



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
(51)⁷ C11D 17/00; C11D 3/40; C11D 3/10; (13) B
C11D 3/04; C11D 3/08



- (21) 1-2013-01077 (22) 01/09/2011
(86) PCT/EP2011/065149 01/09/2011 (87) WO2012/048947A1 19/04/2012
(30) 10187509.4 14/10/2010 EP
(45) 25/06/2020 387 (43) 26/08/2013 305A
(73) UNILEVER N.V. (NL)
Weena 455, 3013 AL Rotterdam, the Netherlands
(72) BATCHELOR, Stephen, Norman (GB); CHAPPLE, Andrew, Paul (GB);
KENINGLEY, Stephen, Thomas (GB); ROSEBLADE, Jennifer, Sian (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 hình đậu hoặc đĩa có các chiều vuông góc x, y và z, trong đó x là từ 1 đến 2 mm, y là từ 2 đến 8 mm và z là từ 2 đến 8 mm, trong đó hạt chứa: (i) từ 40 đến 90% trọng lượng chất hoạt động bề mặt được chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion, và chất hoạt động bề mặt không ion; (ii) từ 1 đến 40% trọng lượng muối vô cơ tan trong nước; (iii) từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng thuốc nhuộm, trong đó thuốc nhuộm được chọn từ: thuốc nhuộm anion, thuốc nhuộm không ion; và (iv) từ 0 đến 3% trọng lượng hương liệu, trong đó muối vô cơ và thuốc nhuộm có mặt trên hạt tẩy giặt như một lớp bao, và chất hoạt động bề mặt như là lõi.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các hạt tẩy giặt lớn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Tài liệu WO9932599 mô tả phương pháp sản xuất hạt tẩy giặt, là phương pháp đun, trong đó chất làm mềm nước và chất hoạt động bề mặt, trong đó chất hoạt động bề mặt chứa thành phần chính là chất hoạt động bề mặt anion sulfat hoặc sulfonat hóa, được đưa vào một máy đun, hoạt động một cách cơ học ở nhiệt độ ít nhất là 40°C, tốt hơn ít nhất là 60°C, và được đun qua một đầu đun có nhiều lỗ đun. Trong hầu hết các ví dụ, chất hoạt động bề mặt được đưa vào máy đun cùng với chất làm mềm nước với tỷ lệ trọng lượng là hơn 1 phần chất làm mềm nước với 2 phần chất hoạt động bề mặt. Chất ép ra rõ ràng cần phải được sấy thêm. Trong ví dụ 6, bột nhão PAS được sấy khô và đun. Các sợi PAS như thế đã được biết đến rõ trong lĩnh vực kỹ thuật. Các sợi thường cơ bản có dạng hình trụ và chiều dài của nó vượt quá đường kính của nó, như mô tả trong ví dụ 2.

US 7022660 bộc lộ quá trình điều chế hạt tẩy giặt có một lớp bao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Tác giả sáng chế nhận thấy rằng có thể có một lớp bao chứa thuốc nhuộm mà làm giảm biến màu. Sáng chế cũng có thể làm tăng tính bền quang của thuốc nhuộm trong sản phẩm khi lưu giữ.

Mục đích của sáng chế là đề xuất hạt tẩy giặt được bao có các chiều vuông góc x, y, và z, trong đó x là từ 1 đến 2 mm, y là từ 2 đến 8 mm (tốt nhất là từ 3 đến 8 mm), và z là từ 2 đến 8 mm (tốt nhất là từ 3 đến 8 mm), trong đó hạt chứa:

(i) từ 40 đến 90% trọng lượng, tốt hơn là từ 50 đến 90% trọng lượng, chất hoạt động bề mặt được chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion, và chất hoạt động bề mặt không ion;

(ii) từ 1 đến 40% trọng lượng, tốt hơn là từ 20 đến 40% trọng lượng, muối vô cơ hòa tan trong nước;

(iii) từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng thuốc nhuộm, tốt hơn là từ 0,001 đến 0,01% trọng lượng, trong đó thuốc nhuộm được chọn từ: thuốc nhuộm anion và thuốc nhuộm không ion;

(iv) từ 0 đến 3% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,001 đến 3% trọng lượng hương liệu, và

trong đó muối vô cơ và thuốc nhuộm có mặt như là lớp bao trên hạt tẩy giặt và chất hoạt động bề mặt có mặt như là lõi.

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

Trong một khía cạnh khác, mục đích của sáng chế này là đề xuất hạt tẩy giặt được bao là chế phẩm đậm đặc với nhiều chất hoạt động bề mặt hơn là chất rắn vô cơ. Chỉ khi có một lớp bao chất hoạt động bề mặt mềm mới có thể có độ đậm đặc hạt như vậy trong đó đơn vị liều cần thiết để giặt được giảm. Thêm dung môi vào lõi sẽ dẫn đến việc chuyển đổi hạt thành chế phẩm lỏng. Mặt khác, có số lượng chất rắn vô cơ nhiều hơn sẽ cho kết quả chế phẩm ít đậm đặc, lượng vô cơ cao sẽ lại đưa chế phẩm về dạng bột dạng hạt thông thường có nồng độ chất hoạt động bề mặt thấp. Hạt tẩy giặt được bao theo sáng chế này nằm ở giữa hai dạng thông thường (dạng lỏng và dạng hạt).

Mô tả chi tiết sáng chế

Hình dáng

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

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

Hạt tẩy giặt được bao có thể được định hình dạng đĩa.

