



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

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

(11)



1-0026996

(51)⁷ A61K 8/11; C11D 3/50; C11D 3/00;
C11D 3/37; B01J 13/16; C11D 17/00

(13) B

(21) 1-2015-01487

(22) 22/10/2013

(86) PCT/EP2013/072102 22/10/2013

(87) WO 2014/064122 A2 01/05/2014

(30) PCT/CN2012/083461 24/10/2012 CN

(45) 25/01/2021 394

(43) 25/09/2015 330A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, The Netherlands

(72) JONES, Craig Warren (GB); LI Changxi (CN); PAN Xiaoyun (CN); WANG Jinfang (CN); ZHANG Yuanyuan (CN).

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

(54) HẠT CÓ VỎ BAO, CHẾ PHẨM DẠNG LÔNG, CHẾ PHẨM CHĂM SÓC CÁ NHÂN CHỨA HẠT NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ BỀ MẶT BẰNG CÁCH SỬ DỤNG CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập tới hạt chứa:

(a) lõi bao gồm chất hữu ích;

(b) vỏ, trong đó bao gồm vỏ polyamit, và trong đó bao gồm nhóm polyamit thơm; và

(c) chất trợ lắng tùy ý;

trong đó chất hữu ích gồm 70 đến 100% trọng lượng, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích, thành phần được chọn từ các rượu bậc ba, aldehyt được thế tại vị trí alpha, keton và keten béo và thơm và hỗn hợp của chúng, trừ chất béo mạch vòng có chứa các nhóm chức có cực; và chất hữu ích này chứa i) rượu béo bậc nhất và ii) rượu thơm chính và chứa dưới 15% trọng lượng của các aldehyt béo có chiều dài chuỗi từ 8 đến 22, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hạt bao gồm các chất hữu ích và/hoặc các chất trợ lắng đọng cho các bề mặt, quá trình sản xuất các hạt này và chế phẩm chứa các hạt này. Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm dạng lỏng, chế phẩm chăm sóc cá nhân chứa hạt này và phương pháp xử lý bề mặt bằng cách sử dụng chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều chế phẩm chăm sóc gia dụng và chăm sóc cá nhân tìm cách để phân phối các chất hữu ích tới các bề mặt như vải dệt, bề mặt cứng, tóc và da. Việc bọc chất hữu ích trong các hạt nang đã được đề xuất như phương pháp để nâng cao sự phát tán. Bọc hương liệu trong nang đã tạo ra mối quan tâm và hoạt động đặc biệt trong các năm gần đây.

Sự rò rỉ của chất hữu ích từ hạt bọc nang theo thời gian là vấn đề đã được biết đến với nhiều bao nang. Sự rò rỉ vào chế phẩm được điều chế theo công thức nơi hạt bọc nang đã được đưa vào dẫn đến các vấn đề bất ổn cũng như các vấn đề về hiệu suất. Vấn đề hiệu suất không chỉ bao gồm việc giảm cường độ của hương liệu mà còn làm sai lệch thời điểm phát tán hương liệu.

WO 12/085864 bộc lộ tập hợp bao nang, các bao nang bao gồm vỏ và lõi, vỏ nói trên bao gồm polyme polyamit hình thành lớp vách bao gọn lõi nói trên, lõi nói trên bao gồm chế phẩm hương liệu. Chế phẩm hương liệu bao gồm nguyên liệu thô chứa mùi hương có ClogP từ 2 đến 4,5; bao nang có đường kính từ 1 đến 100 micron và độ bền đứt gãy từ 0,1 đến 5 MPa.

US4145184 bộc lộ chế phẩm tẩy giặt chứa, chế phẩm tẩy giặt này bao gồm: (a) từ 2 đến 95 % chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm chất hoạt động bề mặt anion, không ion, ampholytic và ion lưỡng tính, và hỗn hợp của chúng; và (b) lượng hiệu quả của chất làm thơm bao gồm hương liệu

được bọc nang không tan trong nước, các bao nang siêu nhỏ dễ vỡ có kích thước trung bình từ 5 đến 300 microns. Các bao nang siêu nhỏ có nguyên liệu tạo vách vỏ là polyamit.

