



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

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

(11)



1-0025176

(51)⁷ **B65D 75/00**; B65D 75/52; C11D 3/40; (13) **B**
C11D 17/00; C11D 3/02; B65D 1/02;
B65D 75/58

(21) 1-2013-01153

(22) 07/09/2011

(86) PCT/EP2011/065454 07/09/2011

(87) WO2012/048956A1 19/04/2012

(30) 10187508.6 14/10/2010 EP

(45) 25/08/2020 389

(43) 25/12/2013 309A

(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) CHẾ PHẨM TẨY GIẶT DẠNG HẠT ĐƯỢC BAO GÓI

(57) Chế phẩm tẩy giặt dạng hạt được bao gói chứa trong một bao bì, bao bì chứa ít nhất một phần trong suốt và chế phẩm này chứa hơn 50% trọng lượng chất tẩy rửa bề mặt và ít nhất 70% số lượng các hạt chứa: (i) lõi, chứa chủ yếu là chất hoạt động bề mặt và từ 0,0001 đến 0,1% thuốc nhuộm màu, tốt hơn là 0,001 đến 0,01% thuốc nhuộm màu, trong đó thuốc nhuộm màu được chọn từ các thuốc nhuộm màu anion và thuốc nhuộm màu không ion, và (ii) lớp phủ, chứa muối vô cơ tan trong nước, các hạt về cơ bản là có hình dạng và kích thước như nhau.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế này đề cập đến chế phẩm tẩy giặt dạng hạt được bao gói có hình thức hấp dẫn. Đặc biệt sáng chế đề cập đến sản phẩm được sử dụng ở liều lượng thấp, ví dụ một liều ít hơn 40g cho mỗi lần giặt. Đặc biệt, sáng chế đề cập đến các chế phẩm hạt tẩy giặt cô đặc được hình thành bởi sự ép đùn và lớp phủ, đặc biệt là đối với những hạt được hình thành bằng cách ép đùn hỗn hợp chất hoạt động bề mặt khô, việc cắt các chất ép đùn thành các hạt có đường kính ít nhất là gấp đôi độ dày của chúng và lớp phủ các hạt được hình thành bằng cách phun dung dịch muối vô cơ trong thiết bị sấy tầng sôi và sấy khô để tạo thành một lớp vỏ cứng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chế phẩm đặc hoặc cô đặc cung cấp ưu điểm là giảm kích thước bao bì do đó có lợi cho môi trường. Tuy nhiên, ấn tượng của bao bì khi đặt tại các quầy bán hàng của các cửa hàng bán lẻ, ví dụ như trên các kệ san sát trong siêu thị, có thể giảm đi do kích thước nhỏ của sản phẩm. Sức lôi cuốn thị giác có thể được cải thiện bằng cách mở rộng bao bì, nhưng lại phản tác dụng nếu xét từ quan điểm bảo vệ môi trường.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Một mục đích của sáng chế là cung cấp chế phẩm tẩy giặt dạng hạt được bao gói có hình thức hấp dẫn nhưng vẫn đảm bảo việc lưu trữ ổn định như các tiêu chí về các đặc tính thị giác được quan tâm hiện nay.

Theo đó, sáng chế cung cấp chế phẩm hạt tẩy giặt được bao gói trong bao bì, bao bì chứa ít nhất một phần trong suốt và chế phẩm chứa hơn 50% trọng lượng chất tẩy rửa bề mặt và ít nhất 70% số lượng các hạt chứa:

(i) lõi, chứa chủ yếu là chất hoạt động bề mặt và từ 0,0001 đến 0,1% thuốc nhuộm màu, tốt hơn là 0,001 đến 0,01% thuốc nhuộm màu, trong đó thuốc

nhuộm màu được chọn từ thuốc nhuộm màu anion và thuốc nhuộm màu không ion; và

(ii) lớp phủ, chứa muối vô cơ tan trong nước, các hạt về căn bản là có hình dạng và kích thước như nhau.

Với sự sắp xếp trên, các hạt sản phẩm có màu nhưng màu nhuộm, thuốc nhuộm màu, có tính bền quang học hơn so với ánh sáng thông thường, và có thể được lưu trữ trong bao bì trong suốt, qua đó cải thiện sự ổn định của tính năng nổi bật trên ngăn kệ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Bao bì trong suốt

Liên quan đến bao bì đóng gói, "trong suốt" có nghĩa là hệ số truyền ánh sáng của nó hơn 25% ở chiều dài bước sóng khoảng 410-800 nm.

Lớp trong suốt của bao bì theo sáng chế tốt hơn là có hệ số truyền hơn 25%, tốt hơn nữa là hơn 30%, tốt hơn nữa là hơn 40%, tốt hơn nữa là hơn 50% ở phần nhìn thấy được của quang phổ (khoảng 410-800 nm).

Ngoài ra, khả năng hấp thụ của lớp trong suốt có thể đo được dưới 0,6 (tương đương với khoảng 25% hệ số truyền) hoặc có hệ số truyền hơn 25% trong đó % hệ số truyền bằng:

$$\frac{1 \times 100\%}{10^{\text{khả năng hấp thụ}}}$$

Ngoài ra, khả năng hấp thụ của lớp không trong suốt có thể đo được là lớn 0,6. Đối với mục đích của sáng chế, miễn là chiều dài một bước sóng trong dải ánh sáng thông thường lớn hơn 25% hệ số truyền, bao bì được coi là trong suốt.

Tất cả các tỷ lệ phần trăm, trừ khi có quy định khác, được hiểu là tỷ lệ phần trăm theo trọng lượng.

