



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



(21) 1-2013-01081 (22) 01/09/2011
(86) PCT/EP2011/065150 01/09/2011 (87) WO2012/048948A1 19/04/2012
(30) 10187511.0 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).
(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; và (iii) từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng thuốc nhuộm, trong đó thuốc nhuộm được liên kết cộng hóa trị với từ 1 đến 4 nhóm sulfonat; 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.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các hạt tẩy giặt có màu sáng mà cung cấp màu sắc có thể nhận ra khi được bổ sung vào chất lỏng.

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 hầu như không màu nhưng sẽ giải phóng màu thuốc nhuộm trong nước rửa. Sáng chế cũng có thể làm tăng tính bền quang của thuốc nhuộm trong sản phẩm khi lưu giữ.

Tác giả sáng chế cũng nhận thấy rằng có thể đề xuất hạt tẩy giặt được bao để cung cấp màu lúc giặt mà khác với màu sắc nhận thấy, khác màu trắng, của hạt tẩy giặt được bao, về mặt này, màu sắc nhận thấy là do bột màu. Màu sắc nhận thấy của các hạt tẩy giặt được bao tốt nhất là màu trắng nhưng ví dụ hạt tẩy giặt

được bao màu đỏ hoặc màu da cam có thể cung cấp một màu xanh khi giặt. Ngoài ra, hạt tẩy giặt được bao màu đỏ có thể đem lại lợi ích sắc thái màu mà được nhận thấy như là màu trắng bằng cách sử dụng thuốc nhuộm màu xanh hoặc màu tím.

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 nhất 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 tan trong nước; và

(iii) từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng thuốc nhuộm, tốt nhất là từ 0,001 đến 0,01% trọng lượng, trong đó thuốc nhuộm được liên kết cộng hóa trị với từ 1 đến 4 nhóm sulfonat,

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 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 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 lỗ, 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-C_{18} cao hơn, được sản xuất từ mỡ động vật hoặc dầu dừa, natri và

kali alkyl benzen sulfonat C_9-C_{20} , đặc biệt là natri mạch thẳng alkyl bậc hai benzen sulfonat $C_{10}-C_{15}$, 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 các 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 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 lẫn 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 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 0,7 g chất hoạt động bề mặt rắn cho mỗi lít nước chứa các ion canxi đủ để cung cấp độ cứng theo tiêu chuẩn Pháp là 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 thu 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 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 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 200 g/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 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 được mô tả trong “Industrial Dyes” xuất bản bởi K.Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

Thuốc nhuộm thích hợp sử dụng trong sáng chế này là thuốc nhuộm được liên kết cộng hóa trị với từ 1 đến 4 nhóm sulfonat, tốt nhất là từ 1 đến 2 nhóm sulfonat.

Thuốc nhuộm thích hợp có thể được chọn từ thuốc nhuộm axit và trực tiếp được liệt kê trong Color Index (Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists). Tốt hơn, thuốc nhuộm là thuốc nhuộm axit.

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 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, mono-azo, và phenazin. Tốt nhất là thuốc nhuộm được chọn từ những chất có: màu anthraquinon và phenazin.

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.

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 alkoxylat hóa, 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.

Tổ hợp của thuốc nhuộm có thể được sử dụng.

Thuốc nhuộm tốt nhất là có mặt trong lớp bao dưới dạng khối kết tụ. Khối kết tụ là một hạt riêng biệt có chứa 4 hoặc nhiều hơn 4 phân tử thuốc nhuộm. Mỗi khối kết tụ riêng biệt tốt hơn là bao gồm hơn 16 phân tử thuốc nhuộm.

Hạt tẩy giặt được bao

Tốt hơn, hạt tẩy giặt được bao chứa từ 0 đến 10% trọng lượng nước, tốt hơn là từ 1 đến 5% trọng lượng nước ở 20°C (293K) và 50% độ ẩm tương đối.

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, 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.

Đối với các tính chất quang học của hạt tẩy giặt trắng, những tính chất này được cảm nhận là màu trắng nhưng với các thông số sau: $L^* > 70$, a^* và b^* là từ -5 đến +5, tốt nhất là b^* từ -1 đến +5, tốt hơn là a^* từ -2 đến +2.

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. 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-naphthol[1,2-d]trazol, dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N-metyl-N-2-hydroxyetyl)amino-1,3,5-triazin-2-yl)]amino}stilben-2-2'disulfonat, dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morpholino-1,3,5-triazin-2-yl)]amino}stilben-2-2'disulfonat, và dinatri 4,4'-bis(2-sulfostyryl)biphenyl.

Tinopal ® DMS là muối dinatri của dinatri 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morpholino-1,3,5-triazin-2-yl)]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 Buyers 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 Cosmetic Chemists 6 (2): 80 [1955]). Các hương đầu được ưu tiên lựa chọn từ các dầu cam quýt, linalol, linalyl axetat, oải hương, dihydromyrcenol, oxit hoa hồng và cis-3-hexanol.

