không ion và chất hoạt động bề mặt 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,

Schwartz & Perry, năm 1949 Interscience, Vol. 2 Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, trong phiên bản hiện tại của "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" được xuất bản bởi Công ty Manufacturing Confectioners hoặc trong "Tenside-Taschenbuch", H. Stache, 2 EDN, Carl Hauser Verlag, 1981.. Tốt hơn là các chất hoạt động bề mặt được sử dụng là chất bão hòa.

Chất hoạt động bề mặt anion phù hợp có thể được sử dụng thường là muối kim loại kiềm hòa tan trong nước của sulfat và sulfonat hữu cơ có gốc alkyl chứa từ khoảng 8 đến khoảng 22 nguyên tử carbon, thuật ngữ alkyl được sử dụng bao gồm phần alkyl của gốc axyl cao hơn. Ví dụ hợp chất tẩy giặt anion thích hợp là natri và kali alkyl sulfat, đặc biệt là chúng thu được bằng cách sulfat hóa rượu cao có từ 5 đến 15 nguyên tử cacbon, ví dụ được sản xuất từ mỡ động vật hoặc dầu dừa, natri và kali alkyl C<sub>8</sub> đến C<sub>20</sub> benzen sulfonat, đặc biệt là natri alkyl bậc nhất mạch thẳng C<sub>10</sub> đến C<sub>15</sub> benzen sulfonat, và natri alkyl ete glyxeryl sulfat, đặc biệt là những ete của rượu cao có nguồn gốc từ mỡ động vật hoặc dầu dừa và rượu tổng hợp được có nguồn gốc từ dầu mỏ. Các hợp chất tẩy giặt anion được ưu tiên là natri C<sub>6</sub> đến C<sub>15</sub> alkyl benzen sulfonat và natri C<sub>12</sub> đến C<sub>15</sub> alkyl sulfat. Chất hoạt động bề mặt như được mô tả trong EP-A-328 177 (Unilever) cũng có thể được sử dụng, nó cho thấy khả năng kháng sự gây kết tủa bằng muối, chất hoạt động bề mặt alkyl polyglycosit như được mô tả trong EP-A-070074, và alkyl monoglycosit.

Chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp có thể được sử dụng bao gồm, đặc biệt, các sản phẩm phản ứng của các hợp chất có nhóm ky 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 (EO) hoặc một mình hoặc cùng với propylen oxit. Cụ thể các hợp chất tẩy giặt không ion là phần ngưng C<sub>6</sub> đến C<sub>22</sub> alkyl phenol-etylen oxit, thông thường là 5 đến 25 EO, tức là từ 5 đến 25 đơn vị của etylen oxit trên mỗi phân tử, và sản phẩm ngưng tụ của

ruou béo C<sub>6</sub> đên C<sub>18</sub> gốc mạch thẳng hoặc mạch nhánh bậc nhất hoặc bậc hai với etylen oxit, thường từ 5 đên 40 EO.

Hệ thống chất hoạt động bề mặt được ưu tiên là hỗn hợp của chất hoạt động bề mặt không ion với chất hoạt động bề mặt anion, đặc biệt là các nhóm và các ví dụ của chất hoạt động bề mặt anion và chất hoạt động bề mặt không ion đã được chỉ ra trong công bố yêu cầu cấp patent châu Âu số EP-A-346 995 (Unilever). Hệ thống chất hoạt động bề mặt được đặc biệt được ưu tiên là hỗn hợp của muối kim loại kiềm của C<sub>6</sub> đên C<sub>22</sub> ruou bậc một sulfat cùng với ruou bậc một C<sub>12</sub> đên C<sub>18</sub> 3 đên 7 EO etoxylat.

Ché phẩm được ưa tiên có thể chứa chất hoạt động bề mặt không ion với lượng từ 4% đên 25% trọng lượng.

#### Thuốc nhuộm bóng

Như sử dụng ở đây, thuật ngữ "thuốc nhuộm bóng" có nghĩa là thuốc nhuộm mà khi tạo thành ché phẩm tẩy giặt có thể lồng đọng vào vải khi vải được tiếp xúc với chất lồng giặt ché phẩm tẩy giặt do đó làm thay đổi màu của vải thông qua hấp thụ ánh sáng nhìn thấy được. Thuốc nhuộm bóng cũng được biết đến như là chất tạo màu.

Các thuốc nhuộm bóng tích tụ trên vải trong suốt bước giặt hoặc xả của quy trình giặt đem đền một màu sắc rõ nét cho vải.

Việc tạo độ bóng cho vải trắng có thể được thực hiện bằng bất kỳ màu nào phụ thuộc vào ý muốn của khách hàng. Màu xanh và tím là màu được đặc biệt ưu tiên và thuốc nhuộm hoặc hỗn hợp thuốc nhuộm được ưu tiên là thuốc mà đem lại cho độ bóng màu xanh hoặc tím trên vải trắng. Do đó thuốc nhuộm bóng được ưu tiên là màu xanh hoặc tím. Thuốc nhuộm này đem lại màu xanh hoặc màu tím cho vải trắng. Các góc màu là 240° đền 345°, tốt hơn nữa 260° đền 320° và tốt nhất là từ 270° đền 300°.

Thuốc nhuộm bóng có thể được phân loại thành nhiều nhóm và theo nhiều cách. Một cách để phân loại các thuốc nhuộm dựa vào cấu trúc của chúng. Ví dụ là thuốc nhuộm azo và thuốc nhuộm antraquinon. Một cách khác để phân loại chúng là dựa vào ứng dụng của chúng. Ví dụ bao gồm thuốc nhuộm trực tiếp, thuốc nhuộm axit, thuốc nhuộm phân tán, thuốc nhuộm indigo, và thuốc nhuộm dung môi. Theo một phương pháp phân loại khác, thuốc nhuộm được gọi là ky nước hoặc ưa nước phụ thuộc vào ái lực của chúng đối với vải. Tuy nhiên, một cách khác để phân loại thuốc nhuộm bóng là dựa vào liệu thuốc nhuộm lắng đọng vào vải sau khi một lần giặt để thể hiện hiệu quả của chúng, hoặc chúng lắng đọng sau nhiều lần giặt. Thuốc nhuộm mà lắng đọng sau một lần giặt được gọi là thuốc nhuộm một lần giặt. Ví dụ như tím axit 50 (AV50).

Những thuốc nhuộm khác được gọi là thuốc nhuộm tích lũy. Một số ví dụ bao gồm tím trực tiếp 9 (DV9) và tím dung môi 13 (SV13).

Chế phẩm tẩy giặt theo sáng chế chứa ba thuốc nhuộm:

### 1. Thuốc nhuộm ky nước

Chế phẩm chứa một hoặc nhiều thuốc nhuộm ky nước. Thuốc nhuộm ky nước đã được tìm thấy là tồn tại độc lập với sợi polyeste trong điều kiện giặt ở quy mô gia đình bình thường. Ở mức độ thấp nó đem lại hiệu quả trắng bóng. Thuốc nhuộm ky nước được xác định là hợp chất hữu cơ với một hệ số tắt tối đa lớn hơn 1000 L/mol/cm trong khoảng bước sóng từ 400 đến 750 nm và không tích điện trong dung dịch nước có độ pH trong khoảng từ 7 đến 11. Thuốc nhuộm ky nước không có các nhóm hòa tan phân cực. Đặc biệt là thuốc nhuộm ky nước không chứa bất kỳ axit sulfonic, axit carboxylic hoặc nhóm amoni bậc bốn nào.

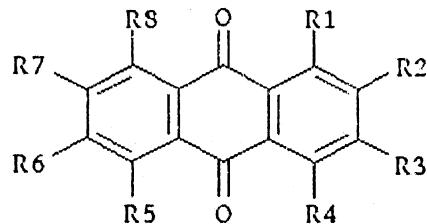
Thuốc nhuộm này có thể được lựa chọn từ các nhóm hóa học benzodifuran, metin, triphenylmetan, naptalimit, pyrazol, phtaloxyanin naptoquinon, antraquinon và mono-azo hoặc thuốc nhuộm di-azo.