Tốt hơn là hạt tẩy giặt được bao không có lỗ, đó là để nói, hạt tẩy giặt được bao không có ống dẫn đi qua đó mặc dù đi qua lõi, tức là, hạt tẩy giặt được bao có dạng tô pô bằng không.

Lõi

Chất hoạt động bề mặt

Hạt tẩy giặt được bao chứa từ 40 đến 90% trọng lượng, tốt hơn là 50 đến 90% trọng lượng chất hoạt động bề mặt, tốt nhất là từ 70 đến 90% trọng lượng. Nhìn chung, chất hoạt động bề mặt không ion và anion của hệ thống chất hoạt động bề mặt có thể được chọn từ các chất hoạt động bề mặt được mô tả trong "Surface Active Agents" Vol. 1, Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 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 hợp chất no.

Chất hoạt động bề mặt anion

Hợp chất tẩy giặt anion thích hợp có thể được sử dụng thường là muối kim loại kiềm tan trong nước của sulfat và sulfonat hữu cơ có các gốc alkyl có từ khoảng 8 đến khoảng 22 nguyên tử cacbon, thuật ngữ alkyl được sử dụng bao gồm các phần alkyl của các gốc axyl cao hơn. Ví dụ của hợp chất tẩy giặt anion thích hợp là natri và kali sulfat alkyl, đặc biệt là chúng được thu bằng cách sulfat hóa rượu C_8 đến C_{18} cao hơn, được sản xuất từ mỡ động vật hoặc dầu dừa, natri và kali alkyl benzen sulfonat C_9 đến C_{20} , đặc biệt là natri mạch thẳng alkyl bậc hai benzen sulfonat C_{10} đến C_{15} , và natri alkyl glyxeryl ete sulfat, đặc biệt là

những ete của rượu cao hơn được dẫn xuất từ mỡ động vật hoặc dầu dừa và rượu tổng hợp được dẫn xuất từ dầu mỏ. Chất hoạt động bề mặt anion thích hợp nhất là natri lauryl ete sulfat (SLES), đặc biệt ưu tiên với 1 đến 3 nhóm etoxy, natri alkyl benzen sulfonat C_{10} - C_{15} và natri alkyl sulfat C_{12} - C_{18} . Chất hoạt động bề mặt như được mô tả trong EP-A-328 177 (Unilever) cũng có thể áp dụng được, nó cho thấy khả năng kháng tạo muối, chất hoạt động bề mặt alkyl polyglycosit như được mô tả trong EP-A-070 074, và alkyl monoglycosit. Các chuỗi 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 chứa từ khoảng 16 đến khoảng 22 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có cấu trúc chuỗi mạch thẳng. Tỷ lệ đóng góp anion từ xà phòng tốt hơn là từ 0 đến 30% trọng lượng tính trên tổng số anion.

Tốt hơn, ít nhất là 50% trọng lượng của chất hoạt động bề mặt anion được chọn từ: natri alkyl benzen sulfonat C_{11} - C_{15} , và natri alkyl sulfat C_{12} - C_{18} . Thậm chí tốt hơn, chất hoạt động bề mặt anion là natri alkyl benzen sulfonat C_{11} - C_{15} .

Tốt hơn là chất hoạt động bề mặt anion có mặt trong hạt tẩy giặt được bao với lượng từ 15 đến 85% trọng lượng, tốt hơn là từ 50 đến 80% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng chất hoạt động bề mặt.

Chất hoạt động bề mặt không ion

Các hợp chất tẩy giặt không ion thích hợp có thể được sử dụng bao gồm, đặc biệt, các sản phẩm phản ứng của hợp chất có một nhóm kỵ nước và một nguyên tử phản ứng hydro, ví dụ, rượu béo, axit, amit hoặc alkyl phenol với các oxit alkylen, đặc biệt là chỉ oxit etylen hoặc với oxit propylen. Ưu tiên các hợp chất tẩy giặt không ion là sản phẩm ngưng tụ của alkyl oxit phenol-etylen C_6 - C_{22} , thường 5 đến 25 EO, tức là từ 5 đến 25 đơn vị của oxit etylen mỗi phân tử, và các sản phẩm ngưng tụ của rượu béo C_8 - C_{18} bậc một hoặc bậc hai mạch thẳng hoặc mạch nhánh với oxit etylen, thường từ 5 đến 50 EO. Tốt hơn là, hợp chất

không ion là 10 đến 50 EO, tốt hơn là 20 đến 35 EO. Alkyl etoxylat đặc biệt ưu tiên.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt không ion có mặt trong hạt tẩy giặt được bao với lượng từ 5 đến 75% trọng lượng, tốt hơn là từ 10 đến 40% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng chất hoạt động bề mặt.

Chất hoạt động bề mặt cation có thể có mặt như là thành phần nhỏ với lượng từ 0 đến 5% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng chất hoạt động bề mặt.

Tốt hơn là, tất cả các chất hoạt động bề mặt được pha trộn với nhau trước khi được sấy khô. Thiết bị phối trộn thông thường có thể được sử dụng. Lõi chất hoạt động bề mặt của hạt tẩy giặt có thể được hình thành bằng phương pháp đun hoặc đầm lặn và sau đó được bao bằng muối vô cơ.

Hệ thống chất hoạt động bề mặt có khả năng dung nạp canxi

Trong một khía cạnh khác, các hệ thống chất hoạt động bề mặt được sử dụng là dung nạp canxi và đây là một khía cạnh được ưu tiên bởi vì điều này làm giảm sự cần thiết đối với chất làm mềm nước.