Nguyên liệu thích hợp cho các lớp bên trong trong suốt của bao bì chứa, nhưng không giới hạn: polypropylen (PP), polyetylen (PE), polycacbonat (PC),

polyamit (PA) và/hoặc polyetylen terephthalat (PETE), polyvinyl clorua (PVC) và polixetiren (PS). Bao bì có thể được hình thành bằng cách ép đùn, đúc với phương pháp đúc thổi từ một phôi hoặc bằng nhiệt hoặc bằng cách ép phun. Ngoài ra, khả năng hấp thụ của chai có thể đo được là dưới 0,6 (tương đương với khoảng 25% hệ số truyền) hoặc hệ số truyền qua lớn hơn 25%, trong đó % truyền qua bằng: $1 \times 100\% / 10^{\text{khả năng hấp thụ}}$ và tương ứng với khả năng hấp thụ cho các cấp độ ưu tiên còn lại ở trên.

Thuốc nhuộm màu

Thuốc nhuộm màu được thêm vào hỗn hợp chất hoạt động bề mặt trong lõi, tốt hơn là thuốc nhuộm màu được hòa tan trong chất hoạt động bề mặt trước khi lõi được hình thành.

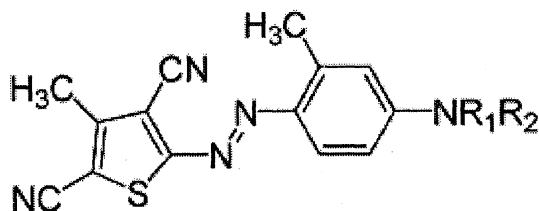
Thuốc nhuộm màu được mô tả trong “Industrial Dyes” xuất bản bởi K. Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

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

Thuốc nhuộm màu có thể được alcoxyl hóa. Thuốc nhuộm màu alcoxyl hóa tốt nhất là có dạng công thức chung sau: Thuốc nhuộm màu-NR₁R₂. Nhóm NR₁R₂ được gắn vào một vòng thơm của thuốc nhuộm màu. R₁ và R₂ 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 etylen oxit, propylen oxit, glyxidol oxit, butylen oxit 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 , $CH_2O(CH_2CH_2O)_2H$ và hỗn hợp của chúng; R_4 được chọn từ: H, $CH_2O(CH_2CH_2O)_2H$ và hỗn hợp của chúng; và R_5 được chọn từ: H và CH_3 .

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



Tốt hơn là thuốc nhuộm màu được chọn từ các thuốc nhuộm màu axit, thuốc nhuộm màu phân tán và thuốc nhuộm màu ancoxylat.

Tốt nhất là thuốc nhuộm màu là loại thuốc nhuộm màu không ion.

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

Thuốc nhuộm màu được bổ sung vào huyền phù đặc bao và được khuấy trước khi phủ lên lõi của hạt. Phương pháp phủ 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 màu có thể có màu bất kỳ, tốt hơn là thuốc nhuộm màu xanh, tím, xanh lá cây hoặc đỏ. Tốt nhất là thuốc nhuộm màu xanh hoặc tím.

Tốt hơn thuốc nhuộm 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, phtaloxyanin 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 màu tốt hơn là thuốc nhuộm màu bóng để đem lại cảm nhận về độ trắng cho vải giặt.

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

Tổ hợp của thuốc nhuộm màu có thể được sử dụng.

Tốt hơn là hạt có các kích thước theo trục vuông góc là x, y và z, trong đó x là từ 0,2 đến 2 mm, y là từ 2,5 đến 8 mm (tốt hơn là 3 đến 8 mm), và z là từ 2,5 đến 8 mm (tốt hơn là 3 đến 8 mm).

Số lượng của lớp phủ trên mỗi hạt được bao thuận lợi là nằm trong khoảng từ 10 đến 45, tốt hơn là 20 đến 35% trọng lượng của các hạt.

Tỷ lệ phần trăm số lượng của chế phẩm được đóng vào bao bì của các hạt chứa lõi và lớp phủ tốt hơn là ít nhất 85%.

Các hạt được bao tốt hơn chứa từ 0,001 đến 3% trọng lượng hương liệu.

Lõi của các hạt được bao tốt hơn là chứa ít hơn 5% trọng lượng, thậm chí còn tốt hơn dưới 2,5% trọng lượng nguyên liệu vô cơ.

Lớp phủ tốt hơn là natri cacbonat, có thể tùy chọn trộn với một lượng nhỏ của SCMC và có thể thêm một tùy chọn nữa là trộn với một hoặc nhiều natri silicat, chất huỳnh quang dạng dung dịch, thuốc nhuộm màu nước, thuốc nhuộm màu bóng và bột màu hoặc thuốc nhuộm màu hòa tan hoặc phân tán trong nước.

Các hạt tốt nhất là có dạng hình cầu dẹt với đường kính từ 3 đến 6 mm và độ dày từ 1 đến 2 mm.

Ít nhất một số, và tốt hơn là phần lớn số lượng của các hạt có thể có màu khác màu trắng, vì điều này có thể làm nổi bật các hạt màu.

Đa sắc, ví dụ như một số màu xanh và trắng, các hạt cũng đã được thấy rằng cho hình ảnh sắc nét thậm chí cao hơn với liều lượng được kiểm soát tối ưu.

Có thể được cung cấp với một tay cầm và/hoặc một thiết bị đo liều lượng, hoặc phễu đo. Các thiết bị đo lường có thể là nắp. Tốt nhất là, nó là một nắp vít để cho sự bảo vệ đáng tin cậy chống lại sự xâm nhập của một lượng lớn nước do nắp được thay thế không chính xác khi sử dụng.