Thuốc nhuộm kỵ nước được ưu tiên là thuốc nhuộm phân tán và thuốc nhuộm dung môi. Nhiều ví dụ về thuốc nhuộm kỵ nước được tìm thấy trong các nhóm của thuốc nhuộm dung môi và thuốc nhuộm phân tán.

Tốt hơn, thuốc nhuộm kỵ nước được đưa vào chế phẩm tẩy giặt bằng cách hòa tan trong huyền phù đặc của chất hoạt động bề mặt, hoặc bằng cách tạo thành hạt sử dụng chất hoạt động bề mặt không ion. Điều này đã được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số WO/2006/053598 A1 (Unilever).

#### Thuốc nhuộm phân tán

Thuốc nhuộm phân tán được ưu tiên là thuốc nhuộm antraquinon. Thuốc nhuộm antraquinon được ưu tiên có thể có công thức sau:

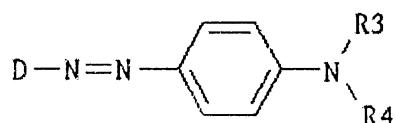


trong đó R1, R4, R5, và R8 độc lập được chọn từ các nhóm bao gồm -H, -OH, -NH<sub>2</sub>, NHCOCH<sub>3</sub> và -NO<sub>2</sub>, sao cho tối đa chỉ có một nhóm -NO<sub>2</sub> và tối đa là hai -H có mặt là nhóm thế R1, R4, R5, và R8 và R2, R3, R6, và R7 được lựa chọn từ -H, F, Br, Cl, -NO<sub>2</sub>, và -Oaryl.

Thuốc nhuộm phân tán được ưu tiên bao gồm tím phân tán 27 (DV27) tím phân tán 26 (DV26), tím phân tán 28 (DV28), tím phân tán 63 (DV63) và tím phân tán 77 (DV77). Tím phân tán 28 (DV28) là thuốc nhuộm phân tán được ưu tiên nhất.

Thuốc nhuộm antraquinon được ưu tiên là tím dung môi 13 (SV13). Nó là thuốc nhuộm antraquinon tổng hợp với sắc tím hơi xanh sáng. Nó không hòa tan trong nước và tan trong axeton,toluen, và benzen. Công thức hóa học của nó là C<sub>21</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>, và công thức cấu trúc của nó là 1-hydroxy-4-(p-tolylamino)-antraquinon, hoặc 1-hydroxy-4-[(4-metylphenyl)amino]-9,10-antraxendion hoặc 1-hydroxy-4-(4-metylanilino)antraquinon.

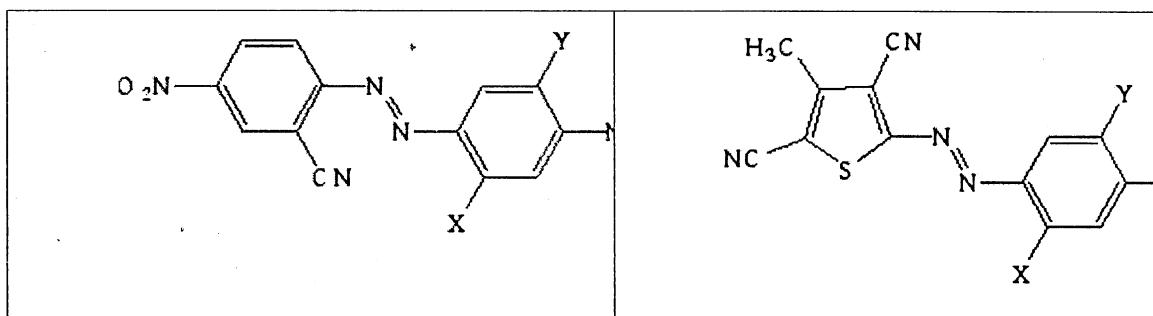
Thuốc nhuộm mono-azo cũng là thuốc nhuộm kỵ nước được ưu tiên. Chúng có thể có công thức sau đây:



trong đó R3 và R4 là các mạch alkyl có 2 đến 12 nguyên tử cacbon tùy ý được thay thế trong đó tùy ý có các liên kết ete (-0-) hoặc este, mạch này tùy ý được thay thế với -Cl, -Br, -CN, NO<sub>2</sub>, và -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>; và, D là một nhóm thơm hoặc dị mùi.

Các vòng thơm có thể được thay thế tiếp tốt hơn bởi -Cl, -Br, -CN, -NO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> và -NHCOR và R được lựa chọn từ -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> và -CH<sub>2</sub>Cl.

Cấu trúc được ưu tiên nhất thuốc nhuộm mono-azo là:



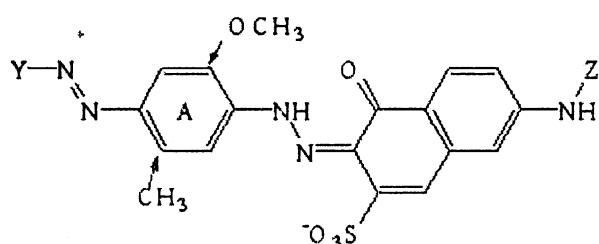
trong đó X và Y được lựa chọn từ -Cl, -Br, -CN, -NO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> và -NHCOR và R được lựa chọn từ các nhóm -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> và -CH<sub>2</sub>Cl. Tốt hơn X là NHCOCH<sub>3</sub> hoặc NHCOCH<sub>2</sub>Cl.

Thuốc nhuộm kỹ nước được đặc biệt ưu tiên là SV13 và DV28; và DV28 là thuốc nhuộm kỹ nước được ưu tiên nhất. DV28 có thể được lấy từ DyStar.

Chế phẩm được ưu tiên chứa thuốc nhuộm kỹ nước với lượng từ 0,0001% đến 0,008% trọng lượng, tốt hơn là 0,0003% đến 0,006% trọng lượng. Khi thuốc nhuộm kỹ nước là DV28, khoảng được ưu tiên là 0,001% đến 0,006% trọng lượng. Khi thuốc nhuộm kỹ nước là SV13, khoảng được ưu tiên là 0,0003% đến 0,0025% trọng lượng. DV28 được ưu tiên dưới dạng chất phụ gia. Các chất phụ gia tốt hơn có thể được làm từ chất mang vô cơ như soda khan, natri sulfat hoặc zeolit. Các chất phụ gia cũng có thể bao gồm một chất phân tán như lignin sulfonat.

## 2. Thuốc nhuộm trực tiếp

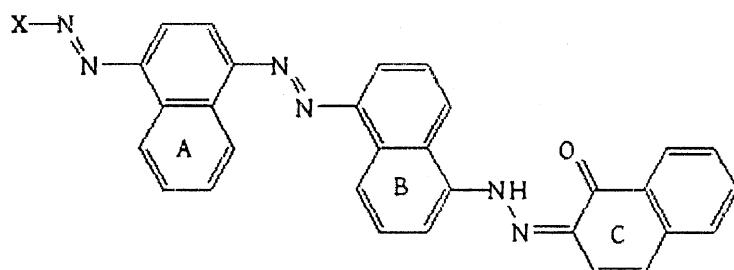
Thuốc nhuộm trực tiếp được ưu tiên là thuốc nhuộm trực tiếp bis-azo màu tím có công thức:



trong đó Z là H hoặc phenyl, vòng A tốt hơn được thế bằng một nhóm methyl và metoxy tại vị trí được chỉ định bởi các mũi tên, vòng A cũng có thể là một vòng naphtyl, nhóm Y là vòng phenyl hoặc naphtyl, được thế bằng nhóm sulfat và có thể được thế một lần hoặc hai lần bằng nhóm methyl.

Ví dụ không hạn chế về các thuốc nhuộm này là tím trực tiếp 5, 7, 9, 11, 26, 31, 35, 41 và 51 và DV99. Ví dụ không hạn chế thêm về thuốc nhuộm này cũng là xanh trực tiếp 34, 70, 71, 72, 75, 78, 82, và 120. Thuốc nhuộm trực tiếp được ưu tiên nhất là tím trực tiếp 9 (DV9). DV99 cũng được ưu tiên. Thuốc nhuộm này đã được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số WO2005/003274 A1 (Unilever). DV9 có thể được lấy từ BASF.