Hỗn hợp các chất hoạt động bề mặt mà không yêu cầu chất làm mềm nước phải có mặt để tẩy giặt hiệu quả trong nước cứng được ưa thích. Hỗn hợp này được gọi là hỗn hợp chất hoạt động bề mặt dung nạp canxi nếu chúng vượt qua các kiểm tra quy định sau đây. Tuy nhiên, sáng chế cũng có thể được sử dụng để rửa với nước mềm tự nhiên hoặc nước mềm thu được bằng một chất làm mềm nước. Trong trường hợp này, khả năng dung nạp canxi không quan trọng nữa và hỗn hợp khác với hỗn hợp dung nạp canxi có thể được sử dụng.

Độ dung nạp canxi của hỗn hợp chất hoạt động bề mặt được thử nghiệm như sau:

Hỗn hợp chất hoạt động bề mặt thử nghiệm được điều chế ở nồng độ 0,7g chất hoạt động bề mặt rắn cho mỗi lít nước chứa các ion canxi đủ để cung cấp độ cứng theo tiêu chuẩn Pháp 40 (4×10^{-3} mol Ca^{2+}). Các chất điện phân cứng

chứa ion tự do khác như natri clorua, natri sulfat, natri hydroxit được thêm vào dung dịch để điều chỉnh cường độ ion đến 0,05M và độ pH đến 10. Hấp thụ ánh sáng bước sóng 540 nm đến 4 mm của mẫu được đo 15 phút sau khi điều chế mẫu. Mười giá trị đo được thực hiện và giá trị trung bình đã được tính toán. Mẫu mà cung cấp giá trị hấp thụ ít hơn 0,08 được coi là dung nạp canxi.

Ví dụ về hỗn hợp chất hoạt động bề mặt đáp ứng thử nghiệm trên cho khả năng dung nạp canxi bao gồm hỗn hợp có một phần chính là chất hoạt động bề mặt LAS (mà bản thân nó không phải là chất dung nạp canxi) trộn với một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt khác (đồng chất hoạt động bề mặt) là chất dung nạp canxi để cung cấp một hỗn hợp đủ dung nạp canxi để có thể sử dụng với ít hoặc không có chất nền và để vượt qua các thử nghiệm được đưa ra. Chất đồng hoạt động bề mặt dung nạp canxi thích hợp bao gồm SLES 1-7EO, và chất hoạt động bề mặt không ion alkyl etoxylat, đặc biệt là với những chất có điểm nóng chảy thấp hơn 40°C.

Hỗn hợp chất hoạt động bề mặt có cấu hình bột cao hơn hỗn hợp chất hoạt động bề mặt không ion LAS và do đó được ưu tiên cho các chế phẩm rửa tay mà đòi hỏi mức độ cao của bột. SLES có thể được sử dụng với lượng lên tới 30% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp chất hoạt động bề mặt.

Muối vô cơ tan trong nước

Muối vô cơ tan trong nước được chọn từ natri cacbonat, natri clorua, natri sulfat và natri silicat, hoặc hỗn hợp của chúng, tốt nhất là từ 70 đến 100% trọng lượng natri cacbonat trên tổng số muối vô cơ tan trong nước. Muối vô cơ tan trong nước có mặt như là một lớp bao trên hạt. Muối vô cơ tan trong nước tốt nhất là có mặt với lượng mà làm giảm độ dính của hạt tẩy giặt đến mức độ mà các hạt chảy tự do.

Nó sẽ được đánh giá cao bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực rằng khi lớp bao có nhiều lớp, nguyên liệu bao giống nhau hoặc khác nhau, có thể được áp dụng để tối đa hóa độ dày của lớp bao, lớp bao đơn được ưu tiên do

điều chế đơn giản. Lượng lớp bao nằm trong khoảng từ 1 đến 40% trọng lượng, tốt nhất là từ 20 đến 40% trọng lượng, tốt hơn là 25 đến 35% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng hạt, cho kết quả tốt nhất về tính chất chống vón cục của các hạt tẩy giặt.

Lớp bao tốt nhất là được áp dụng lên bề mặt của lõi chất hoạt động bề mặt, bằng cách lắng đọng từ dung dịch nước của muối vô cơ hòa tan trong nước. Phương pháp bao thay thế có thể được thực hiện bằng cách sử dụng huyền phù đặc. Dung dịch nước tốt hơn là chứa hơn 50g/L, tốt hơn là 200g/L muối. Phương pháp phun dung dịch bao trong tầng sôi đã được thấy cho kết quả tốt và cũng có thể làm tròn nhẹ các hạt tẩy giặt trong quy trình tạo tầng sôi. Sấy khô và/hoặc làm mát có thể là cần thiết để kết thúc quy trình.

Hạt tẩy giặt được bao dung nạp canxi ưu tiên chứa từ 15 đến 100% trọng lượng chất hoạt động bề mặt anion, trong đó có 20 đến 30% trọng lượng là natri lauryl ete sulfat, tính trên tổng trọng lượng chất hoạt động bề mặt.