WO 09/047745 bộc lộ chế phẩm bao gồm bao nang gồm lõi bao gồm chất hữu ích và vỏ với ít nhất bao lõi nói trên, bao nang nói trên cũng chứa thêm chất cân bằng cường độ, chế phẩm nói trên là sản phẩm tiêu dùng. Chất hữu ích của bao nang được chọn từ hương liệu và vỏ bao gồm các polyamit.

WO 11/056904 bộc lộ bao nang bao gồm a) lõi, bao gồm hương liệu và b) vỏ gồm các polyamit.

WO 10/105922 bộc lộ các hạt gồm chất trợ lắng polyme và chất rắn dạng sáp không tích cation tổng thể, trong đó các chất trợ lắng polyme phân được đưa vào trong chất rắn dạng sáp.

EP1640063 bộc lộ các bao nang siêu nhỏ polyamit có đường kính trung bình từ 0,0001 đến 5 mm được sản xuất bằng cách (a) điều chế pha chứa nước (a1) chứa di và/hoặc tri-amin (I); (b) điều chế pha chứa dầu có chứa thân dầu (b1), dicarboxylic axit clorua (b2) và axit tricarboxylic clorua (b3) và (c) cho (a) và (b) tiếp xúc để tạo thành nhũ tương từ đó sự trùng ngưng xảy ra tại ranh giới pha.

WO 11/161265 bộc lộ các bao nang polyurea và polyamit có chứa tinh dầu thơm, trong đó các loại dầu chứa tiền chất của aldehyt thơm mà được làm cho thích hợp để giải phóng các aldehyt trong điều kiện kích hoạt.

Các tác giả sáng chế đã xác định rằng các hạt cải tiến bao gồm vỏ có bao gồm polyamit (có bao gồm nhóm thơm) và lõi bao gồm chất hữu ích và chất trợ lắng theo tùy chọn. Chất hữu ích bao gồm từ 70 đến 100% trọng lượng, trên tổng trọng lượng của chất hữu ích, thành phần được chọn từ rượu bậc ba, aldehyt được thế tại vị trí alpha, keton và keten béo và thơm và hỗn hợp của chúng, ngoại trừ chất béo mạch vòng có chứa các nhóm chức có cực; hơn nữa, hương liệu cơ bản là không có rượu béo và rượu thơm bậc nhất và chứa dưới 15% trọng lượng, tức là từ 0 đến dưới 15% trọng lượng, tốt hơn là

từ 0 đến 14% trọng lượng các aldehyt béo có chiều dài chuỗi từ 8 đến 22, trên tổng trọng lượng các chất hữu ích. Đáng ngạc nhiên, bằng cách sử dụng các hạt mới này, sự rò rỉ được giảm thiểu rất nhiều hoặc hoàn toàn không có và hương liệu được phát tán cách hiệu quả và đúng lúc.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vì các lý do nêu trên, theo khía cạnh đầu tiên, sáng chế đề cập tới hạt chứa:

- (a) lõi bao gồm chất hữu ích;
- (b) vỏ, trong đó vỏ bao gồm polyamit, và trong đó polyamit gồm nhóm thiom; và
- (c) chất trợ lắng tùy ý;

trong đó chất hữu ích gồm 70 đến 100% trọng lượng, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích, thành phần được chọn từ rượu bậc ba, aldehyt được thế tại vị trí alpha, keton và keten béo và thiom và hỗn hợp của chúng, trừ chất béo mạch vòng có chứa các nhóm chức có cực;

và chất hữu ích này chứa i) rượu béo bậc nhất và ii) rượu thiom bậc nhất và chứa dưới 15% trọng lượng của các aldehyt béo có chiều dài chuỗi từ 8 đến 22, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích.

Khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập tới chế phẩm chăm sóc gia dụng hoặc chế phẩm chăm sóc cá nhân bao gồm ít nhất một hạt theo khía cạnh đầu tiên của sáng chế, chế phẩm này tốt hơn là chất tẩy giặt, chất xả vải, chất khử mùi, chất chống mồ hôi, dầu gội, xả tóc hoặc sản phẩm làm sạch và chăm sóc da.

Khía cạnh thứ ba, sáng chế đề cập tới phương pháp xử lý bề mặt, tốt hơn là trong đó bề mặt được chọn từ nguyên liệu da, tóc và/hoặc nguyên liệu dệt, trong đó phương pháp này bao gồm bước xử lý bề mặt với chế phẩm chứa các hạt theo khía cạnh đầu tiên của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết với sự tham khảo các phương án cụ thể của sáng chế và thêm nhiều tính năng được ưu tiên và/hoặc tùy chọn. Tất cả lượng được trích dẫn là % trọng lượng của tổng chế phẩm trừ khi có quy định khác.

Hạt

Lõi thường được hình thành trong vùng bên trong của hạt và cung cấp nơi chứa chất hữu ích. "Vỏ" bảo vệ chất hữu ích và điều chỉnh dòng chảy của chất hữu ích vào và ra của lõi.

Kích thước hạt

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực thuật sẽ biết làm thế nào để đo sự phân bố kích thước hạt của bao nang, ví dụ, bằng cách sử dụng Malvern Mastersizer 2000. Thông thường, hạt có đường kính trung bình dưới 5 đến 50 micron, tốt hơn là từ 10 đến 40 micron, tốt hơn là từ 25 đến 35 và tốt nhất là 30 micron.

Lõi

Lõi bao gồm hoặc nhiều chất hữu ích.

Thuận lợi là, chất hữu ích là chất hữu ích kỵ nước, tốt hơn là chất hữu ích có khả năng nhận cảm, ví dụ như hương vị hoặc mùi thơm (các thuật ngữ "hương thơm" và "hương liệu" được sử dụng thay thế cho nhau trong sáng chế này).

Chất hữu ích gồm từ 70 đến 100% trọng lượng, tốt hơn là từ 70 đến 90% trọng lượng, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích, thành phần được chọn từ các rượu bậc ba, aldehyt được thế tại vị trí alpha, béo và keton thơm và keten và hỗn hợp của chúng.

Hơn nữa, chất hữu ích này chứa i) rượu béo bậc nhất và ii) rượu thơm bậc nhất và tốt hơn là chứa từ 0 đến 15% trọng lượng của các aldehyt béo có chiều dài chuỗi từ 8 đến 22, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích.

Như được sử dụng trong sáng chế này, bởi tự do đáng kể có nghĩa là từ 0 đến 0,5% trọng lượng, tốt hơn là từ 0 đến 0,05% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0 đến 0,005% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là từ 0 đến 0,0005% trọng lượng, và tốt nhất là 0% trọng lượng theo tổng trọng lượng của chất hữu ích.

Aldehyt béo có chiều dài chuỗi lớn hơn 12, tốt hơn là trong khoảng từ 13 đến 18 có thể có mặt.

Các chất hữu ích

Chất hữu ích gồm 70 đến 100% trọng lượng, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích, thành phần được chọn từ các rượu bậc ba, aldehyt được thế tại vị trí alpha, keton và keten béo và thơm và hỗn hợp của chúng, trừ chất béo mạch vòng có chứa các nhóm chức có cực; và chất hữu ích này chứa i) rượu béo bậc nhất và ii) rượu thơm bậc nhất và chứa dưới 15% trọng lượng, tức là từ 0 đến dưới 15% trọng lượng, tốt hơn là từ 0 đến 14% trọng lượng của các aldehyt béo có chiều dài chuỗi từ 8 đến 22, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích.