Sản xuất

Chế phẩm có thể được sản xuất theo quy trình được mô tả trong PCT/EP2010/055256 và PCT/EP2010/055257, cụ thể là chứa các bước:

a) tạo thành hỗn hợp chất hoạt động bề mặt dạng lỏng chứa lượng lớn các chất hoạt động bề mặt và lượng nhỏ nước, phần chất hoạt động bề mặt chứa ít nhất 51% trọng lượng alkylbenzen sulfonat mạch thẳng và ít nhất một hợp chất hoạt động bề mặt, hỗn hợp chất hoạt động bề mặt chứa tối đa 20% trọng lượng chất hoạt động bề mặt không ion;

b) sấy khô hỗn hợp chất hoạt động bề mặt lỏng trong bước (a) trong thiết bị bay hơi hoặc thiết bị sấy với độ ẩm ít hơn 1,5% trọng lượng và làm mát đầu ra từ thiết bị bay hơi hoặc thiết bị sấy;

c) nạp các nguyên liệu làm mát, trong đó thành phẩm chứa ít nhất 93% trọng lượng hỗn hợp chất hoạt động bề mặt với phần chính là LAS, tới một máy ép đùn, tùy chọn cùng với ít hơn 10% trọng lượng của các nguyên liệu khác như hương liệu, chất huỳnh quang, và hỗn hợp chất hoạt động bề mặt được ép đùn để tạo thành một nguyên liệu đúc ép khi định kỳ cắt miếng đúc ép thành các hạt tẩy giặt cứng với đường kính qua máy ép đùn hơn 2 mm và chiều dày dọc theo trục của máy ép đùn hơn 0,2 mm, có đường kính hơn so với độ dày;

d) tùy chọn, lớp phủ các hạt tẩy giặt cứng ép đùn lên đến 30% trọng lượng lớp phủ nguyên liệu, tốt hơn là chọn từ nguyên liệu vô cơ và hỗn hợp của nguyên liệu đó và nguyên liệu không chứa ion với điểm nóng chảy trong khoảng 40 đến 90°C.

Để tạo điều kiện thuận lợi trong việc phun, có thể là thuận lợi cho thành phẩm được sấy khô lạnh từ thiết bị bay hơi hoặc giai đoạn sấy khô (b) chứa ít nhất 95% trọng lượng, tốt hơn là 96% trọng lượng, tốt hơn nữa là 97% trọng lượng, tốt nhất là 98% trọng lượng chất hoạt động bề mặt được chuyển đến một máy xay và nghiền hạt nhỏ hơn hơn 1,5 mm, tốt hơn là đường kính trung bình nhỏ hơn 1 mm trước khi nó được đưa đến bước ép đùn (c).

Chất bột hỗ trợ dòng chảy để thay đổi các thuộc tính của nguyên liệu được xay, chẳng hạn như Aerosil®, Alusil®, hoặc Microsil®, với đường kính hạt 0,1 đến 10 có thể được thêm vào máy xay với một lượng từ 0,5 đến 5% trọng lượng, tốt hơn là 0,5 đến 3% trọng lượng (dựa trên thành phẩm từ máy xay) và được trộn vào các hạt trong quy trình xay xát.

Thành phẩm từ bước b, hoặc bước xay trung gian, nếu được sử dụng, được đưa vào máy ép đùn, cùng với lượng nhỏ tùy chọn (ít hơn 10% tổng trọng lượng) các nguyên liệu khác như hương liệu và/hoặc chất huỳnh quang, và hỗn hợp của nguyên liệu được cho vào cho máy ép đùn để tạo thành chất ép ra với đường kính hơn 2 mm, tốt hơn là hơn 3 mm, tốt hơn nữa là hơn 4 mm và tốt hơn là với đường kính ít hơn 7 mm, tốt nhất là nhỏ hơn 5 mm, trong khi định kỳ cắt nguyên liệu đúc ép để tạo nên các hạt tẩy giặt cứng với độ dày tối đa hơn 0,2 mm và ít hơn 3 mm, tốt hơn là nhỏ hơn 2 mm, tốt nhất là nhỏ hơn khoảng 1,5 mm và nhiều hơn khoảng 0,5 mm, thậm chí 0,7 mm. Trong khi nguyên liệu đúc ép được ưu tiên là có mặt cắt ngang hình tròn, sáng chế cũng chứa các mặt cắt ngang khác như mặt cắt ngang hình tam giác, hình chữ nhật và thậm chí phức tạp, chẳng hạn như có hình một bông hoa có "cánh hoa" xoay tròn đối xứng. Thật vậy, sáng chế có thể được vận hành trên bất kỳ nguyên liệu đúc ép có thể bị buộc thông qua một lỗ trong tấm ép đùn hoặc máy ép đùn, quan trọng là độ dày

trung bình của nguyên liệu đúc ép nên được giữ dưới mức mà quy trình giải thể sẽ chậm lại. Như đã nêu trên độ dày ở đây là khoảng 2 mm. Ép đùn nhiều lớp như mong muốn được thực hiện đồng thời và tất cả có thể có cùng một mặt cắt ngang hoặc có thể có mặt cắt ngang khác nhau. Thông thường tất cả sẽ có chiều dài tương tự khi chúng được cắt bằng dao. Dao cắt nên càng mỏng càng tốt để cho việc đùn tốc độ cao và sự biến dạng nhỏ của nguyên liệu đúc ép trong quy trình cắt. Việc ép đùn tốt hơn là nên diễn ra ở nhiệt độ dưới 45°C, tốt hơn là ít hơn 40°C để tránh dính và tạo điều kiện thuận lợi cho việc cắt. Nguyên liệu đúc ép theo quy trình này được cắt để kích thước chính của chúng trên máy ép đùn và kích thước nhỏ dọc theo trục của máy ép đùn. Đây là điều khác hẳn với việc đúc ép bình thường của chất hoạt động bề mặt. Cắt theo cách này làm tăng diện tích bề mặt là một bề mặt "cắt". Nó cũng cho phép hạt ép đùn mở rộng đáng kể theo trục dọc của nó sau khi cắt, trong khi duy trì tỷ lệ tương đối cao của một bề mặt với thể tích, được cho là làm tăng độ hòa tan của nó và cũng có kết quả trong một hai mặt lôi hút, hoặc đậu lăng, xuất hiện. Ở những nơi khác, chúng tôi đề cập đến hình dạng này như là một dạng hình cầu dẹt. Điều này về cơ bản là một vòng quay của hình elip quanh trục nhỏ của nó.