Thuốc nhuộm

Thuốc nhuộm được mô tả trong “Industrial Dyes” xuất bản bởi K.Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

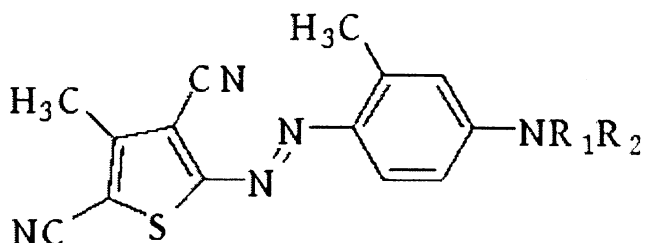
Thuốc nhuộm sử dụng trong các sáng chế này được chọn từ thuốc nhuộm anion và thuốc nhuộm không ion. Thuốc nhuộm anion mang điện tích âm trong môi trường nước ở pH 7. Ví dụ thuốc nhuộm anion được tìm thấy trong các phân loại thuốc nhuộm axit và thuốc nhuộm trực tiếp trong Color Index (Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists). Thuốc nhuộm anion tốt hơn là chứa ít nhất một nhóm sulfonat hoặc nhóm cacboxylat. Thuốc nhuộm không ion không tích điện trong môi trường nước ở pH 7, ví dụ được tìm thấy trong phân loại thuốc nhuộm phân tán trong Color Index.

Thuốc nhuộm có thể được alkoxylat hóa. Thuốc nhuộm alkoxylat hóa tốt nhất là có dạng công thức chung sau: Thuốc nhuộm- NR_1R_2 . Nhóm NR_1R_2 được

gắn vào một vòng thơm của thuốc nhuộm. R_1 và R_2 độc lập được chọn từ chuỗi polyoxyalkylen có 2 hoặc nhiều hơn các đơn vị lặp đi lặp lại và tốt hơn là có 2 đến 20 đơn vị lặp đi lặp lại. Ví dụ của chuỗi polyoxyalkylen bao gồm oxit etylen, oxit propylen, oxit glyxidol, oxit butylen và hỗn hợp của chúng.

Chuỗi polyoxyalkylen được ưa thích là $[(CH_2CR_3HO)_x(CH_2CR_4HO)_yR_5]$ trong đó $x + y \leq 5$ trong đó $y \geq 1$ và $z = 0$ đến 5; R_3 được chọn từ: H, CH_3 , $CH_2O(CH_2CH_2O)_zH$ và hỗn hợp của chúng; R_4 được chọn từ: H, $CH_2O(CH_2CH_2O)_zH$ và hỗn hợp của chúng; và R_5 được chọn từ: H và CH_3 .

Thuốc nhuộm alkoxyrat hóa được ưu tiên để sử dụng trong sáng chế là:



Tốt hơn là, thuốc nhuộm được chọn từ thuốc nhuộm axit, thuốc nhuộm phân tán và thuốc nhuộm alkoxyrat.

Tốt nhất là, thuốc nhuộm là thuốc nhuộm không ion.

Tốt hơn là, thuốc nhuộm được chọn từ những chất có: màu anthraquinon, mono-azo, bis-azo, xanten, phthaloxyanin và phenazin. Tốt hơn nữa là, thuốc nhuộm được chọn từ những chất có: màu anthraquinon và mono-azo.

Thuốc nhuộm được bổ sung vào huyền phù đặc bao và được khuấy trước khi áp dụng lên lõi của hạt. Phương pháp áp dụng có thể là phương pháp thích hợp bất kỳ, tốt nhất là phương pháp phun lên lõi hạt như chi tiết ở trên.

Thuốc nhuộm có thể có màu bất kỳ, tốt hơn là thuốc nhuộm xanh, tím, xanh lá cây hoặc đỏ. Tốt nhất là thuốc nhuộm xanh hoặc tím.

Tốt hơn thuốc nhuộm được chọn từ: xanh axit 80, xanh axit 62, tím axit 43, xanh lá cây axit 25, xanh trực tiếp 86, xanh axit 59, xanh axit 98, tím trực tiếp 9, tím trực tiếp 99, tím trực tiếp 35, tím trực tiếp 51, tím axit 50, vàng axit 3, đỏ axit 94, đỏ axit 51, đỏ axit 95, đỏ axit 92, đỏ axit 98, đỏ axit 87, vàng axit 73, đỏ axit 50, tím axit 9, đỏ axit 52, đen thực phẩm 1, đen thực phẩm 2, đỏ axit 163, đen axit 1, da cam axit 24, vàng axit 23, vàng axit 40, vàng axit 11, đỏ axit 180, đỏ axit 155, đỏ axit 1, đỏ axit 33, đỏ axit 41, đỏ axit 19, da cam axit 10, đỏ axit 27, đỏ axit 26, da cam axit 20, da cam axit 6, phthaloxyanin Al và Zn sulfonat hoá, tím dung môi 13, tím phân tán 26, tím phân tán 28, xanh lá cây dung môi 3, xanh dung môi 63, xanh phân tán 56, tím phân tán 27, vàng dung môi 33, xanh phân tán 79:1.

Thuốc nhuộm tốt hơn là thuốc nhuộm bóng để đem lại cảm nhận về độ trắng cho vải giặt, tốt hơn là tím axit 50, tím dung môi 13, tím phân tán 27, tím phân tán 28, thiophen alkoxylation, hoặc phenazin cation như được mô tả trong WO 2009/141172 và WO 2009/141173. Khi thuốc nhuộm bóng có mặt, tốt hơn là một loại thuốc nhuộm xanh lá cây khác có mặt để thay đổi màu sắc của hạt từ màu tím sang màu xanh-xanh lá cây.

Thuốc nhuộm có thể được liên kết cộng hóa trị với các polyme.

Tổ hợp của thuốc nhuộm có thể được sử dụng.

Hạt tẩy giặt được bao

Tốt hơn, trong một gói chế phẩm tẩy giặt chứa từ 10 đến 100% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 50 đến 100% trọng lượng, thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 80 đến 100% trọng lượng, tốt nhất là từ 90 đến 100% trọng lượng các hạt tẩy giặt được bao.