Thuốc nhuộm trực tiếp được ưu tiên khác có thể là thuốc nhuộm trực tiếp tris-azo màu xanh có công thức:



có ít nhất hai trong số các vòng naphthalen A, B và C được thay thế bởi một nhóm sulfonat, vòng C có thể được thay thế ở vị trí 5 bởi nhóm  $\text{NH}_2$  hoặc nhóm  $\text{NHPH}$ , X là vòng phenyl hoặc naphthalen được thay thế với tối đa 2 nhóm sulfonat và có thể được thay thế ở 2 vị trí bằng nhóm OH và cũng có thể được thay thế bằng nhóm  $\text{NH}_2$  hoặc nhóm  $\text{NHPH}$ .

Các thuốc nhuộm như trên tồn tại độc lập, chỉ cần một lượng nhỏ để đem lại hiệu quả trắng gia tăng do đó chế phẩm được ưu tiên chứa thuốc nhuộm trực tiếp với lượng từ 0,00001% đến 0,004% trọng lượng, tốt hơn 0,0001% đến 0,004% trọng lượng. Khi thuốc nhuộm trực tiếp là DV9, khoảng được ưu tiên là 0,00001% đến 0,004% trọng lượng. DV9 được ưu tiên dưới dạng chất phụ gia. Các chất phụ gia tốt hơn có thể được làm từ chất mang vô cơ như soda khan, natri sulfat hoặc zeolit. Các chất phụ gia

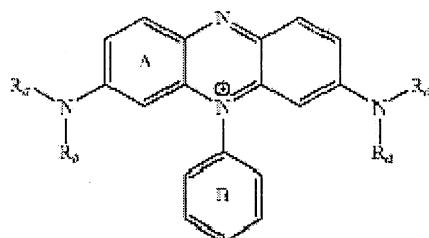
cũng có thể bao gồm bao gồm chất hoạt động bề mặt hoặc chất phân tán như chất hoạt động bề mặt không ion.

Theo phương án khác thuốc nhuộm trực tiếp có thể được liên kết hóa trị liên kết với chất tẩy trắng quang, ví dụ như mô tả trong công bố đơn sáng chế quốc tế số WO2006/024612 A1 (Ciba SC Holding AG).

### 3. Thuốc nhuộm axit

Các chế phẩm tẩy giặt cũng chứa thuốc nhuộm axit.

Thuốc nhuộm axit tồn tại độc lập với bông đem lại lợi ích cho vải có chứa bông. Các thuốc nhuộm và hỗn hợp của thuốc nhuộm được ưu tiên là xanh da trời hoặc tím. Thuốc nhuộm axit được ưu tiên là thuốc nhuộm azin. Cấu trúc lõi của chúng như sau:



trong đó  $R_a$ ,  $R_b$ ,  $R_c$  và  $R_d$  được lựa chọn từ: H, chuỗi alkyl C<sub>1</sub> đến C<sub>7</sub> mạch nhánh hoặc mạch thẳng, benzyl phenyl, và naphtyl; thuốc nhuộm màu được thế bằng ít nhất một nhóm -SO<sub>3</sub><sup>-</sup> hoặc -COO<sup>-</sup>; vòng B không mang nhóm điện tích âm hoặc muối của chúng; và vòng A có thể được thế tiếp để tạo thành naphtyl;

thuốc nhuộm màu tùy ý được thế bởi nhóm lựa chọn từ: amin, methyl, etyl, hydroxyl, metoxy, etoxy, phenoxy, Cl, Br, I, F, và NO<sub>2</sub>.

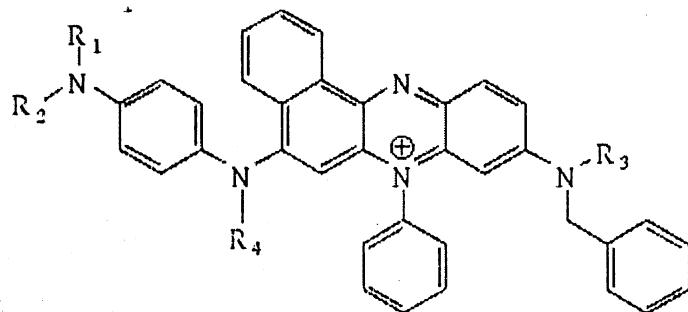
Đối với thuốc nhuộm azin có cấu trúc lõi được mô tả ở trên, vòng A được thế tiếp để tạo thành naphtyl. Thuốc nhuộm này tốt hơn là được thế bằng hai nhóm -SO<sub>3</sub><sup>-</sup> và không có nhóm thế tích điện khác. Người có hiểu

biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rằng các cation kim loại được minh họa như natri có thể dễ dàng thay đổi và sự thay đổi này vẫn nằm trong phạm vi của sáng chế, ví dụ, chẳng hạn như các kim loại kiềm và kim loại kiềm thổ là được ưu tiên, đặc biệt là kali và canxi.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rằng ngoài việc yêu cầu các thuốc nhuộm azin được thể bằng ít nhất một nhóm  $\text{SO}_3^-$  hoặc nhóm  $-\text{COO}^-$  và vòng B không mang nhóm điện tích âm hoặc muối của nó. Phạm vi thay đổi nhóm thế là lớn mà không ảnh hưởng đến hiệu quả của thuốc nhuộm lắng đọng trên bông theo yêu cầu. Các nhóm  $R_a, R_b, R_c$  và  $R_d$  như quy định trên có thể mang nhóm thế khác.

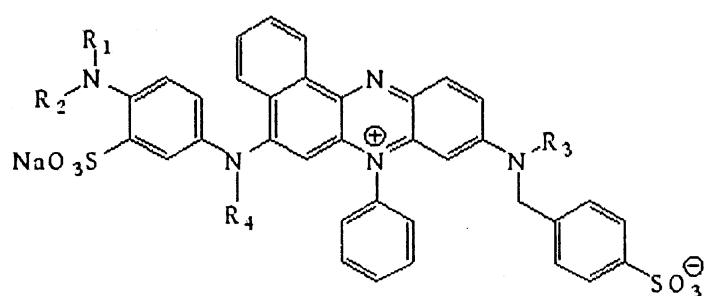
Đối với vòng B không mang nhóm điện tích âm, đặc biệt là  $\text{SO}_3^-$  hoặc  $\text{COO}^-$ .

Thuốc nhuộm azin được ưu tiên có cấu trúc sau:



trong đó  $R_1, R_2, R_3$  và  $R_4$  được chọn từ nhóm bao gồm: H, Me, Et, n-Pr và i-Pr và thuốc nhuộm này tùy ý được thể bằng một nhóm metoxy.

Thuốc nhuộm được ưu tiên hơn nữa có cấu trúc sau:



Thuốc nhuộm azin được ưu tiên là: xanh axit 98, tím axit 50, và xanh axit 59, tốt hơn nữa là tím axit 50 (CAS 6837-46-3; CI 50,325) và xanh axit 98. Tốt nhất thuốc nhuộm azin là tím axit 50 (AV50). Thuốc nhuộm này có thể được cung cấp bởi Clariant.

Chế phẩm được ưu tiên chứa thuốc nhuộm azin với lượng từ 0,00001% đến 0,1% trọng lượng, tốt 0,0001% đến 0,01% trọng lượng, và tốt nhất 0,0005% đến 0,005% trọng lượng. Khi thuốc nhuộm là AV50, khoảng được ưu tiên là 0,0001% đến 0,005% trọng lượng. AV50 được ưu tiên dưới dạng chất phụ gia. Các chất phụ gia tốt hơn có thể được làm từ chất mang vô cơ như soda khan, natri sulfat hoặc zeolit. Các chất phụ gia cũng có thể bao gồm chất hoạt động bề mặt hoặc chất phân tán và chất kết dính.