Nhiều chất hữu ích khác nhau có thể được kết hợp vào các hạt. Hỗn hợp chất hữu ích có thể được sử dụng. Trường hợp sử dụng cuối cùng của các hạt trong kết nối với hệ có chứa chất hoạt động bề mặt, bất kỳ chất hữu ích có thể tương thích có thể cung cấp lợi ích cho bề mặt được xử lý bằng chế phẩm chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng. Chất hữu ích được ưu tiên trong lĩnh vực giặt ủi, đối với chất hữu ích ví dụ vải, và chất hữu ích cung cấp lợi ích đối với môi trường tẩy rửa giặt ủi và/hoặc ngâm. Trong chất hữu ích thay thế có thể cung cấp lợi ích liên quan đến tóc và da. Các ưu điểm của các hạt của sáng chế trong sự có mặt của chất hoạt động bề mặt là có sự duy trì tốt cho chất hữu ích trong việc lưu trữ của chế phẩm được điều chế theo công thức và việc giải phóng có thể kiểm soát của chất hữu ích trong và sau khi sử dụng sản phẩm.

Ví dụ ưu tiên bao gồm mùi vị, hương thơm, enzym, chất chống tạo bọt, huỳnh quang, thuốc nhuộm màu và/hoặc chất tạo màu, chất dưỡng (ví dụ

nguyên liệu amoni bậc bốn không tan trong nước và/hoặc silicon), kem chống nắng, xeromit, chất chống oxy hóa, chất khử, chất bảo quản, chất phụ gia giữ màu, polyme hợp với cường độ, chất tẩy trắng, chất bôi trơn, dầu không bão hòa, chất làm mềm da/kem dưỡng ẩm và chất kháng khuẩn, và hỗn hợp của chúng, ưu tiên nhất là nước hoa và chất kháng khuẩn.

Các các thuốc chống vi trùng được ưu tiên bao gồm Triclosan™, climbazol, octapyrox, ketoconazol, kẽm pyrithion, và các hợp chất amoni bậc bốn.

Kem chống nắng và/hoặc các chất làm sáng da được ưu tiên là các hợp chất vitamin B3. Các hợp chất vitamin B3 phù hợp được chọn từ niacin, niacinamit, rượu nicotinyl, hoặc các dẫn xuất hoặc các muối của chúng. Các vitamin khác hoạt động như chất làm sáng da có thể hữu ích được thêm vào trong chế phẩm làm sáng da để mang lại thêm các công dụng làm sáng da. Chúng bao gồm vitamin B6, vitamin C, vitamin A hay tiền chất của chúng. Các hỗn hợp của các vitamin cũng có thể được sử dụng trong chế phẩm của sáng chế. Vitamin bổ sung được đặc biệt được ưu tiên là vitamin B6. Ví dụ không hạn chế khác của chất làm sáng da hữu ích ở đây bao gồm adapalen, chiết xuất lô hội, amoni lactat, arbutin, axit azelaic, butyl hydroxy anisol, butyl hydroxy toluen, este xitrat, deoxyarbutin, các dẫn xuất propcitrat 1,3 diphenyl, axit 2,5-dihydroxyl benzoic và dẫn xuất của nó, 2-(4-axetoxyphephenyl)-1,3-dithan, 2-(4-Hydroxylphenyl)-1,3-dithan, axit ellagic, gluco pyranosyl-1-ascorbat, axit gluconic, axit glycolic, chiết xuất trà xanh, 4-hydroxy-5-metyl-3[2H]-furanon, hydroquinon, 4 hydroxyanisol và các dẫn xuất của nó, dẫn xuất axit 4-hydroxy benzoic, axit hydroxycaprylic, inositol ascorbat, axit kojic, axit lactic, chiết xuất chanh, axit linoleic, magie ascorbyl phosphat, axit 5-octanoyl salicylic, dẫn xuất 2,4-resorcinol, dẫn xuất 3,5-resorcinol, axit salicylic, các dẫn xuất 3,4,5-trihydroxybenzyl, và hỗn hợp của chúng. Kem chống nắng hữu ích được ưu tiên trong sáng chế là 2-etylhexyl-p-metoxyxinnamat, butila metoxy dibenzoylmetcitrat, 2-hydroxy-4-