Điều ngạc nhiên là ở các phân lượng nước rất thấp hỗn hợp chất hoạt động bề mặt LAS chứa có thể được đẩy ra để làm cho hạt tẩy giặt đủ rắn để được sử dụng mà không cần phải có bất kỳ cấu trúc bằng các nguyên liệu vô cơ hoặc cấu trúc khác thường được tìm thấy trong tình trạng kỹ thuật hạt tẩy giặt ép đùn trước đó, lượng chất hoạt động bề mặt trong hạt tẩy giặt có thể là cao hơn nhiều và lượng của chất làm mềm nước trong hạt tẩy giặt có thể thấp hơn nhiều.

Tốt hơn là sự pha trộn trong bước (a) chứa ít nhất khoảng 60% trọng lượng, tốt nhất là ít nhất khoảng 70% trọng lượng chất hoạt động bề mặt và tốt hơn là khoảng 40% trọng lượng, tốt nhất là tối đa 30% trọng lượng nước, phần chất hoạt động bề mặt chứa ít nhất 51% trọng lượng muối alkyl benzene sulfonat mạch thẳng (LAS) và ít nhất một hợp chất hoạt động bề mặt;

Tốt hơn là, các hợp chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm chứa: SLES, và không ion, cùng với xà phòng tùy chọn và hỗn hợp của chúng. Điều duy nhất là khi chất hoạt động bề mặt không ion được sử dụng theo các giới hạn trên với lượng chất hoạt động bề mặt không ion được tìm thấy là 20% trọng lượng của tổng lượng chất hoạt động bề mặt để tránh các nguyên liệu khô quá mềm và cố kết để ép đùn bởi vì nó có giá trị độ cứng nhỏ hơn 0,5 MPa.

Tốt hơn là, sự pha trộn chất hoạt động bề mặt khô trong bước (b) với độ ẩm ít hơn 1,2% trọng lượng, tốt hơn là ít hơn 1,1% trọng lượng, và tốt nhất là ít hơn 1% trọng lượng.

Việc sấy khô có thể được thực hiện một cách thích hợp bằng cách sử dụng thiết bị cô đặc bốc hơi kiểu màng hoặc thiết bị sấy ống Chemithon Turbo®.

Hạt tẩy giặt cứng ép đùn có thể được bao bằng cách chuyển chúng vào thiết bị sấy tầng sôi và phun vào chúng tới 40% trọng lượng (dựa trên hạt tẩy giặt được bao) nguyên liệu vô cơ trong dung dịch nước và sấy khô nước.

Nếu nguyên liệu được bao không góp phần vào hiệu suất tẩy giặt của chế phẩm sau đó được mong muốn là mức độ của lớp phủ giữ càng thấp càng tốt, tốt hơn là ít hơn 35% trọng lượng, thậm chí tốt hơn là ít hơn 30% trọng lượng, đặc biệt là đối với các hạt lớn ép đùn với một bề mặt khu vực tỷ lệ trọng lượng hơn 4 mm².

Đáng ngạc nhiên là chúng tôi đã tìm thấy sự xuất hiện của các hạt được bao trong lớp phủ nang là rất hợp lý. Không bị ràng buộc bởi lý thuyết, chúng tôi tin rằng sự xuất hiện lớp phủ chất lượng cao này là do độ mịn của hạt ép đùn và cắt. Bằng cách bắt đầu với một bề mặt nhẵn, chúng tôi bất ngờ phát hiện rằng dễ dàng thu được lớp phủ chất lượng cao (như được đo bằng hệ số phản xạ ánh sáng và độ mịn) bằng cách sử dụng các kỹ thuật bao đơn giản.

Chế phẩm tẩy giặt tốt hơn là chứa ít nhất 85% trọng lượng của các hạt được bao. Tuy nhiên, chế phẩm lên đến 100% trọng lượng của các hạt là có thể

khi phụ gia cơ bản được thêm vào thành các hạt ép đùn, hoặc vào lớp phủ của chúng. Chế phẩm cũng có thể chứa, ví dụ, một hạt chất chống tạo bọt.

Các hạt với màu khác nhau có thể sử dụng như hỗn hợp, hoặc chúng có thể được trộn với bột tương phản. Tất nhiên, các hạt của cùng một màu như nhau cũng có thể được sử dụng để tạo thành chế phẩm đầy đủ. Như mô tả ở trên chất lượng và hình thức lớp phủ là rất tốt do bề mặt tuyệt vời của nguyên liệu đúc ép cắt mà lớp phủ được sử dụng trên đó kèm theo kích thước hạt lớn và tỷ số S/V của các hạt được ưu tiên.