Thuốc nhuộm axit không azin được ưu tiên khác là tím axit 17, đen axit 1, đỏ axit 51, đỏ axit 17 và xanh axit 29.

Các thuốc nhuộm có thể được kết hợp theo nhiều cách khác nhau. Ví dụ như thuốc nhuộm mà không nhạy cảm với nhiệt có thể được chứa trong huyền phù đặc dùng để phun khô.

Một cách khác để kết hợp thuốc nhuộm vào các sản phẩm tẩy giặt hạt là bổ sung chúng vào hạt phụ gia sau đó chia vào bột cơ sở. Trong trường hợp này có thể có nồng độ thuốc nhuộm trong các hạt có thể nguy cơ tạo thành đốm và thuốc nhuộm phân hủy trên vải. Điều này có thể tránh được nếu nồng độ của thuốc nhuộm trong các hạt nhỏ hơn 0,1% trọng lượng. Các thuốc nhuộm có thể được đưa vào dạng hạt, được làm bằng chất mang như ánh soda khan, bentonit, zeolit và natri sulfat. Chất mang như vậy cũng thường được sử dụng trong chế phẩm tẩy giặt. Việc sử dụng các hạt như vậy có thể dùng để giúp giảm nhuộm và đốm. Đối với các sản phẩm dạng lỏng thuốc, nhuộm có thể được chỉ đơn giản là thêm vào chất lỏng và trộn đồng nhất kỹ càng.

## Lipaza

Các chế phẩm tẩy giặt theo sáng chế chứa lipaza. Lipaza (còn được gọi là esteaza) là một enzym xúc tác thủy phân liên kết este của chất béo và dầu ăn được, tức là triglycerit, thành các axit béo tự do, mono và diglycerit và glycerol. Người ta tin rằng chức năng chính của lipaza là giảm tích tụ của bã nhòn. Việc sử dụng lipaza là mối quan tâm đặc biệt đối với việc giặt ở nhiệt độ thấp do trong quá trình đó các loại dầu và chất béo ở trạng thái rắn và do đó khó khăn hơn để loại bỏ. Người ta cũng tin rằng hoạt động của lipaza không được thể hiện trong quá trình giặt chính, mà ở giữa lúc giặt. Người ta tin rằng đầu tiên lipaza được hấp thụ trên dầu của vết bẩn trong quá trình giặt chính, nhưng hoạt động của nó bị úc chế bởi chất hoạt động bề mặt. Trong giai đoạn xả, lipaza vẫn hấp thụ và phân hủy chất nền vết bẩn. Lipaza cũng thích hợp cho chế phẩm tẩy giặt có chứa lượng chất hoạt động bề mặt anion cao hơn, thường là 20 đến 40% trọng lượng. Lipaza cũng được cho là loại bỏ vết bẩn cứng đầu như dầu cà chua, nước sốt mì ống, pesto, dầu động cơ, dầu không màu, như dầu ô liu và dầu ngô. Người ta tin rằng lipaza tiếp tục hoạt động của mình trong giai đoạn sấy khô tạo thành axit béo, diglycerit và monoglycerit. Khi quần áo bị bẩn một lần nữa, một số lipaza đã có mặt trên vải. Sau đó, trong quá trình giặt tiếp theo, vết bẩn được l้าง đọng mới, và ở một mức độ thấp hơn chất nền vết bẩn còn lại, bị cuốn theo. Người ta cũng tin rằng sự hấp thụ của lipaza làm tăng sức mạnh ion của chế phẩm tẩy giặt.

Enzym lipaza được ưu tiên bao gồm các chất có nguồn gốc từ vi khuẩn hay nấm. Các đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein cũng được bao gồm. Ví dụ của lipaza hữu ích bao gồm lipaza từ *Humicola*, tốt hơn nữa là lipaza trong đó bao gồm polypeptit có trình tự axit amin trong đó có ít nhất 90% trình tự là tương đồng với lipaza hoang dại từ *Humicola lanuginose*, tốt nhất là chủng DSM 4109.

Ví dụ lipaza hữu ích bao gồm lipaza từ *Humicola* (tùy đồng nghĩa *Thermomyces*), ví dụ như từ *H. lanuginose* (*T. lanuginosus*) như mô tả trong EP258068 và EP305216 hoặc từ *H. insolens* như được mô tả trong công bố đơn sáng chế quốc tế số WO96/13580, lipaza của *Pseudomonas*, ví dụ như từ *P. Alcaligenes* hoặc *P. pseudoalcaligenes* (EP218272), *P. cepacia* (EP331376), *P. stutzeri* (GB 1,372.034), *P. fluorescens*, *Pseudomonas* sp. cảng thẳng SD 705 (công bố đơn sáng chế quốc tế số WO95/06720 và công bố đơn sáng chế quốc tế số WO96/27002), *P. wisconsinensis* (công bố đơn sáng chế quốc tế số WO96/12012), lipaza của *Bacillus*, ví dụ như từ *B. subtilis* (Dartois et al.(1993), Biochimica et Biophysica Acta, 1131, 253-360), *B. stearothermophilus* (JP 64/744992) hoặc *B. pumilus* (công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 91/16422).

Các ví dụ khác bao gồm các biến thể lipaza như được mô tả trong công bố đơn sáng chế quốc tế số WO92/05249,

Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO94/01541, EP407225, EP260105, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO95/35381, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO96/00292, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO95/30744, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO94/25578, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO95/14783, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO95/22615, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO97/04079 và công bố đơn sáng chế quốc tế số WO97/07202, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO00/60063, công bố đơn sáng chế quốc tế số WO09/107091 và công bố đơn sáng chế quốc tế số WO09/111258.

Enzym lipaza được ưu tiên có sẵn trên thị trường của thương hiệu LIPOCLEAN ®, LIPOLASE ®, LIPOLASE ® Ultra và LIPEX ®. LIPEX ® được đặc biệt ưu tiên, và LIPEX ® 100 là đặc biệt được ưu tiên hơn. Hoạt động của lipaza có bán trên thị trường thường thể hiện dưới dạng đơn vị lipaza hoặc LU. Chế phẩm lipaza khác nhau có thể có hoạt tính khác nhau.

Đối với lipaza có nguồn gốc từ nấm, chúng có thể nằm trong khoảng từ 2.000 đến 2.000.000 LU mỗi gram. Hoạt tính này cũng có thể được thể hiện dưới dạng đơn vị FIP/g hoặc FCC III LU/g. Một trong những đơn vị lipaza mới bằng mươi LU cũ, hoặc 1.000 đơn vị FIP/g = 10,000 LU/g.

Chế phẩm được ưu tiên chứa lipaza từ 5 đến 20,000 LU/g.

Để ngăn ngừa tai nạn và để giảm bớt vấn đề an toàn, lipaza trên thị trường luôn luôn được phủ bằng vật liệu tro. Vì vậy, lipaza trên thị trường được sử dụng cho bột tẩy giặt, thanh và viên nén dưới dạng hạt có chứa lượng rất thấp của lipaza hoạt động và cân bằng với nguyên liệu phụ gia.

Các hạt chứa lipaza đậm đặc, muối vô cơ, chất kết dính và nguyên liệu phủ. Chúng được chảy tự do để không vón cục, và các hạt hòa tan nhanh hơn.

Mặt khác, lipaza phù hợp với chất tẩy giặt dạng lỏng có sẵn ở dạng lỏng. Ví dụ LIPEX® 100 L.

Chế phẩm được ưu tiên chứa lipaza với lượng từ 0,0001% đến 0,1% trọng lượng. Chế phẩm được ưu tiên hơn nữa chứa lipaza với lượng từ 0,0009% đến 0,00186% trọng lượng.

Ngoài chất hoạt động bề mặt, thuốc nhuộm bóng và lipaza, các chế phẩm tẩy giặt cũng có thể chứa các thành phần khác đã biết. Các chế phẩm này chứa:

#### Chất tăng tan

Thuật ngữ "chất tăng tan" thường có nghĩa là hợp chất có khả năng làm tăng độ tan, tốt hơn là độ hòa tan trong nước của một số hợp chất hữu cơ ít tan cù thế. Ví dụ như natri xylen sulfonat.