metoxybenzophenon, octyl dimetyl-p-aminobenzoic axit và hỗn hợp của chúng. Kem chống nắng đặc biệt được ưu tiên được chọn từ 2-etyl hexyl-p-metoxycinnamat, 4,-t-butyl-4'-metoxydibenzoyl-metan hoặc hỗn hợp của chúng. Các tác nhân kem chống nắng thông thường khác rất phù hợp để sử dụng trong chế phẩm làm sáng da của sáng chế bao gồm 2-hydroxy-4-metoxybenzophenon, octyldimetyl-p-aminobenzoic axit, digalloyltrioleat, 2,2-dihydroxy-4-metoxybenzophenon, etyl-4-(bis(hydroxypropyl))aminobenzoat, 2-etylhexyl-2-xyano-3,3-diphenylacrylat, 2-etylhexylsalixylat, glyxeryl-p-aminobenzoat, 3,3,5-trimetylxclohexyl-salixylat, metylantranilat, axit p-dimetyl-aminobenzoic hoặc aminobenzoat, 2-etylhexyl-p-dimetyl-amino-benzoat, 2-phenylbenzimidazol-5-sulfonic axit, 2-(p-dimetylaminophenyl)-5-sulfonic benzoxazoic axit và các hỗn hợp của các hợp chất này.

Các chất chống oxy hóa được ưu tiên bao gồm vitamin E, retinol, các chất chống oxy hóa dựa trên hydroxytoluen như Irganox™ hoặc chất chống oxy hóa có sẵn trên thị trường như một loạt Trollox™.

Hương liệu và nguyên liệu tạo hương thơm (trong đó bao gồm hương liệu gốc) là một tác nhân hữu ích đặc biệt ưu tiên.

Ví dụ, hương liệu gốc là một lipid thực phẩm. Các lipid thực phẩm thường có các đơn vị cấu trúc không ưa nước rõ rệt. Phần lớn các lipid có nguồn gốc từ các axit béo. Đối với các lipid 'axyl' này các axit béo có mặt chủ yếu như là các este và bao gồm mono-, di-, triaxyl glyxerol, photpholipit, glicolipit, các diol lipid, sáp, este sterol và các tocopheron. Trong trạng thái tự nhiên của chúng, các lipid thực vật có chứa các chất chống oxy hóa để ngăn chặn quá trình oxy hóa của chúng. Trong khi các chất chống oxy hóa có thể có ít nhất một phần bị loại bỏ trong quá trình tách các loại dầu từ các loại thực vật, một số chất chống oxy hóa có thể vẫn được giữ lại. Các chất chống oxy hóa có thể là hương liệu gốc. Cụ thể là, các caroten và các hợp chất liên quan bao gồm vitamin A, retinol, retina, axit retinoic và tiền vitamin A có khả năng chuyển

đổi thành các dạng hương thơm trong đó có các ionon, damascon và damscenon. Các thực phẩm chứa lipit hương thơm gốc được ưu tiên bao gồm dầu ô liu, dầu cọ, dầu hạt cải, các loại hydro cacbon không no, dầu hạt hướng dương, dầu mầm lúa mì, dầu hạnh nhân, dầu dừa, dầu hạt nho, dầu hạt cải dầu, dầu thầu dầu, dầu ngô, dầu hạt bông, dầu cây rum, dầu lạc, dầu hạt thuốc phiện, dầu hạt cọ, dầu cám gạo, dầu mè, dầu đậu nành, dầu hạt bí ngô, dầu jojoba và dầu hạt cải. Thành phần nước hoa là nguyên tố hương thơm được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Hương liệu thông thường có mặt với lượng khoảng từ 10 đến 85% tổng trọng lượng của hạt, tốt hơn là từ 20 đến 75% tổng trọng lượng của hạt. Hương liệu phù hợp có trọng lượng phân tử từ 50 đến 500Dalton. Hương liệu gốc có thể có trọng lượng phân tử cao hơn, thường là từ 1 đến 10 kD.