Được đặc biệt ưu tiên là hạt tẩy giặt chứa hương liệu. Hương liệu có thể được thêm vào máy ép đùn hoặc trộn với sự pha trộn chất hoạt động bề mặt trong nhà máy, hoặc trong một máy trộn được đặt sau máy xay hoặc như là một chất lỏng hoặc các hạt hương liệu được bao gói. Trong một quy trình thay thế, hương liệu có thể được trộn lẫn với một nguyên liệu không chứa ion và pha trộn. Cách khác có thể được áp dụng với sự pha trộn như vậy bằng cách bao các hạt ép đùn, ví dụ bằng cách phun hỗn hợp với chất hoạt động bề mặt không ion nóng chảy. Hương liệu cũng có thể được thêm vào các thành chế phẩm bằng phương tiện của một hạt hương liệu riêng biệt và sau đó các hạt tẩy giặt không cần phải chứa bất kỳ hương liệu nào.

Hỗn hợp chất hoạt động bề mặt

Hỗn hợp 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 thuận lợi nếu lõi ép đùn được thực hiện bằng cách sử dụng sự pha trộn chất hoạt động bề mặt chịu canxi theo các kiểm tra được mô tả trong tài liệu này. 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.

LAS có thể được thay thế ít nhất một phần bởi MES, hoặc, ít tốt hơn, thay thế một phần lên đến 20% trọng lượng PAS.

Trộn

Các chất hoạt động bề mặt được pha trộn với nhau trước khi nạp vào thiết bị sấy. Thiết bị phối trộn thông thường được sử dụng.

Sấy khô

Để đạt được độ ẩm rất thấp của hỗn hợp pha trộn chất hoạt động bề mặt, thiết bị cô đặc bốc hơi kiểu màng có thể được sử dụng. Một hình thức được ưu tiên của thiết bị cô đặc bốc hơi kiểu màng là thiết bị sấy kiểu màng lau. Một trong những thiết bị sấy màng thích hợp với thiết bị cô đặc bốc hơi kiểu màng là "Hệ thống Dryex" dựa trên thiết bị cô đặc bốc hơi kiểu màng có sẵn từ Ballestra S.p.A. Thiết bị sấy thay thế chứa thiết bị sấy ống, chẳng hạn như thiết bị sấy Chemithon Turbo Tube ®, và thiết bị sấy xà phòng.

Làm lạnh và Xay

Các nguyên liệu nóng ra khỏi thiết bị sấy bào sau đó được làm lạnh và chia thành các mảnh có kích thước thích hợp để nạp vào máy ép đùn. Đồng thời làm lạnh và chia thành từng mảnh nhỏ thuận tiện có thể được thực hiện bằng cách sử dụng một trục lăn tời. Nếu các mảnh từ các trục lăn tời là không thích hợp với nguồn cấp nguyên liệu trực tiếp vào máy ép đùn sau đó chúng có thể được xay trong một hệ thống máy xay xát và/hoặc chúng có thể được trộn với các thành phần lỏng hoặc rắn trong một hệ thống máy trộn và xay xát, chẳng hạn như một máy xay tời. Nguyên liệu xay hoặc pha trộn như vậy là tốt nhất là hạt có kích thước 1 mm hoặc ít hơn để nạp vào máy ép đùn.

Đặc biệt thuận lợi để thêm một chất trợ giúp việc xay ở thời điểm này trong quy trình. Hạt nguyên liệu có kích thước hạt trung bình là từ 10 nm đến 10 pm được ưu tiên sử dụng như là một chất trợ giúp xay xát. Trong số các nguyên liệu trên, có thể được đề cập, bằng ví dụ: aerosil®, alusil®, và microsil®.

Ép đùn và cắt

Máy ép đùn cung cấp thêm nhiều cơ hội để pha trộn vào các thành phần khác hơn so với chất hoạt động bề mặt, hoặc thậm chí thêm nhiều hơn các chất hoạt động bề mặt. Tuy nhiên, thường được ưu tiên là tất cả các chất hoạt động bề mặt anion, hoặc các chất hoạt động bề mặt khác được cung cấp trong hỗn hợp với nước, ví dụ như hồ bột hoặc như là dung dịch được thêm vào thiết bị sấy để đảm bảo rằng sau đó lượng nước có thể giảm và nguyên liệu được nạp vào máy ép đùn có đủ độ khô. Nguyên liệu bổ sung có thể được trộn vào máy ép đùn như vậy, chủ yếu là những chất được sử dụng ở mức độ rất thấp trong một thành phần hạt tẩy giặt: như huỳnh quang, thuốc nhuộm màu tạo màu, men, hương liệu, silicon chống tạo bột, hỗn hợp polyme và chất bảo quản. Các giới hạn về nguyên liệu bổ sung đó pha trộn trong máy ép đùn đã được tìm thấy vào khoảng 10% trọng lượng, nhưng nó được ưu tiên là chất lượng sản phẩm là lý tưởng để giữ cho nó tối đa là 5% trọng lượng. Phụ gia rắn thường được ưu tiên. Chất lỏng, như hương liệu có thể được thêm vào ở các mức độ lên đến 2,5% trọng lượng, tốt hơn là lên đến 1,5% trọng lượng. Cấu trúc hạt rắn (chất lỏng hấp thụ) nguyên liệu hoặc chất làm mềm nước, như zeolit, cacbonat, silicat tốt hơn là không thêm sự pha trộn được ép đùn. Những nguyên liệu này không cần thiết do các tính chất tự cơ cấu của nguyên liệu nền LAS rất khô. Nếu được sử dụng tổng lượng nên ít hơn 5% trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn 4% trọng lượng, tốt nhất là ít hơn 3% trọng lượng. Ở mức độ như vậy không có cơ cấu đáng kể xảy ra và các nguyên liệu hạt vô cơ được thêm vào cho mục đích khác nhau, ví dụ như là một chất trợ giúp dòng chảy để cải thiện các nguồn cấp nguyên liệu của các hạt tới máy ép đùn.