#### Dung môi

Trong trường hợp chế phẩm dạng lỏng hoặc dạng gel, các chế phẩm này có thể chứa dung môi như nước hoặc dung môi hữu cơ như rượu isopropylic hoặc glycol etc.

### Chất tạo chelat kim loại

Các chế phẩm có thể chứa chất tạo chelat kim loại như cacbonat, bicacbonat, và sesquicacbonat. Các chất tạo chelat kim loại có thể là chất ổn định tẩy trắng (tức là chất chelat hóa kim loại nặng). Chất tạo chelat kim loại phù hợp bao gồm etylendiamin tetraaxetat (EDTA), dietylentriamin pentaaxetat (DTPA), etylendiamin disuxinat (EDDS), và polyphosphonat như DEQUESTS®, etylendiamin tetrametylen phosphonat (EDTMP) và dietylenetriamin pentametylen phosphat (DETPMP).

### Hợp phần hoặc các chất tạo phức:

Hợp phần có thể được lựa chọn từ nguyên liệu chelat hóa canxi, nguyên liệu tạo kết tủa, nguyên liệu trao đổi ion canxi và hỗn hợp của chúng.

Ví dụ hợp phần chelat hóa canxi bao gồm polyphosphat kim loại kiềm, như natri tripolyphosphat và chất chelat hóa hữu cơ, như axit etylen diamin tetra-axetic. Ví dụ của hợp phần tạo kết tủa bao gồm natri orthophosphat và natri cacbonat. Ví dụ về nguyên liệu trao đổi ion canxi bao gồm các loại nhôm silicat vô định hình hoặc tinh thể không tan trong nước, trong đó các zeolit là chất được biết đến nhiều nhất, ví dụ như zeolit A, zeolit B (còn được gọi là zeolit P), zeolit C, zeolit X, zeolit Y và cũng là loại zeolit P như mô tả trong EP 0,384.070. Chế phẩm có chi phí thấp tốt nhất là chứa cacbonat (bao gồm cả bicacbonat và sesquicacbonat) và/hoặc citrat làm hợp phần.

Khi hợp phần có mặt, các chế phẩm này có thể chứa hợp phần ít hơn 20% trọng lượng, tốt hơn là ít hơn 10% trọng lượng tính theo trọng lượng, và tốt nhất là nhỏ hơn 10% trọng lượng một cách phù hợp.

### Thuốc nhuộm bóng khác

Ngoài thuốc nhuộm kỹ nước, thuốc nhuộm trực tiếp và thuốc nhuộm axit, chế phẩm được ưu tiên cũng có thể chứa thuốc nhuộm khác. Thuốc nhuộm này có thể được lựa chọn từ:

### Các thuốc nhuộm bazơ

Các thuốc nhuộm bazơ là thuốc nhuộm hữu cơ mà mang điện tích dương thực. Chúng lắng đọng trên bông. Chúng đặc biệt hữu dụng dùng cho chế phẩm có chứa chủ yếu là chất hoạt động bề mặt cation. Các thuốc nhuộm này có thể được chọn từ các thuốc nhuộm tím hoặc xanh da trời bazơ được liệt kê trong Bảng màu quốc tế. Ví dụ được ưu tiên bao gồm thuốc nhuộm bazơ triarylmetan, thuốc nhuộm bazơ metan, thuốc nhuộm bazơ antraquinon, xanh bazơ 16, xanh bazơ 71, xanh bazơ 159, xanh bazơ 19, xanh bazơ 35, tím bazơ 38, tím bazơ 48; tím bazơ 3, tím bazơ 75, tím bazơ 95, tím bazơ 122, tím bazơ 124, tím bazơ 141. Thuốc nhuộm Thiazolium cũng có thể được sử dụng. Ví dụ như xanh bazơ 41, 54, 65, 66, 67, 162 và 164.

### Các thuốc nhuộm hoạt tính

Thuốc nhuộm hoạt tính là thuốc nhuộm có chứa nhóm hữu cơ có khả năng phản ứng với xenluloza và liên kết thuốc nhuộm với xenluloza bằng liên kết cộng hóa trị. Chúng lắng đọng trên bông. Tốt hơn các nhóm phản ứng là nhóm thủy phân hoặc nhóm phản ứng của thuốc nhuộm phản ứng với chất hữu cơ như polyme, để liên kết thuốc nhuộm này với chất hữu cơ này.

Thuốc nhuộm này có thể được lựa chọn từ thuốc nhuộm tím hoạt tính và xanh hoạt tính được liệt kê trong Bảng màu quốc tế.

Ví dụ được ưu tiên gồm xanh da trời hoạt tính 19, xanh da trời hoạt tính 163, xanh da trời hoạt tính 182 và xanh da trời hoạt tính 96.

#### Thuốc nhuộm liên hợp

Thuốc nhuộm liên hợp được tạo thành bởi liên kết các thuốc nhuộm trực tiếp, axit hoặc bazơ với các polyme hoặc các hạt thông qua lực vật lý.

Phụ thuộc vào việc chọn polyme hoặc các hạt, chúng có thể lắng đọng trên bông hoặc sợi tổng hợp. Những điều này đã được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số WO2006/055787 A1 (P&G).

#### Chất tẩy trắng

Chế phẩm được ưu tiên có thể chứa chất tẩy trắng, tốt hơn là phtaloxyanin với lượng từ 0,00001% đến 1% trọng lượng.

#### Enzym khác

Ngoài lipaza, một hoặc nhiều các enzym khác cũng có mặt trong chế phẩm được ưu tiên. Enzym này bao gồm proteaza, alpha-amylaza, xenlulaza, peroxidaza/oxidaza, pectat lyaza, và mannanaza.

Proteaza thích hợp bao gồm các enzym có nguồn gốc động vật, thực vật hoặc vi khuẩn. Nguồn gốc vi khuẩn được ưu tiên. Các thể đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein cũng được bao gồm. Proteaza có thể là một serin proteaza, hoặc proteaza cơ kim, tốt hơn là proteaza từ vi sinh vật có tính kiềm hoặc proteaza giống trypsin. Các enzym proteaza thương mại được ưu tiên bao gồm ALCALASE®, SAVINASE®, primase®, DURALASE®, DYRAZYM®, ESPERASE®, EVERLASE®, POLARZYME®, KANNASE®, MAXATASE®, MAXACAL®, MAXAPEM®, PROPERASE®, PURAFECT®, và PURAFECT® OxP.

Các amylaza phù hợp (alpha và/hoặc beta) bao gồm các enzym có nguồn gốc từ vi khuẩn hay nấm. Các thể đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein cũng được bao gồm. Amylaza bao gồm, ví dụ, các alpha-amylaza thu được từ *Bacillus*, ví dụ như một chủng đặc biệt của *B. licheniformis*. Amylaza thương mại săn có bao gồm DURAMYL®, TERMAMYL®, TERMAMYL® Ultra, NATALASE®, STAINZYME®, FUNGAMYL® BAN®, Rapidase®, và PURASTAR®.

Các xenlulaza thích hợp bao gồm những chất có nguồn gốc từ vi khuẩn hay nấm. Các thể đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein cũng được bao gồm. Xenlulaza thích hợp bao gồm xenlulaza từ chi *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, ví dụ như các loại xenlulaza có nguồn gốc từ nấm được sản xuất từ *Humicola insolens*, *Thielavia terrestris*, *Myceliophthora thermophila*, và *Fusarium oxysporum*. Xenlulaza thương mại bao gồm CELLUZYME®, CAREZYME®, ENDOLASE®, RENOZYME®, CLAZINASE®, và PURADAX® HA. Peroxidaza/oxidaza phù hợp bao gồm các enzym có nguồn gốc từ thực vật, vi khuẩn hoặc nấm. Các thể đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein cũng được bao gồm. Ví dụ các peroxidaza hữu ích bao gồm các peroxidaza từ *Coprinus*, ví dụ như từ *C. cinereus*, và các biến thể từ đó như được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số WO 93/24618, công bố sáng chế quốc tế số WO 95/10602, và công bố sáng chế quốc tế số WO 98/15257. Peroxidaza thương mại bao gồm GUARDZYME® và NOVOZYM® 51.004.