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

Bột màu

Hạt tẩy giặt được bao có thể chứa một hoặc nhiều bột màu hữu cơ hoặc vô cơ, để cung cấp màu. Màu tốt nhất là khác thuốc nhuộm, như vậy khi hòa tan,

dung dịch lỏng có màu khác với hạt tẩy giặt được bao. Ví dụ, hạt tẩy giặt được bao được tạo màu đỏ bằng bột màu và chứa thuốc nhuộm xanh, để cho ra một dung dịch lỏng xanh. Các bột màu vô cơ thích hợp được mô tả trong Industrial Inorganic Pigments được biên tập bởi G. Buxbaum và G. Pfaff (tái bản lần 3 Wiley-VCH 2005). Bột màu hữu cơ phù hợp được mô tả trong Industrial Organic Pigments biên tập bởi W. Herbst và K. Hunger (tái bản lần 3 Wiley-VCH 2004). Bột màu được liệt kê trong The Colour Index International© Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists 2002.

Bột màu là các hạt có màu, tốt nhất chúng có kích thước hạt chính là 0,02 đến 10 μ m, trong đó kích thước là chiều dài lớn nhất của hạt chính. Kích thước hạt chính được đo bằng cách quét kính hiển vi điện tử. Tốt nhất là các bột màu hữu cơ có kích thước hạt chính nằm trong khoảng giữa 0,02 và 0,2 μ m.

Bột màu hữu cơ được chọn từ bột màu monoazo, bột màu beta-naphtol, bột màu naphtol AS, bột màu benzimidazon, bột màu phức kim loại, bột màu isoindolinon và bột màu isoindolin, bột màu phthaloxyanin, bột màu quinacridon, bột màu perylen và perinon, bột màu diketopyrrolo-pyrrol, bột màu thioindigo, bột màu anthraquinon, bột màu anthrapyrimidin, bột màu flavanthron, bột màu anthanthron, bột màu và bột màu dioxazin quinophthalon.

Bột màu được ưu tiên là bột màu xanh lá cây 8, bột màu vàng 1, bột màu vàng 3, bột màu da cam 1, bột màu đỏ 4, bột màu đỏ 3, bột màu đỏ 22, bột màu đỏ 112, bột màu đỏ 7, bột màu nâu 1, bột màu đỏ 5, bột màu đỏ 68, bột màu đỏ 51, bột màu 53, bột màu đỏ 53:1, bột màu đỏ 49, bột màu đỏ 49:1, bột màu đỏ 49:2, bột màu đỏ 49:3, bột màu đỏ 64:1, bột màu đỏ 57, bột màu đỏ 57:1, bột màu đỏ 48, bột màu đỏ 63:1, bột màu vàng 16, bột màu vàng 12, bột màu vàng 13, bột màu vàng 83, bột màu da cam 13, bột màu tím 23, bột màu đỏ 83, bột màu xanh 60, bột màu xanh 64, bột màu da cam 43, bột màu xanh 66, bột màu xanh 63, bột màu tím 36, bột màu tím 19, bột màu đỏ 122, bột màu xanh 16, bột màu xanh 15, bột màu xanh 15:01, bột màu xanh 15:02, bột màu xanh 15:3, bột màu xanh 15:04, bột màu xanh 15:06, bột màu xanh 7, bột màu xanh 36, bột

màu xanh 29, bột màu xanh 24, bột màu đỏ 101:1, bột màu xanh 17, bột màu xanh 18, bột màu xanh 14, bột màu nâu 6, bột màu xanh 27 và bột màu tím 16.

Lượng bột màu tốt hơn là từ 0,001 đến 0.1% trọng lượng.

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 3.1.1.32. 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.

Proteaza 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 triplexin. 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 mao 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 $x = 1,1 \text{ mm}$, $y = 4,0 \text{ mm}$, $z = 5,0 \text{ mm}$.

Mỗi hạt nặng $\sim 0,013\text{g}$.

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 thom 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 $\sim 1,1 \text{ mm}$.

Lớp bao của hạt 1

764g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tầng 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/min, tăng lên đến 9,1g/min trong quá trình bao.

Thiết bị bao tầng 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 $45\text{-}50^{\circ}\text{C}$ 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 thom 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 tầng 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/min, tăng lên đến 25g/min trong quá trình bao.

Thiết bị bao tầng 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 hạt tẩy giặt được bao)

Màu sắc của các hạt của ví dụ 1 được đo bằng máy đo phản xạ (loại trừ UV) và được thể hiện bằng giá trị CIE $L^*a^*b^*$. Các kết quả được hiển thị dưới đây:

	L^*	a^*	b^*
Hạt 1: Thuốc nhuộm trong lõi (đối chứng)	76,2	2,9	-7,9
Hạt 2: Thuốc nhuộm trong lớp bao	85,8	6,5	4,4
L^* là độ sáng, vật đo càng có màu thì giá trị L^* càng thấp			

a* là trục đỏ-xanh lá cây với các giá trị +ve là màu đỏ và -ve là màu xanh lá cây

b* là trục vàng-xanh với các giá trị +ve là màu vàng và -ve là màu xanh

Hạt 1 rõ ràng là màu tím với giá trị b* âm.