Đầu ra từ máy ép đùn được định hình bởi việc sử dụng các tấm khuôn. Các nguyên liệu ép đùn có khuynh hướng phình ra ở tâm so với ngoại vi. Chúng tôi đã tìm thấy rằng nếu một chất được ép ra hình trụ thì thường xuyên được cắt khi nó ra khỏi máy ép đùn có hình dạng kết quả là hình trụ ngắn với hai đầu lồi. Những hạt này được tài liệu này được mô tả như là dạng hình cầu dẹt, hoặc đậu lăng. Hình dạng này có hiệu quả trực quan thích hợp.

Lớp phủ

Một biến thể thuận lợi của quy trình là lấy hạt ép đùn cắt lát mỏng và bao chúng. Lớp phủ cho phép các hạt được nhuộm màu một cách dễ dàng. Nó cũng tiếp tục làm giảm độ dính của lõi bề mặt hút ẩm đến một điểm nơi mà các hạt chảy tự do. Lớp phủ làm cho các hạt thích hợp hơn để sử dụng trong các chế phẩm làm sạch có thể tiếp xúc với độ ẩm cao trong thời gian dài.

Bằng cách bao những hạt lớn ép đùn, độ dày của lớp phủ có thể đạt được bằng cách sử dụng một lớp phủ với 5% trọng lượng là hơn nhiều so với thể đạt được trên hạt tẩy giặt thường có kích thước (hình cầu đường kính 0,5-2mm).

Các hạt ép đùn có thể được xem xét như dạng hình cầu dẹt có bán kính lớn "a" và bán kính nhỏ "b". Do đó, tỷ lệ diện tích bề mặt (S) với thể tích (V) có thể được tính như sau:

$$\frac{S}{V} = \frac{3}{2b} + \frac{3b}{4a^3} \ln \left(\frac{1+\epsilon}{1-\epsilon} \right)_{\text{mm}^{-1}}$$

Khi ϵ là độ lệch tâm của hạt.

Đối với đặc tính phân hủy tối ưu, tỷ lệ diện tích bề mặt phải hơn 3 mm⁻¹. Tuy nhiên, độ dày lớp phủ là tỉ lệ nghịch với hệ số này và do đó các lớp phủ tỷ lệ "Diện tích bề mặt của hạt được bao" chia "trọng lượng của hạt được bao" nên ít hơn 15 mm⁻¹.

Mặc dù các chuyên gia trong lĩnh vực có thể giả định rằng bất kỳ lớp phủ được biết đến có thể được sử dụng, ví dụ hữu cơ, chứa polyme, nó đã được tìm thấy là đặc biệt thuận lợi để sử dụng một lớp phủ vô cơ gửi bởi kết tinh từ dung dịch nước như thế này xuất hiện để cho lợi ích phân hủy tích cực và bao cho màu sắc tốt để hạt tẩy giặt, thậm chí ở các cấp lớp phủ thấp hơn. Việc phun nước của các dung dịch lớp phủ trong tầng sôi cũng có thể làm tròn nhẹ hơn nữa hạt tẩy giặt trong quy trình tạo tầng sôi.

Thích hợp với các dung dịch lớp phủ vô cơ chứa natri cacbonat, có thể là hỗn hợp natri sulfat và natri clorua. Thuốc nhuộm màu thực phẩm, thuốc nhuộm màu, chất huỳnh quang và các biến thể khác có thể được thêm vào lớp phủ bằng cách hòa tan trong dung dịch phun hoặc phân tán. Sử dụng muối nền chẳng hạn

như natri cacbonat là đặc biệt thuận lợi vì nó cho phép các hạt tẩy giặt để có một hiệu suất tốt hơn bằng cách đệm các hệ thống được sử dụng ở một độ pH lý tưởng cho việc làm sạch tối đa của hệ thống chất hoạt động bề mặt anion. Nó cũng làm tăng cường độ ion, được biết đến để cải thiện việc làm sạch trong nước cứng, và nó tương thích với các thành phần hạt tẩy giặt khác có thể được trộn lẫn với hạt tẩy giặt ép đùn bao. Nếu một thiết bị sấy tầng sôi được sử dụng để áp dụng các dung dịch lớp phủ, người có trình độ trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ biết làm thế nào để điều chỉnh các điều kiện phun về chỉ số Stokes và có thể chỉ số Akkermans (FNM) sao cho các hạt được bao và không có tích tụ đáng kể. Hướng dẫn thích hợp cho hỗ trợ này có thể được tìm thấy trong EP1187903, EP993505 và "Powder technology 65" (1991) 257-272 (Ennis).

Sẽ được đánh giá cao bởi những chuyên gia có trình độ trong lĩnh vực kỹ thuật rằng trong khi bao nhiều lớp nguyên liệu bao giống nhau hoặc khác nhau, có thể được áp dụng, một lớp phủ duy nhất được ưu tiên, hoạt động đơn giản, và để tối đa hóa độ dày của lớp phủ. Lượng lớp phủ nên nằm trong khoảng 3 đến 50% trọng lượng của hạt, tốt hơn là 20 đến 40% trọng lượng, cho kết quả tốt nhất về tính chất của hạt tẩy giặt chống đóng cứng.

Chế phẩm hạt tẩy giặt được ép đùn

Các hạt được bao dễ hoà tan trong nước và để lại dư lượng rất thấp hoặc không phân hủy, do sự thiếu của các nguyên liệu không hòa tan cấu trúc như zeolit. Các hạt được bao có một sự xuất hiện đặc biệt mang tính trực quan, do độ mịn của lớp phủ cùng với độ mịn của các hạt cơ bản, mà cũng là một kết quả của việc thiếu các nguyên liệu cấu trúc hạt trong các hạt ép đùn.