#### Chất ổn định enzym

Bất kỳ enzym nào có mặt 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 glycerol, đường hoặc rượu đường, axit lactic, axit boric, hoặc dẫn xuất của axit boric, ví dụ như, borat este thơm, hoặc dẫn xuất của axit phenyl

boronic như axit 4-formylphenyl boronic, và các chế phẩm có thể được bào chế như mô tả trong ví dụ như công bố sáng chế quốc tế số WO 92/19709 và công bố sáng chế quốc tế số WO 92/19708. Khi nhóm ankyl có độ dài đủ để hình thành mạch nhánh hoặc mạch vòng, các nhóm ankyl bao gồm mạch nhánh, mạch vòng và mạch thẳng. Nhóm ankyl tốt hơn là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, tốt nhất là mạch thẳng.

### Hương liệu

Chế phẩm được ưu tiên cũng có thể chứa hương liệu. Các loại hương liệu có thể là có nguồn gốc tự nhiên hoặc tổng hợp. Chúng bao gồm các hợp chất đơn lẻ và hỗn hợp. Ví dụ cụ thể về các thành phần này có thể được tìm thấy trong Hóa học hương liệu và hương vị của S. Arctander 1969, Montclair, NJ (USA).

Hương liệu trong bản mô tả này không chỉ có nghĩa là hương thơm của sản phẩm được bào chế hoàn chỉnh, mà còn lựa chọn từ các thành phần của hương thơm đó, đặc biệt là những chất hợp chất dễ bị mất, chẳng hạn như cái gọi là hương đầu (top notes). Hương liệu có thể được sử dụng dưới dạng dầu tinh khiết hoặc dạng bao nang.

### Chất huỳnh quang

Để nâng cao hơn nữa độ trắng, chế phẩm được ưu tiên có thể chứa chất huỳnh quang (còn gọi là chất làm trắng quang học). Các chất huỳnh quang được phổ biến rộng rãi và nhiều chất huỳnh quang được bán trên thị trường.

Thông thường, các chất huỳnh quang này được cung cấp và được sử dụng ở dạng muối kim loại kiềm của chúng, ví dụ, các muối natri. Tổng lượng của chất huỳnh quang hoặc các chất huỳnh quang có thể được sử dụng trong chế phẩm được ưu tiên thường là từ 0,005% đến 2% trọng lượng, tốt hơn 0,01% đến 0,1% trọng lượng. Các nhóm được ưu tiên chất

huỳnh quang là: hợp chất di-styryl biphenyl, ví dụ như TINOPAL® CBS-X, hợp chất axit di-amin stilben di-sulphonic, ví dụ như TINOPAL® DMS tinh khiết Xtra và BLANKOPHOR® HRH, và hợp chất pyrazolin ví dụ như BLANKOPHOR® SN. Chất huỳnh quang được ưu tiên là: natri 2-(4-styryl-3-sulfophenyl)-2H-naptol[1,2-d]trazol, dinatri 4,4'-bis {[ (4-anilino-6-(N methyl-N-2-hydroxyethyl) 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-sulfoslyryl) biphenyl.

### Các polymé

Các chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều polymé. Ví dụ như carboxymetylxenluloza, poly (vinylpyrolidon), poly (etylen glycol), poly (ruou vinyl), poly (vinylpyridin-N-oxit), poly (vinylimidazol), polycarboxylat như polyacrylat, copolyme axit maleic/acrylic và copolyme lauryl metacrylat/axit acrylic.

Chế phẩm tẩy giặt hiện đại thường sử dụng polymé như chất úc chế di chuyển của thuốc nhuộm. Chúng ngăn chặn di chuyển của thuốc nhuộm, đặc biệt là khi ngâm thời gian dài. Bất kỳ chất úc chế di chuyển của thuốc nhuộm phù hợp có thể được sử dụng trong chế phẩm được ưu tiên. Nói chung, các chất úc chế di chuyển của thuốc nhuộm như vậy bao gồm các polymé polyvinyl pyrolidon, polymé polyamin N-oxit, đồng polymé của N-vinylpyrolidon và N-vinylimidazol, mangan pthaloxyanin, peroxidaza, và hỗn hợp của chúng.

Polyme chứa nitơ, liên kết thuốc nhuộm, DTI được ưu tiên. trong số các polymé và đồng polymé trên như vinyl pyrolidon, và/hoặc nhựa vinyl imidazol là được ưu tiên. Copolyme của N-vinylpyrolidon và polymé N-vinylimidazol (như một nhóm, được gọi là "PVPVI") cũng được ưu tiên. Các copolyme có thể thẳng hoặc phân nhánh. Polyme PVPVI phù hợp bao gồm SOKALAN® HP56, có sẵn trên thị trường từ BASF.

Sáng chế sẽ được giải thích chi tiết hơn với ví dụ không hạn chế về chế phẩm được ưu tiên.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Ảnh hưởng của chế phẩm được ưu tiên và đối chứng đối với việc tái lắng đọng vết bẩn

Chế phẩm tẩy giặt bazơ NTR đối chứng (quy trình không phải hình tháp) được sản xuất. Chế phẩm đối chứng (C-1) được sản xuất. Nó chứa ba thuốc nhuộm bóng; DV9, DV28 và AV50, nhưng không chứa lipaza. Các thuốc nhuộm bóng được cho vào sau. Hai chế phẩm đối chứng khác (C-2 và C-3) được sản xuất. Các chế phẩm này chứa lipaza ở các mức độ khác nhau, nhưng không chứa thuốc nhuộm bóng. Chế phẩm được ưu tiên được sản xuất bằng cách cho lipaza vào sau vào chế phẩm đối chứng C-1. Các chế phẩm được mô tả trong bảng 1.

Bảng 1

Thành phần	Cơ bản	C-1	C-2	C-3	VD-1
Muối natri của alkyl mạch thẳng benzen sulfonat	15	15	15	15	15
Natri tripoly phosphat	4	4	4	4	4
Tro soda nhạt	24	24	24	24	24
Natri clorua	38	38	38	38	38

Dolomit	2	2	2	2	2
Natri carboxymetyl xeñluloza	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Canxit tủa	10	10	10	10	10
TINOPAL® CBSX	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Hương liệu	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
LIPEX® 100 TB	-	-	0,1	0,05	0,05 ***
Đồm soda	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5
DV9# (chất phụ gia DV9 C1141 Ex.BASF)	-	6,5	-	-	6,5
Chất phụ gia DV28@	-	6,5	-	-	6,5
Chất phụ gia AV50&	-	1,5	-	..	1,5
Độ ẩm	3	3	3	3	3
NDOM* và các chất phụ khác đến	100	100	100	100	100

NDOM\* có nghĩa là: không chất tẩy giặt hữu cơ;

\*\* 0,1 g LIPEX® 100 chứa khoảng 0,00186 g lipaza;

\*\*\* 0,05 g LIPEX® 100 TB chứa khoảng 0,00093 g lipaza;

DV9# - là 0,5 g chất phụ gia tro soda có chứa 0,00375 g thuốc nhuộm

DV9;

DV28<sup>@</sup> - là 0,5 g chất phụ gia tro soda có chứa 0,006 g thuốc nhuộm DV28;

AV50<sup>&</sup> - là 1,5 g chất phụ gia natri sulfat có chứa 0,0045 g thuốc nhuộm AV50

Sự tái lăng đọng vết bẩn và nghiên cứu sự ô vàng vải - Quy trình giặt tay (1, 3 và 5 lần giặt)

Thí nghiệm này được tiến hành trên ba bộ kiểm tra thử nghiệm vải thương mại; bông dệt kim, polyeste dệt kim, và bông nhiều. Trước khi bộ kiểm tra thử nghiệm vải đã được giặt sạch, màu sắc, được biểu thị là giá trị CIE L\*a\*b\*, và giá trị phản xạ của chúng, được đo bằng giá trị R<sub>460</sub>, được xác định bằng phổ quang kế Gretag Macbeth<sup>®</sup> Coloreye UV (chế độ tia cực tím được loại trừ). CIE L\*a\*b\* (CIELAB) là không gian màu sắc đầy đủ nhất theo quy định của Ủy ban quốc tế về chiếu sáng (Ủy ban Quốc tế d'Eclairage). Nó mô tả tất cả các màu sắc có thể nhìn thấy được bằng mắt thường và được tạo ra để đóng vai trò là mô hình thiết bị độc lập được sử dụng như là thiết bị tham khảo. Các giá trị này được ghi nhận là b\* (chưa giặt) và R<sub>460</sub> (giặt).