Gói chế phẩm là gói sản phẩm thương mại để bán cho công chúng và tốt hơn là gói 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 sao cho 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%, tốt hơn là 10% từ hạt tẩy giặt được bao lớn nhất đến nhỏ nhất.

Lượng nước

Hạt tốt hơn là chứa từ 0 đến 15% trọng lượng nước, tốt hơn là từ 0 đến 10% trọng lượng, tốt nhất là từ 1 đến 5 % trọng lượng nước, ở 20°C (293K) và độ ẩm tương đối 50%. Điều này tạo điều kiện cho sự ổn định lưu trữ của hạt và các đặc tính cơ học của nó.

Các phụ gia khác

Các phụ gia khác như được mô tả dưới đây có thể có mặt trong lớp bao hoặc lõi. Chúng 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 cung cấp 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 huỳnh quang được sử dụng trong chế phẩm thường là từ 0,005 đến 2% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,01 đến 0,1% trọng lượng. Chất huỳnh quang thích hợp để sử dụng trong sáng chế được mô tả trong chương 7 của Industrial Pigments xuất bản bởi K.Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

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

Các phân loại được ưu tiên của chất huỳnh quang là: hợp chất di-styryl biphenyl, ví dụ như Tinopal (Trade Mark) CBS-X, hợp chất axit di-amin stilben di-sulfonic, ví dụ như Tinopal DMS pure Xtra and Blankophor (Trade Mark)

HRH, và hợp chất pyrazolin, ví dụ như Blankophor SN. Chất huỳnh quang ưu tiên là: natri 2(4-styryl-3-sulfophenyl)-2H-naphtol[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-sulfoslyryl)biphenyl.

Tinopal ® DMS là muối dinatri của dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morpholino-1,3,5-triazin-2-yl)]amin}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 khoảng từ 0,001 đến 3% trọng lượng, tốt nhất là 0,1 đến 1% trọng lượng. Nhiều ví dụ thích hợp của hương liệu được cung cấp trong các CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association), 1992 International Buyer Guide, xuất bản bởi CFTA Publications và OPD 1993 Chemicals Buyers Directory 80th Annual Edition, xuất bản bởi Schnell Publishing, Co.

Việc có nhiều các thành phần hương liệu 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 bảy hoặc nhiều hơn thành phần hương liệu khác nhau.

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

Hương liệu dùng để phân rã thuốc nhuộm để làm cho thuốc nhuộm dễ nhìn thấy được hơn.

Các hạt tẩy giặt được bao tốt hơn là không chứa chất tẩy peroxygen, ví dụ như, natri percarbonat, natri perborat, và peraxit.

Polyme

Chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều polyme. Ví dụ như carboxymethylxenluloza, poly(etylen glycol), poly(vinyl alcohol), các hợp chất imin polyetylen, polyetylen imin được etoxylat hóa, polyme polyeste 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 của sáng chế.

Tốt hơn là mức độ của mỗi enzyme 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 mananaza, hoặc hỗn hợp của chúng.

Các lipaza phù hợp bao gồm các lipaza có nguồn gốc vi khuẩn hay nấm. Các 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 EP 258 068 và EP 305 216 hoặc từ *H. insolens* như mô tả trong WO 96/13580, lipaza từ *Pseudomonas*, ví dụ như từ *P. Alcaligenes* hoặc *P. pseudoalcaligenes* (EP 218 272), *P. cepacia* (EP 331 376), *P. stutzeri* (GB 1.372.034), *P. fluorescens*, *Pseudomonas* SD 705 (WO 95/06.720 và WO 96/27002), *P. wisconsinensis* (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* (JP 64/744992) hoặc *B. pumilus* (WO 91/16422).

Các ví dụ khác là biến thể lipaza như được mô tả trong WO 92/05249, WO 94/01541, EP 407 225, EP 260 105, WO 95/35381, WO 96/00292, WO

95/30744, WO 94/25578, WO 95/14783, WO 95/22615, WO 97/04079 và WO 97/07202, WO 00/60063, WO 09/107091 và WO09/111258.

Các enzym lipaza 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 3.1.132. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ phospholipaza là một enzym có hoạt tính đối với các phospholipit.

Các phospholipit, chẳng hạn như lecithin hoặc phosphatidylcholin, bao gồm glycerol được este hóa với hai axit béo ở 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, đối với nó, có thể được este hóa với rượu amin. Các phospholipaza là các enzym tham gia vào quá trình thủy phân của các phospholipit. Một số loại hoạt tính của 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 thành lysophospholipit. Phospholipaza C và phospholipaza D (các phosphodiesteraza) tách ra thành glycerol diaxyl hoặc axit phosphatidic tương ứng.

Protease phù hợp bao gồm các proteaza có nguồn gốc động vật, thực vật hoặc vi sinh vật. Nguồn gốc vi sinh vật được ưu tiên. Các đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein được bao gồm. Proteaza có thể là một proteaza serin hoặc một proteaza metallo, tốt hơn là một 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). 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 men.