Hình dáng

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

Kích thước như vậy là y và z là ít nhất là 3 mm, tốt hơn là 4 mm, tốt nhất là 5 mm và x nằm trong khoảng 1 đến 2 mm.

Hạt tẩy giặt được bao có thể được định hình dạng hình cầu dẹt.

Thành phần lõi

Lõi chủ yếu là chất hoạt động bề mặt. Cũng có thể chứa các hỗn hợp làm sạch, như hương liệu, thuốc nhuộm màu, men, polyme làm sạch và polyme chống đất.

Chất hoạt động bề mặt

Hạt tẩy giặt được bao chứa từ 50 đến 90% trọng lượng chất hoạt động bề mặt, tốt nhất là 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 tạp chí "Surface Active Agents", quyển 1, Schwartz & Perry, Interscience 1949, tập 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 C₈-C₁₈ cao hơn, được sản xuất từ mỡ động vật hoặc dầu dừa, natri và kali alkyl benzen sulfonat C₉-C₂₀, đặc biệt là natri mạch thẳng alkyl bậc hai benzen sulfonat C₁₀-C₁₅, 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 C₁₀-C₁₅ và natri alkyl sulfat C₁₂-C₁₈. Chất hoạt động bề mặt như được mô tả trong EP 328177 A (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 070074 A, 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. Việc sử dụng hơn 10% trọng lượng xà phòng không được ưu tiên.

Tốt hơn là, ít nhất là 50% trọng lượng của các chất hoạt động bề mặt anion được chọn từ: natri alkyl benzen sulfonat C₁₁ đến C₁₅, và, natri alkyl sulfat C₁₂ đến C₁₈.

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 etylen oxit hoặc với propylen oxit. Ưu tiên các hợp chất tẩy giặt không ion là sản phẩm ngưng tụ của alkyl oxit phenol-etylen C₆-C₂₂, thường 5 đến 25 EO, tức là từ 5 đến 25 đơn vị của etylen oxit mỗi phân tử, và các sản phẩm ngưng tụ của rượu béo C₈-C₁₈ bậc một hoặc bậc hai mạch thẳng hoặc mạch nhánh với etylen oxit, 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 10 đến 40% trọng lượng.

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

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, lõi có khả năng 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 0,7 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 chứa 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 chứa SLES *I-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.

Hỗn hợp chất hoạt động bề mặt LAS/NI cung cấp hạt cứng hơn và thấp hơn lượng bột của nó làm cho nó thích hợp hơn cho việc sử dụng máy giặt tự động.

Lớp phủ

Các thành phần chính của lớp phủ là dung dịch muối vô cơ tan trong nước. Thành phần dung dịch tương thích khác có thể được chứa trong lớp phủ. Ví dụ đối với huỳnh quang, SCMC, thuốc nhuộm màu bổ sung, ví dụ như thuốc nhuộm màu, bột màu, silicat.

Muối vô cơ tan trong nước

Muối vô cơ tan trong nước được chọn từ natri cacbonat, natri clorua, natri silicat và natri sulfat, hoặc hỗn hợp của chúng, tốt nhất là từ 70 đến 100% trọng lượng natri cacbonat. Muối vô cơ tan trong nước như là một lớp phủ trên

hạt. Muối vô cơ tan trong nước tốt nhất là có mặt với lượng mà làm giảm độ dính của hạt tẩy giặt ở một điểm 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 phủ có nhiều lớp, nguyên liệu bao giống nhau hoặc khác nhau, có thể được áp dụng để tối đa hóa độ dày của lớp phủ, lớp phủ đơn được ưu tiên do điều chế đơn giản. Lượng lớp phủ 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 phủ 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. Dung dịch nước tốt hơn là chứa hơn 50 g/L, tốt hơn nữa 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.

Bằng cách bao hạt tẩy giặt lớn của sáng chế độ dày của lớp phủ có thể đạt được bằng cách sử dụng một lớp phủ nói rằng 5% trọng lượng là hơn nhiều so với thể đạt được trên hạt tẩy giặt thường có kích thước (0,5-2 mm đường kính hình cầu).

Đối với đặc tính phân hủy tối ưu, diện tích bề mặt tỷ lệ trọng lượng phải hơn 3 mm^{-1} . Tuy nhiên, độ dày lớp phủ là tỉ lệ nghịch với hệ số này và do đó các lớp phủ tỷ lệ "Diện tích bề mặt của hạt được bao" chia "Trọng lượng của hạt được bao" nên được ít hơn 15 mm^{-1} .

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.

Hạt tẩy giặt được bao

Tốt hơn, hạt tẩy giặt được bao chứa từ 70 đến 100% trọng lượng, tốt hơn là 85 đến 90% trọng lượng của chế phẩm tẩy giặt trong bao bì.

Tốt hơn, hạt tẩy giặt được bao là đáng kể cùng hình dạng và kích thước bằng cách này có nghĩa là ít nhất 90 đến 100% các hạt tẩy giặt được bao có các kích thước x, y, z nằm trong khoảng biến thiên 20%, tốt nhất 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 nữa là 0 đến 10% trọng lượng, tốt nhất là từ 1 đến 5% trọng lượng nước, tại nhiệt độ 293K và độ ẩm tương đối 50%. Điều này tạo điều kiện cho sự lưu trữ ổn định 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 phủ hoặc lõi.

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 và 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]triazol, 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 (Mỹ phẩm, kem đánh răng và sự kết hợp hương liệu) 1992, Hướng dẫn người tiêu dùng, xuất bản bởi CFTA và OPD, 1993 "Chemicals Buyers Directory", phiên bản thường niên lần thứ 80, xuất bản bởi Schnell Publishing.

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, dihydromyrrhenol, 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.