Bốn gram bột tẩy giặt đã được hòa tan trong 1 lít nước 24° FH (Độ cứng Pháp) để thu được dung dịch. Dải vết bẩn thương mại thông thường được bổ sung vào dung dịch này. Ba loại dải vết bẩn được bổ sung vào; dải đất sét STANLEY<sup>®</sup> được cung cấp bởi Warwick Equest, Stanley, County Durham, Anh, (ở nồng độ 0,2 g/l), dải vết bẩn kết hợp chứa hỗn hợp dầu ô liu, son môi, dầu ăn, nước trà, mứt, cà ri, vết cỏ, sôcôla và đất sét (ở nồng độ 4 g/l) và dải vết bẩn vải bì SBL2004<sup>®</sup> của WFK Testgewebe GmbH (ở nồng độ 6 g/l). Các dung dịch tẩy giặt có chứa dải vết bẩn được khuấy trong một phút bằng đũa thuỷ tinh để giải phóng chất bẩn vào trong dung dịch. Sau đó, 10 mảnh của mỗi bộ kiểm tra thử nghiệm vải (kích thước của

mỗi mảnh - 10 cm x 10 cm) đã bổ sung chất lỏng vào vải với tỷ lệ 10:1. Bì của bông: polyeste (50:50) đã được thêm vào dung dịch để duy trì tỷ lệ chất lỏng và vải. Bộ kiểm tra thử nghiệm vải được phép ngâm trong dung dịch chất tẩy giặt có chứa chất bẩn trong 30 phút. Dung dịch được khuấy thường xuyên trong một phút, sau mỗi 10 phút.

Sau đó tất cả các bộ kiểm tra thử nghiệm vải được giặt hai lần với nước 24°FH. Đối với một số bộ kiểm tra thử nghiệm vải, quá trình này được thực hiện chỉ một lần và bộ kiểm tra thử nghiệm vải tráng đã được sấy khô trong bóng râm. Sau đó, giá trị  $b^*$  và  $R_{460}$  đã được xác định lại như mô tả ở trên. Các giá trị này đã được ghi nhận là  $b^*$  (giặt sạch) và  $R_{460}$  (giặt sạch). Đối với một số bộ kiểm tra thử nghiệm vải, quy trình này được lặp đi lặp lại thêm hai lần nữa (tức là tổng số là 3 lần giặt) sau đó bộ kiểm tra thử nghiệm vải được giặt sạch và sấy khô. Đối với một số bộ kiểm tra thử nghiệm vải, quy trình này được lặp lại thêm bốn lần nữa (tức là tổng số là 5 lần giặt) trước khi bộ kiểm tra được xả và sấy khô. Sau đó, giá trị  $b^*$  và  $R_{460}$  đã được xác định lại như mô tả ở trên. Các giá trị này đã được ghi nhận là  $b^*$  (giặt sạch) và  $R_{460}$  (giặt sạch).

Sự tái lắng đọng của vết bẩn được đo như sự khác biệt giữa giá trị  $R_{460}$  sau 1 lần giặt, 3 lần giặt và 5 lần giặt.

Sự khác biệt ( $\Delta R_{460}$ ) được tính như sau:

$$\Delta R_{460} = R_{460} (\text{chưa giặt}) - R_{460} (\text{giặt sạch})$$

Giá trị cao hơn của  $\Delta R_{460}$  cho thấy sự khác biệt cao về độ trắng của vải chưa giặt và vải giặt sạch. Vì vậy, sự khác biệt cao hơn chỉ ra rằng những bộ quần áo đã giảm độ trắng sau khi giặt. Nói cách khác, nó cho thấy mức độ cao hơn của việc tái lắng đọng vết bẩn. Do đó, chế phẩm mà đem lại giá trị  $\Delta R_{460}$  thấp hơn được ưu tiên.

Vải mà trên đó các chất bẩn huyền phụ lắng đọng trong quá trình giặt thường có vẻ xuất hiện mờ đục, xám hoặc ô vàng. Giá trị dương của  $b^*$  cho thấy độ vàng, xảy ra do tái lắng đọng vết bẩn cao hơn, trong khi đó giá trị âm cho thấy sắc xanh. Giá trị cao hơn của  $b^*$  biểu hiện vàng. Sự khác biệt giữa giá trị  $b^*$  của vải giặt sạch và chưa giặt (thể hiện là  $\Delta b^*$ ) được tính như sau:

$$\Delta b^* = b^* (\text{giặt sạch}) - b^* (\text{chưa giặt})$$

Giá trị  $\Delta b^*$  cao hơn cho thấy độ vàng cao hơn, tức là tái lắng đọng vết bẩn cao hơn. Do đó, chế phẩm mà đem lại giá trị  $\Delta b^*$  thấp hơn được ưu tiên.

Tóm lại, chế phẩm được ưu tiên là chế phẩm đem lại giá trị  $\Delta R^* 460$  thấp hơn và giá trị  $\Delta b^*$  thấp hơn trên tất cả các loại vải.

Bảng 2

	Bông dệt kim/ $\Delta b^*$			Polyeste kim/ $\Delta b^*$			Nhiều bông/ $\Delta b^*$		
Số lần giặt	1	3	5	1	3	5	1	3	5
Cơ bản	5,6	7,4	4,6	1,8	4,6	4,6	2,6	4,0	5,1
C-1	1,9	3,8	4,2	1,8	3,4	4,2	0,9	2,3	2,8
C-2	5,4	4,8	6,1	1,4	3,2	4,1	2,3	3,4	4,6
C-3	1,3	4,7	2,5	1,1	4,3	2,5	1,6	4,8	4,2
VD-1	1,6	3,2	0,7	0,6	2,7	0,7	1,3	2,9	1,9

Số lần giặt	Bông dệt kim/ $\Delta R_{460}$			Polyeste kim/ $R_{460}$			dệt			Nhiều bông/ $\Delta R_{460}$		
Cơ sở	13,9	18,6	23,4	6,5	12,5	10,4	6,5	9,6	10,9			
C-1	11,9	18,3	20,3	7,2	12,2	14,2	7,2	9,6	11,2			
C-2	13,4	16,9	19,1	5,4	7,9	7,4	5,4	8,3	9,1			
C-3	8,0	16,1	17,3	6,9	11,2	9,0	6,9	10,8	12,5			
VD-1	7,4	13,0	14,0	6,0	6,6	7,0	6,0	8,0	9,8			

Các dữ liệu cho thấy rằng trong tất cả các chế phẩm, chế phẩm được ưu tiên VD-1 cho thấy ít vàng hơn (biểu hiện như giá trị  $\Delta b^*$  thấp hơn), và giảm ít hơn trong phản xạ (biểu hiện giá trị  $\Delta R_{460}$  thấp hơn) trên tất cả loại vải. Hiệu quả là rõ rệt hơn sau 3 đến 5 lần giặt, đặc biệt là trên vải bông dệt kim và vải polyeste dệt kim.