Các thành phần hữu ích của hương liệu bao gồm các nguyên liệu có nguồn gốc tự nhiên và tổng hợp. Chúng bao gồm các hợp chất đơn chất và các hỗn hợp. Ví dụ cụ thể của các thành phần này có thể được tìm thấy trong các tài liệu hiện tại, ví dụ, trong Fenaroli's Handbook of Flavour Ingredients, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947 by M. B. Jacobs, tái bản bởi Van Nostrand; hoặc Perfume and Flavour Chemicals by S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (USA). Các bề mặt này được biết đến rộng rãi bởi các nhà chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật về tạo hương liệu, mùi vị và/hoặc các sản phẩm tiêu dùng tạo hương thơm, tức là, mang lại hương thơm và/hoặc mùi thơm hoặc vị giác cho sản phẩm tiêu dùng được tạo hương thơm hay tạo mùi vị theo cách truyền thống, hoặc thay đổi hương thơm và/ hoặc mùi vị của sản phẩm tiêu dùng nói trên.

Chất thơm trong ngữ cảnh này không chỉ có nghĩa là hương liệu của sản phẩm được làm theo công thức đầy đủ, mà còn được chọn từ các thành phần của hương liệu đó, đặc biệt là các loại dễ bị mất, chẳng hạn như chất được gọi là "hương đầu".

Chất tạo hương đầu được xác định bởi Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Các ví dụ của "hương đầu" phổ biến bao gồm các loại dầu cây quýt, linalol, linalyl axetat, hoa oải hương, dihydromyrcenol, oxit hoa hồng và cis-3-hexanol. Hương đầu thường chiếm 15 đến 25% trọng lượng của chế phẩm hương liệu và trong các phương án của sáng chế chứa mức độ tăng của hương đầu được dự tính ở ít nhất 20% trọng lượng có mặt bên trong hạt.

Thành phần hương liệu đặc trưng thuận lợi để sử dụng trong các phương án của sáng chế bao gồm các thành phần có điểm sôi tương đối thấp, ưu tiên các thành phần có điểm sôi thấp hơn 300, tốt hơn là từ 100 đến 250 độ C.

Cũng thuận lợi để bao nang các thành phần hương liệu mà có LogP thấp (ví dụ các chất bị phân chia trong nước), tốt hơn là có LogP dưới 3.0. Các nguyên liệu này, ở nhiệt độ sôi tương đối thấp và LogP tương đối thấp được gọi là các thành phần hương liệu "chậm tỏa hương" và bao gồm các nguyên liệu sau đây:

Allyl caproat, Amyl Axetat, Amyl Propionat, Anisic Aldehyt, Anisol, Benzaldehyt, benzyl axetat, Benzyl Aketon, Benzyl Alcohol, Benzyl format, Benzyl Iso valerat, Benzyl Propionat, Beta Gamma Hexenol, Gum long não, Laevo-Carvone, d-Carvon, rượu cinnamic, Cinamyl format, Cis-Jasmon, cis-3-Hexenyl Axetat, rượu Cuminic, Cyclal C, Dimetyl Benzyl Carbinol, Dimetyl Benzyl Carbinol Axetat, Etyl Axetat, Etyl Axetat Axeto, Etyl Amyl Keton, Etyl Benzoat, Etyl Butyrat, Etyl Hexyl Keton, Etyl Phenyl Axetat, Eucalyptol, Eugenol, Fenchyl Axetat, Flor Axetat (Tricyclo Decenyl Axetat), Fruten (Tricyclo Decenyl Propionat), Geraniol, Hexenol, Hexenyl Axetat, Hexyl Axetat, hexyl format, rượu Hydratropic, Hydroxycitronellal, Indon, Rượu Isoamyl, Iso Menton, Isopulegyl Axetat, Isoquinolon, Ligustral, Linalool, Linalool Oxit, Linalyl format, Menton, mentyl Axetphenon, Metyl Amyl Keton, Metyl Anthranilat, Metyl Benzoat, Metyl Benyl Axetat, Metyl