Các amylaza phù hợp (alpha và/hoặc beta) bao gồm các amylaza có nguồn gốc từ vi khuẩn hay nấm. Các đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein cũng được bao gồm. Amylaza bao gồm, ví dụ, alpha-amylaza thu được từ *Bacillus*, ví dụ như một chủng đặc biệt của *B. licheniformis*, đã mô tả chi tiết hơn trong GB 1296839, hoặc các chủng loài *Bacillus* được bộc lộ trong WO 95/026397 hoặc WO 00/060060. 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. Các đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein cũng được bao gồm. Xenlulaza thích hợp bao gồm các xenlulaza từ giống *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, ví dụ như các loại xenlulaza nấm được sản xuất từ *Humicola insolens*, *Thielavia terrestris*, *Myceliophthora thermophila*, và *Fusarium oxysporum* được bộc lộ trong US 4.435.307, US 5.648.263, 5.691.178 US, US 5.776.757, WO 89/09.259, WO 96/029.397, và WO 98/012.307. 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. Các đột biến do biến đổi hóa học hoặc công nghệ protein được bao gồm. Các ví dụ về peroxidaza hữu ích bao gồm các peroxidaza từ *Coprinus*, ví dụ như từ *C. cinereus*, và các biến thể của nó như

được mô tả trong WO 93/24618, WO 95/10602 và WO 98/15257. Các peroxidaza có sẵn trên thị trường bao gồm Guardzyme™ và Novozym™ 51.004 (Novozymes A/S).

Enzym khác phù hợp để sử dụng được bộc lộ trong WO2009/087524, WO2009/090576, WO2009/148983 và WO2008/007318.

Chất ổn định enzym

Bất kỳ enzym 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 boronic phenyl như axit 4-formylphenyl boronic, và chế phẩm có thể được tạo ra như mô tả trong ví dụ WO 92/19709 và WO 92/19708.

Khi các 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 mạch thẳng hoặc mạch nhánh, tốt nhất là mạch thẳng.

Các mạo từ bất định "một" 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.

Chất bảo quản có thể có mặt trong 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

LAS là alkyl benzen sulfonat mạch thẳng. PAS là alkyl sulfat bậc một. NI là chất hoạt động bề mặt không ion rượu ethoylat hóa có trung bình 30 đơn vị ethoylat hóa và một chuỗi alkyl C₁₂-C₁₄. Cụ thể, các chất sau đây được sử dụng:

LAS - UFASAN 65 của Unger, PAS - Stepanol CFAS70 của Stepan và NI - Leutensol AO 30 của BASF.

Ví dụ 1: (sản xuất hạt)

Hai hạt tẩy giặt được bao chứa tím axit 50 sao cho:

Hạt 1 chứa tím axit 50 trong lõi (đối chứng)

Hạt 2 chứa tím axit 50 trong lớp bao cacbonat

Các hạt có hình elipsoit dẹt có kích thước sau đây $x = 1,1$ mm, $y = 4,0$ mm, $z = 5,0$ mm.

Mỗi hạt nặng $\sim 0,013$ g.

Hạt 1 xuất hiện màu tím bằng mắt thường, hạt 2 xuất hiện màu trắng bằng mắt thường.

Điều chế lõi của hạt 1

1962,5g hỗn hợp chất hoạt động bề mặt đã xay mịn và sấy khô (tỷ lệ trọng lượng LAS/PAS/NI là 68/17/15) được trộn đều với 37,38g dầu thơm và 0,124g thuốc nhuộm tím axit 50. Hỗn hợp sau đó được ép đùn bằng thiết bị đùn hai vít ThermoFisher 24HC, hoạt động với tốc độ 8kg/giờ. Nhiệt độ đầu vào của thiết bị đùn đã được thiết lập là 20°C, sau đó tăng dần đến 40°C ngay trước tấm chặn (đầu ra). Tấm chặn khoan 6 lỗ tròn với đường kính 5 mm.

Sản phẩm ép đùn đã được cắt sau tấm chặn bằng máy cắt tốc độ cao thiết lập để sản xuất hạt với độ dày là $\sim 1,1$ mm.

Lớp bao của hạt 1

764g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tăng sôi của phòng thí nghiệm Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) và được bao bằng phương pháp phun 1069g dung dịch chứa 320,7g natri cacbonat trong 748,3g nước, bằng cách sử dụng cấu hình phun đầu.

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

Thiết bị bao tăng sôi được vận hành ở nhiệt độ không khí đầu vào ban đầu là 55°C và tăng lên đến 90°C trong quá trình bao trong khi vẫn duy trì nhiệt độ đầu ra nằm trong khoảng 45 đến 50°C trong suốt quá trình bao.

Điều chế lõi của hạt 2

1962,9g hỗn hợp chất hoạt động bề mặt đã xay mịn và sấy khô (tỷ lệ trọng lượng (LAS/PAS/NI là 68/17/15) được trộn với 37,38g dầu thơm và hỗn hợp được ép đùn bằng thiết bị đùn hai vít ThermoFisher 24HC, hoạt động với tốc độ 8kg/giờ. Nhiệt độ đầu vào của thiết bị đùn đã được thiết lập là 20°C, sau đó tăng dần đến 40°C ngay trước tấm chặn (đầu ra). Tấm chặn khoan 6 lỗ tròn với đường kính 5 mm.

Sản phẩm ép đùn đã được cắt sau tấm chặn bằng máy cắt tốc độ cao thiết lập để sản xuất hạt với độ dày là ~ 1,1 mm.

Lớp bao của hạt 2

715g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tăng sôi của phòng thí nghiệm Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) và được bao bằng phương pháp phun 1000g dung dịch chứa 300g natri cacbonat trong 0,09g tím axit 50 và 669,91g nước, bằng cách sử dụng cấu hình phun đầu.

Dung dịch bao được cung cấp đến vòi phun của Strea 1 thông qua một máy bơm nhu động (Watson-Marlow mô hình 101U/R) với tốc độ ban đầu là 2,7g/phút, tăng lên đến 25g/phút trong quá trình bao.