Hạt 2 là màu trắng hơi vàng. Độ vàng đến từ màu hơi vàng của chất hoạt động bề mặt.

Ví dụ 3: (Thuốc nhuộm trong lớp bao - chế phẩm thứ 2 bao gồm polyme và các thành phần phụ khác trong lõi)

Điều chế lõi của hạt 3

1000g 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 35g muối tetra natri của axit 1-hydroxyetyliden-1,1-diphosphonic (Dequest 2016D của thermPhos), 50g polyme (Texcare SRA 300 F của Clariant) và 140g axit xitric khan dạng hạt (kích thước hạt 250 - 710 micron). 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 ~ 1,1 mm.

Lớp bao của hạt 3

750g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tầng sôi của phòng thí nghiệm Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) và được bao bằng phương pháp phun 1050g dung dịch chứa 315g natri cacbonat trong 0,095g tím axit 50 và 734,91g 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 4,7g/min, tăng lên đến 30g/min 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 72°C trong quá trình bao trong khi vẫn duy trì nhiệt độ đầu ra nằm trong khoảng 47-49°C trong suốt quá trình bao.

Hạt 3 xuất hiện màu trắng bằng mắt thường.

Màu sắc của các hạt của ví dụ 3 được đo bằng máy đo phản xạ (loại trừ UV) và được thể hiện bằng giá trị CIE $L^*a^*b^*$. Các kết quả được hiển thị dưới đây:

	L^*	a^*	b^*
Hạt 3	90,15	-0,18	3,39

Ví dụ 4: (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 5: (vết bản)

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 bản trên mỗi vải được đếm và % vết bản được tính. % vết bản là tỷ lệ các hạt làm phát sinh các vết bản:

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

Các kết quả được đưa ra trong bảng dưới đây:

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

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

Ví dụ 6: (sản xuất hạt)

Ba màu của hạt tẩy giặt được tạo ra có chứa thuốc nhuộm mono sulfonat hóa xanh axit 80 sao cho:

Hạt 3 chứa xanh axit 80 trong lõi (đối chứng) mà không có hương thơm

Hạt 4 chứa xanh axit 80 trong lớp bao cacbonat

Hạt 5 chứa xanh axit 80 trong lớp bao cacbonat mà không có hương thơm

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)

2000 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 xanh axit 80. 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 ~ 1,1 mm.

Lớp bao của hạt 3

764g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tầng 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/min, tăng lên đến 9,1g/min trong quá trình bao.

Thiết bị bao tầng 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

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 4

715g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tăng sôi của thiết bị sấy tầng 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 xanh axit 80 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/min, tăng lên đến 25g/min trong quá trình bao.

Thiết bị bao tầng 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.

Điều chế lõi của hạt 5

2000 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 5

715g sản phẩm đùn trên được đưa vào buồng tầng sôi của thiết bị sấy tầng 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 xanh axit 80 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/min, tăng lên đến 25g/min trong quá trình bao.

Thiết bị bao tầng 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 7: (Màu hạt tẩy giặt được bao)

Màu sắc của các hạt của ví dụ 1 được đo bằng máy đo phản xạ (loại trừ UV) và được thể hiện bằng giá trị CIE L*a*b*. Các kết quả được hiển thị dưới đây:

	L*	a*	b*
Hạt 3: Thuốc nhuộm trong lõi (Đối chứng)	87,8	-4,9	-2,1
Hạt 4: Thuốc nhuộm trong lớp bao với hương thơm	91,0	-1,6	2,9
Hạt 5: Thuốc nhuộm trong lớp bao	90,4	-1,8	3,3
L* là độ sáng, vật đo càng có màu thì giá trị L* càng thấp a* là trục đỏ-xanh lá cây với các giá trị +ve là màu đỏ và -ve là màu xanh lá cây b* là trục vàng-xanh với các giá trị +ve là màu vàng và -ve là màu xanh			

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 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; và

(iii) từ 0,0001 đến 0,1% trọng lượng thuốc nhuộm, trong đó thuốc nhuộm được liên kết cộng hóa trị với từ 1 đến 4 nhóm sulfonat,

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 là thuốc nhuộm axit.

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, mono-azo, và phenazin.

5. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 1, trong đó màu 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.

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 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.

10. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 9, 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} .

11. 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.

12. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 11, 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.

13. 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.

14. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 13, trong đó hạt tẩy giặt được bao chứa từ 25 đến 35% trọng lượng muối vô cơ làm mềm nước là lớp bao.

15. 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.

16. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 15, trong đó hạt tẩy giặt được bao chứa từ 1 đến 5% trọng lượng nước.

17. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lượng hạt tẩy giặt được bao chiếm từ 10 đến 100% trọng lượng của chế phẩm tẩy giặt trong một gói.

18. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 17, trong đó lượng hạt tẩy giặt được bao chiếm từ 50 đến 100% trọng lượng của chế phẩm tẩy giặt trong một gói.

19. Hạt tẩy giặt được bao theo điểm 18, trong đó lượng hạt tẩy giặt được bao chiếm từ 80 đến 100% trọng lượng của chế phẩm tẩy giặt trong một gói.