Polyme

Chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều polyme. Ví dụ như carboxymetylxenluloza, 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 enzym là từ 0,0001% trọng lượng đến 0,5% trọng lượng protein trên sản phẩm.

Đặc biệt các enzym được dự tính bao gồm proteaza, alpha-amylaza, xenlulaza, lipaza, peroxidaza/oxidaza, pectat liaza, và các 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 258068 và EP 305216 hoặc từ *H. insolens* như mô tả trong WO 96/13580, lipaza từ *Pseudomonas*, ví dụ như từ *P. Alcaligenes* hoặc *P. pseudoalcaligenes* (EP 218272), *P. cepacia* (EP 331376), *P. stutzeri* (GB 1372034), *P. fluorescens*, *Pseudomonas* SD 705 (WO 95/06720 và WO 96/27002), *P. wisconsinensis* (WO 96/12012), lipaza từ *Bacillus*, ví dụ như từ *B. subtilis* (Dartois et al.(1993), Biochemica và 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 407225, EP 260105, 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 WO 09/111258.

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 diacyl 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 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 4435307, US 5648263, US 5691178, US 5776757, WO 89/09259, WO 96/029397, và WO 98/012307. Xenlulaza có sẵn trên thị trường bao gồm Celluzyme™, Carezyme™, Endolase™, Renozyme™ (Novozymes A/S), Clazinase™ và Puradax HA™ (Genencor International), và KAC-500 (B)™ (Kao Corporation).

Peroxidaza/oxidaza phù hợp bao gồm các peroxidaza/oxidaza có nguồn gốc thực vật, vi khuẩn hay nấm. Các đột biến do biến đổi hóa học hoặc công

nghe 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 WO 2009/087524, 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.

Chất bảo quản có thể có mặt trong hạt tẩy giặt được bao.

Sáng chế sẽ được mô tả có sự đối chứng các ví dụ không giới hạn sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Sản xuất hạt

Màu hạt tẩy giặt được bao được tạo ra có chứa tím axit 50 trong lõi.

Các hạt có hình elip tròn dẹt có kích thước sau đây $x = 1,1$ mm, $y = 4,0$ mm, $z = 5,0$ mm. Mỗi hạt nặng khoảng 0,013g. Hạt xuất hiện màu tím đẹp bằng mắt thường.

Sản xuất lõi

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 màu 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 khoảng 1,1 mm.

Lớp phủ của hạt

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.

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: nhuộm trong lõi	76,2	2,9	-7,9

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 chỉ màu đỏ và -ve là chỉ màu xanh lá cây

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

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

Ví dụ 3: (Màu của nước giặt)

2,25g hạt của ví dụ được hòa tan 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. Nước giặt 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 570 nm
Hạt: Thuốc nhuộm trong lõi	0,175

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

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm tẩy giặt dạng hạt được bao gói chứa trong bao bì, bao bì này gồm ít nhất một phần trong suốt và chế phẩm này chứa hơn 50% trọng lượng chất tẩy rửa bề mặt và ít nhất 70% số lượng các hạt chứa:

(i) lõi, chứa chủ yếu chất hoạt động bề mặt và từ 0,0001 đến 0,1% thuốc nhuộm màu, tốt hơn là 0,001 đến 0,01% thuốc nhuộm màu, trong đó thuốc nhuộm màu được chọn từ thuốc nhuộm màu anion và thuốc nhuộm màu không ion;

(ii) lớp phủ, chứa muối vô cơ hòa tan trong nước được lắng đọng do sự kết tinh dung dịch, các hạt về cơ bản là có cùng hình dạng và kích thước, khác biệt ở chỗ, mỗi hạt có các kích thước theo trục vuông góc là x, y và z, trong đó x là từ 0,2 đến 2 mm, y là từ 2,5 đến 8mm, (tốt nhất là 3 đến 8 mm), và z là từ 2,5 đến 8 mm (tốt nhất là 3 đến 8 mm).

2. Chế phẩm được bao gói theo điểm 1, trong đó ít nhất một phần trong suốt có hệ số truyền hơn 25%, tốt hơn là hơn 30%, tốt hơn nữa là hơn 40%, tốt hơn nữa là hơn 50%, ở phần nhìn thấy được của quang phổ.

3. Chế phẩm được bao gói theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ít nhất có một phần trong suốt chứa một chỗ mở ở phần mờ đục.

4. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ít nhất có một phần trong suốt được bao gói trọn vẹn, có thể chứa một hoặc nhiều nhãn mờ đục.

5. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thuốc nhuộm màu được chọn từ những chất có nhóm mang màu antraquinon, mono-azo, bis-azo, xanten, phtaloxyanin và phenazin.

6. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thuốc nhuộm màu được chọn từ những chất có nhóm mang màu antraquinon và mono-azo.

7. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ phần trăm số lượng của chế phẩm được đóng gói của các hạt chứa lõi và lớp phủ ít nhất là 85%.
8. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thuốc nhuộm màu được chọn từ các thuốc nhuộm màu axit, thuốc nhuộm màu phân tán và thuốc nhuộm màu alkoxylat.
9. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lớp phủ chứa natri cacbonat.
10. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó các hạt được phủ có dạng hình cầu dẹt với đường kính từ 3 đến 6 mm và độ dày từ 1 đến 2 mm.
11. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó đa phần số lượng của các hạt trong chế phẩm có màu khác với màu trắng.
12. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bao bì là loại có thể khóa lại.
13. Chế phẩm được bao gói theo điểm 12, trong đó bao bì được khóa lại bằng cách dùng nắp vặn, đồng thời được dùng để định lượng.
14. Chế phẩm được bao gói theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này là chế phẩm bột giặt.