Thiết bị bao tăng sôi được vận hành ở nhiệt độ không khí đầu vào ban đầu là 60°C và tăng lên đến 75°C trong quá trình bao trong khi vẫn duy trì nhiệt độ đầu ra nằm trong khoảng 47-52°C trong suốt quá trình bao.

Ví dụ 2: (Màu của nước giặt)

2,04g hạt 2 và 2,25g hạt 1 được hòa tan riêng biệt trong 100ml nước khử khoáng. Các dung dịch được ly tâm trong vòng 15 phút với tốc độ 11000 RPM và màu sắc của nước giặt được đo trên máy quang phổ hấp thụ UV-VIS. Cả hai nước giặt đều xuất hiện màu tím bằng mắt thường.

Phổ UV-VIS cho quang phổ của tím axit 50 đối với cả hai dung dịch với độ hấp thụ tối đa tại 570nm. Mật độ quang học được đưa ra trong bảng dưới đây:

	Mật độ quang học (5cm) tại 570nm
Hạt 1: Thuốc nhuộm trong lõi (đối chứng)	0,175
Hạt 2: Thuốc nhuộm trong lớp bao	0,155

Cả hai hạt đều cung cấp hiệu quả tím axit 50 cho dung dịch.

Ví dụ 3: (vết bẩn)

25 hạt mỗi loại được rải đều trên một miếng vải bông trắng với kích thước 20 x 20 cm, miếng vải này đã được ngâm trong 500ml nước khử khoáng sao cho vải ở dưới mặt nước 2cm. Các hạt được để như vậy trong 40 phút sau đó giặt miếng vải, tráng và sấy khô. Số lượng các vết bẩn trên mỗi vải được đếm và % vết bẩn được tính. % vết bẩn là tỷ lệ các hạt làm phát sinh các vết bẩn:

$$\% \text{ vết bẩn} = 100 \times (\text{số vết bẩn}) / (\text{số lượng hạt})$$

Các kết quả được đưa ra trong bảng dưới đây:

	% vết bẩn
Hạt 1: thuốc nhuộm trong lõi (đối chứng)	12
Hạt 2: thuốc nhuộm trong lớp bao	4

Đáng ngạc nhiên là các hạt với thuốc nhuộm trong lớp bao cho thấy vết bản ít nhất.

Ví dụ 4: (sản xuất hạt)

Hai màu của hạt tẩy giặt được tạo ra có chứa thuốc nhuộm tím axit 50 sao cho:

Hạt 3 chứa tím axit 50 trong lõi (đối chứng)

Hạt 4 chứa tím axit 50 trong lớp bao cacbonat

Các hạt có hình elipsoit dẹt với kích thước sau đây: $x = 1,1\text{mm}$, $y = 4,0\text{mm}$, $z = 5,0\text{mm}$.

Các hạt nặng $\sim 0,013\text{g}$ mỗi hạt.

Điều chế lõi của hạt 3 (đối chứng)

2000g hỗn hợp chất hoạt động bề mặt đã xay mịn và sấy khô (tỷ lệ trọng lượng LAS/PAS/NI là 68/17/15) được trộn đều với 0,124g thuốc nhuộm tím axit 50. Hỗn hợp sau đó được ép đùn bằng thiết bị đùn hai vít ThermoFisher 24HC, hoạt động với tốc độ 8kg/giờ. Nhiệt độ đầu vào của thiết bị đùn đã được thiết lập là 20°C, sau đó tăng dần đến 40°C ngay trước tấm chặn (đầu ra). Tấm chặn khoan 6 lỗ tròn với đường kính 5 mm.

Sản phẩm ép đùn đã được cắt sau tấm chặn bằng máy cắt tốc độ cao thiết lập để sản xuất hạt với độ dày là $\sim 1,1\text{ mm}$.

Lớp bao của hạt 3 (đối chứng)

764g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tăng sôi của phòng thí nghiệm Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) và được bao bằng phương pháp phun 1069g dung dịch chứa 320,7g natri cacbonat trong 748,3g nước, bằng cách sử dụng cấu hình phun đầu.

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

Thiết bị bao tăng sôi được vận hành ở nhiệt độ không khí đầu vào ban đầu là 55°C và tăng lên đến 90°C trong quá trình bao trong khi vẫn duy trì nhiệt độ đầu ra nằm trong khoảng 45-50°C trong suốt quá trình bao.

Điều chế lõi của hạt 4

2000g hỗn hợp chất hoạt động bề mặt đã xay mịn và sấy khô (tỷ lệ trọng lượng LAS/PAS/NI là 68/17/15) được ép đùn bằng thiết bị đùn hai vít ThermoFisher 24HC, hoạt động với tốc độ 8kg/giờ. Nhiệt độ đầu vào của thiết bị đùn đã được thiết lập là 20°C, sau đó tăng dần đến 40°C ngay trước tấm chặn (đầu ra). Tấm chặn khoan 6 lỗ tròn với đường kính 5 mm.

Sản phẩm ép đùn đã được cắt sau tấm chặn bằng máy cắt tốc độ cao thiết lập để sản xuất hạt với độ dày là ~ 1,1 mm..

Lớp bao của hạt 4

715g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tăng sôi của phòng thí nghiệm Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) và được bao bằng phương pháp phun 1000g dung dịch chứa 300g natri cacbonat trong 0,09g tím axit 50 và 669,91g nước, bằng cách sử dụng cấu hình phun đầu.

Dung dịch bao được cung cấp đến vòi phun của Strea 1 thông qua một máy bơm nhu động (Watson-Marlow mô hình 101U/R) với tốc độ ban đầu là 2,7g/phút, tăng lên đến 25g/phút trong quá trình bao.