Ví dụ 2: Nghiên cứu giặt máy bằng chế phẩm chứa lipaza với hai thuốc nhuộm bông và ba thuốc nhuộm bông

Các chế phẩm của các công thức khác nhau được thử nghiệm trong nghiên cứu giặt máy thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3

Thành phần	C-2*	VD-2*	VD-3*	VD-4*	VD-5*
Muối natri của alkyl mạch thẳng benzen sulfonat	15	15	15	15	15
Natri tripoly phosphat	4	4	4	4	4
Tro soda nhạt	24	24	24	24	24
Natri clorua	38	38	38	38	38
Dolomit	2	2	2	2	2
Natri carboxymetyl xenluloza	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Canxit tủa	10	10	10	10	10
TINOPAL® CBSX	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Hương liệu	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
LIPEX® 100 TB	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Đồm soda	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5
Chất phụ gia AV50&	-	6,5	6,5	-	6,5
DV9# (chất phụ gia DV9 C1141 Ex.BASF)	-	6,5	-	6,5	6,5
Chất phụ gia DV28@	-	-	1,5	1,5	1,5
Độ ẩm	3	3	3	3	3
NDOM* và các chất phụ khác đến	100	100	100	100	100

\* Ví dụ so sánh

NDOM\* có nghĩa là: không chất tẩy giặt hữu cơ;

\*\* 0,1 g LIPEX® 100 TB chứa khoảng 0,00186 g lipaza;

AV50& - là 1,5 g chất phụ gia natri sulfat có chứa 0,0045 g thuốc nhuộm AV50;

DV9# - là 0,5 g chất phụ gia tro soda có chứa 0,00375 g thuốc nhuộm DV9 ;

DV28@ - là 0,5 g chất phụ gia tro soda có chứa 0,003 g thuốc nhuộm DV28.

Nghiên cứu ố vàng vải – Quy trình giặt máy (1, 3 và 5 lần giặt)

Thí nghiệm này được tiến hành trên ba loại bộ kiểm tra thử nghiệm vải thương mại; bông dệt kim, elastan nylon và bông dệt. Trước khi bộ kiểm tra thử nghiệm vải được giặt sạch, màu sắc của chúng được thể hiện là CIE L\*a\*b\* giá trị được xác định như mô tả ở trên. Các giá trị này được ghi nhận là b\* (chưa giặt).

Bột giặt ở mức độ liều lượng 1,5 gam/lít được thêm vào bộ phận phân tán của máy giặt. Ba loại dải vết bẩn sử dụng trong ví dụ-1 được thêm vào máy. Bộ kiểm tra thử nghiệm vải được ngâm trong nước 24°FH (Độ cứng Pháp) ở nhiệt độ môi trường xung quanh trong 20 phút. Chu kỳ giặt được đặt ở 20 phút. Tỷ lệ vải và dung dịch trong máy giặt là 1:20. Sau đó tất cả các bộ thử nghiệm vải được giặt hai lần với nước 24°FH. Đối với một số bộ kiểm tra, quá trình này được thực hiện một lần và bộ kiểm tra thử nghiệm vải tráng đã được sấy khô trong bóng râm. Sau đó, các giá trị b\* được xác định lại như mô tả ở trên. Các giá trị này đã được ghi nhận là b\* (giặt sạch). Đối với một số bộ kiểm tra thử nghiệm vải, quy trình này được lặp đi lặp lại thêm hai lần nữa (tức là tổng số là 3 lần giặt) sau đó bộ thử nghiệm được giặt sạch và sấy khô. Đối với một số bộ kiểm tra thử nghiệm vải, quy trình này được lặp lại thêm bốn lần nữa (tức là tổng cộng là 5 lần

giặt) trước khi bộ kiểm tra được xả và sấy khô. Sau đó, các giá trị  $b^*$  được xác định lại như mô tả ở trên. Các giá trị này đã được ghi nhận là  $b^*$  (giặt sạch).

Sự khác biệt giữa  $b^*$  được xác định như mô tả ở trên. Các dữ liệu được trình bày trong bảng 4.

Bảng 4

	Bông dệt kim/ $\Delta b^*$			Nylon elastan/ $\Delta b^*$			Bông dệt kim/ $\Delta b^*$		
	1	3	5	1	3	5	1	3	5
Số lần giặt	1	3	5	1	3	5	1	3	5
C-2	0,23	0,90	1,65	0,31	0,42	-0,03	0,70	1,23	1,52
VD-2	-0,53	-0,11	-0,19	-0,79	-1,77	-2,48	0,20	0,40	0,48
VD-3	-0,47	-0,12	0,12	-0,89	-2,67	-3,86	-0,04	0,41	0,46
VD-4	-0,40	-0,66	-0,68	-0,26	-1,47	-2,72	0,45	0,49	0,44
VD-5	-0,58	-0,77	-0,88	-0,82	-2,57	-3,80	0,01	0,13	0,19

Các dữ liệu cho thấy rằng trong tất cả các chế phẩm, chế phẩm được ưu tiên Ví dụ-5 có ba thuốc nhuộm bóng và lipaza cho thấy ít vàng hơn (biểu thị như giá trị  $\Delta b^*$  thấp hơn). Hiệu quả là rõ rệt hơn sau 3 đến 5 lần giặt, đặc biệt là trên vải bông dệt kim và vải bông dệt.

Cần hiểu rằng các ví dụ minh họa cho chế phẩm tẩy giặt có sự kết hợp của lipaza với thuốc nhuộm bóng cụ thể, đem lại sự tái lắng đọng vết bẩn trên vải thấp hơn, được biểu hiện như độ phản xạ cao hơn và ố vàng

thấp hơn, đặc biệt sau nhiều lần giặt trên vải bông dệt kim, vải polyeste dệt kim và vải polyeste.

Cần được hiểu là các dạng cụ thể của sáng chế này được minh họa và được mô tả trong tài liệu này nhằm mục đích miêu tả sáng chế, chỉ có những thay đổi nhất định mà không đi chệch khỏi những chỉ dẫn rõ ràng của bản mô tả.

Mặc dù sáng chế được mô tả cùng với các phương án cụ thể, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này hiểu rằng sáng chế có thể bao gồm nhiều dạng khác nhau.

**Yêu cầu bảo hộ:**

1. Chế phẩm tẩy giặt chứa:
  - (i) chất hoạt động bề mặt;
  - (ii) thuốc nhuộm kỹ nước;
  - (iii) thuốc nhuộm trực tiếp;
  - (iv) thuốc nhuộm axit, và
  - (v) lipaza.
2. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm 1, trong đó chế phẩm này chứa thuốc nhuộm kỹ nước với lượng từ 0,0001% đến 0,008% trọng lượng.
3. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm 1 hoặc 2, trong đó thuốc nhuộm kỹ nước này là thuốc nhuộm phân tán.
4. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm 3, trong đó thuốc nhuộm phân tán là thuốc nhuộm antraquinon.
5. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm bất kỳ nêu trên chứa thuốc nhuộm trực tiếp với lượng từ 0,00001% đến 0,004% trọng lượng.
6. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm bất kỳ nêu trên trong đó thuốc nhuộm trực tiếp là thuốc nhuộm azo kép.
7. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm bất kỳ nêu trên trong đó thuốc nhuộm axit là thuốc nhuộm azin.
8. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm 7, trong đó chế phẩm này chứa thuốc nhuộm azin với lượng từ 0,00001% đến 0,1% trọng lượng.
9. Chế phẩm tẩy giặt theo điểm bất kỳ nêu trên chứa lipaza với lượng từ 0,0001% đến 0,1% trọng lượng.

10. Phương pháp giặt vải trong đó bao gồm bước xử lý vải với chế phẩm theo điểm 1.

11. Phương pháp xử lý vải bao gồm các bước:

(i) xử lý vải với dung dịch nước chứa:

- (a) chất hoạt động bề mặt với nồng độ từ 0,3 g/l đến 10 g/l;
- (b) thuốc nhuộm kỵ nước với nồng độ từ 0,1 ppb đến 500 ppm;
- (c) thuốc nhuộm trực tiếp với nồng độ từ 0,1 ppb đến 500 ppm;
- (d) thuốc nhuộm axit với nồng độ từ 0,1 ppb đến 500 ppm, và
- (e) lipaza với nồng độ từ 0,3 ppb đến 10 ppm, và

(ii) xả vải trên, và

(iii) làm khô vải này.