Thiết bị bao tăng sôi được vận hành ở nhiệt độ không khí đầu vào ban đầu là 60°C và tăng lên đến 75°C trong quá trình bao trong khi vẫn duy trì nhiệt độ đầu ra nằm trong khoảng 47-52°C trong suốt quá trình bao.

Ví dụ 5: (Màu của nước giặt)

2,04g hạt 3 và 2,04g hạt 4 được hòa tan riêng biệt trong 100ml nước khử khoáng. Các dung dịch được ly tâm trong vòng 15 phút với tốc độ 11000 RPM và màu sắc của nước giặt được đo trên máy quang phổ hấp thụ UV-VIS. Cả hai nước giặt đều xuất hiện màu tím bằng mắt thường.

Phổ UV-VIS cho quang phổ của tím axit 50 đối với cả hai dung dịch với độ hấp thụ tối đa tại 570nm. Mật độ quang học được đưa ra trong bảng dưới đây:

	Mật độ quang học (5cm) tại 570nm
Hạt 3: Thuốc nhuộm trong lõi (đối chứng)	0,15
Hạt 4: Thuốc nhuộm trong lớp bao	0,18

Cả hai hạt đều cung cấp hiệu quả tím axit 50 cho dung dịch.

Ví dụ 6: (vết bẩn)

25 hạt mỗi loại được rải đều trên một miếng vải bông trắng với kích thước 20 x 20 cm, miếng vải này đã được ngâm trong 500ml nước khử khoáng sao cho vải ở dưới mặt nước 2cm. Các hạt được để như vậy trong 40 phút sau đó giặt miếng vải, tráng và sấy khô. Số lượng các vết bẩn trên mỗi vải được đếm và % vết bẩn được tính. % vết bẩn là tỷ lệ các hạt làm phát sinh các vết bẩn:

$$\% \text{ vết bẩn} = 100 \times (\text{số vết bẩn}) / (\text{số lượng hạt})$$

Các kết quả được đưa ra trong bảng dưới đây:

	% vết bẩn
Hạt 3: thuốc nhuộm trong lõi (đối chứng)	12
Hạt 4: thuốc nhuộm trong lớp bao	0

Đáng ngạc nhiên là các hạt với thuốc nhuộm trong lớp bao cho thấy vết bẩn ít nhất.

Các hạt không chứa hương liệu.

Yêu cầu bảo hộ

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

(i) từ 40 đến 90% trọng lượng chất hoạt động bề mặt được chọn từ: chất hoạt động bề mặt anion, và chất hoạt động bề mặt không ion;

(ii) từ 1 đến 40% trọng lượng muối vô cơ tan trong nước;

(iii) từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng thuốc nhuộm, trong đó thuốc nhuộm được chọn từ: thuốc nhuộm anion và thuốc nhuộm không ion; và

(iv) từ 0 đến 3% trọng lượng hương liệu,

trong đó muối vô cơ và thuốc nhuộm có mặt như là lớp bao trên hạt tẩy giặt và chất hoạt động bề mặt có mặt như là lõi.

2. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 1, trong đó thuốc nhuộm được chọn từ thuốc nhuộm axit, thuốc nhuộm phân tán và thuốc nhuộm alkoxylat.

3. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó thuốc nhuộm được chọn từ những chất có: màu anthraquinon, mono-azo, bis-azo, xanten, phthaloxyanin và phenazin.

4. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 3, trong đó thuốc nhuộm được chọn từ những chất có: màu anthraquinon, và mono-azo.

5. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 1, trong đó thuốc nhuộm được chọn từ thuốc nhuộm không ion.

6. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó muối vô cơ hoạt động như chất làm mềm nước.

7. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 6, trong đó muối vô cơ chứa natri cacbonat.

8. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tổng lượng chất hoạt động bề mặt của hạt tẩy giặt được bao bao gồm từ 15 đến

85% trọng lượng chất hoạt động bề mặt anion và từ 5 đến 75% trọng lượng chất hoạt động bề mặt không ion.

9. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ từ điểm 1 đến điểm 7, trong đó tổng chất hoạt động bề mặt của hạt tẩy giặt được bao chứa từ 15 đến 100% trọng lượng chất hoạt động bề mặt anion trong đó có từ 20 đến 30% trọng lượng là natri lauryl ete sulfat.

10. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt anion được chọn từ alkyl benzen sulfonat, alkyl ete sulfat, và alkyl sulfat.

11. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 10, trong đó chất hoạt động bề mặt anion được chọn từ natri lauryl ete sulfat có 1 đến 3 nhóm etoxy, natri alkyl benzen sulfonat $C_{10}-C_{15}$, và natri alkyl sulfat $C_{12}-C_{18}$.

12. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion là chất hoạt động bề mặt không ion có 10 đến 50 nhóm oxit etylen.

13. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 12, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion là sản phẩm ngưng tụ của rượu béo C_8-C_{18} bậc một hoặc bậc hai mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 20 đến 35 nhóm oxit etylen.

14. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hạt tẩy giặt được bao chứa từ 20 đến 40% trọng lượng muối vô cơ làm mềm nước là lớp bao.

15. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 14, trong đó hạt tẩy giặt được bao chứa từ 25 đến 35% trọng lượng muối vô cơ làm mềm nước là lớp bao.

16. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hạt tẩy giặt được bao chứa từ 0 đến 15% trọng lượng nước.

17. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 16, trong đó hạt tẩy giặt được bao chứa từ 1 đến 5% trọng lượng nước.

18. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm 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.