Eugenol, Metyl Heptenon, Metyl Heptin Cacbonat, Metyl heptyl Keton, Metyl hexyl Keton, Metyl Phenyl Carbinyl Axetat, Metyl Salicylat, Metyl-N-Metyl Anthranilat, Nerol, Octalacton, rượu Octyl, p-cresol, p-cresol Metyl Ete, p-Metoxi Axetophenon, p-Metyl Axetophenon, phenoxy Etanol, Phenyl axetaldehyt, Phenyl Etyl Axetat, Etyl Alcohol Phenyl, Phenyl Etyl Dimetyl carbinol, Prenyl Axetat, Propyl Bornat, Pulegon, oxit hoa hồng, Saffrol, 4-Terpinnol, Alpha-Terpinnol, và Viridin.

Thông thường nhiều thành phần của hương liệu có mặt trong chế phẩm được điều chế theo công thức. Trong các bao nang của sáng chế này, ước tính có thể có bốn hoặc nhiều hơn, tốt hơn là năm hoặc nhiều hơn, tốt hơn là sáu hoặc nhiều hơn hoặc thậm chí bảy hoặc các thành phần hương liệu khác nhau từ danh sách được liệt kê trong hương liệu chậm tỏa hương có mặt trong các hạt.

nhóm hương liệu khác mà sáng chế này áp dụng được gọi là các nguyên liệu "trị liệu bằng tinh dầu". Các nguyên liệu này gồm nhiều thành phần được sử dụng trong quá trình tạo hương liệu, bao gồm các thành phần từ các loại tinh dầu chính như cây xô thơm, bạch đàn, phong, oải hương, triết xuất vỏ nhục đậu khấu, dầu hoa cam, hạt nhục đậu khấu, bạc hà, lá violet ngọt và nữ lang. Bằng phương pháp của sáng chế các nguyên liệu này có thể được chuyển tới cho các sản phẩm dệt sẽ được mặc hoặc tiếp xúc với cơ thể con người (ví dụ như khăn tay và khăn trải giường).

Vỏ

Vỏ bao gồm polyamit, trong đó bao gồm nhóm thơm.

Polyme polyamit có thể bao gồm ít nhất monome có thể trộn với nước và monome hữu cơ không thể trộn với nước.

Monome có thể trộn với nước có thể bao gồm nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm 2 amin, 3 amin và hỗn hợp của chúng. Các 2 amin và 3 amin này được chọn từ nhóm bao gồm 3 amin dietylen, hexametylen 2 amin, etylen 2 amin và hỗn hợp của chúng.

Monome hữu cơ không thể trộn với nước được chọn từ nhóm bao gồm diaxyl clorua, triaxyl clorua và hỗn hợp của chúng. Diaxyl clorua được chọn từ nhóm bao gồm sebacoyl diclorua, adipoyl diclorua, và hỗn hợp của chúng và nói triaxyl clorua được chọn từ nhóm bao gồm teraphthaloyl clorua, trimesoyl clorua, axetyl clorua, benzoyl clorua, 1, 3, 5 benzentricacbonyl clorua, và hỗn hợp của chúng.

Theo phương án, polyamit polyme nói trên có thể bao gồm hai hay nhiều monome có thể trộn với nước.

Các chất trợ lắng:

Hạt tốt hơn là chứa chất trợ lắng. Theo các phương án đặc biệt ưu tiên chất trợ lắng tồn tại độc lập với các bề mặt chứa protein, xenluloza, polyeste, lipid hoặc polyamit. Bằng cách sử dụng như chất trợ lắng, hiệu quả của việc phát tán với bề mặt cụ thể có thể được tăng cường.

Các chất trợ lắng làm thay đổi các thuộc tính của bên ngoài của hạt. lợi ích đặc biệt có thể thu được với các nguyên liệu này là làm cho hạt độc lập hơn với bề mặt mong muốn. Bề mặt mong muốn bao gồm xenlulo (bao gồm bông), polyeste (bao gồm cả các người làm việc trong sản xuất các loại vải polyeste) và các bề mặt chứa protein (như da và tóc). Các chất trợ lắng được chọn từ polyme độc lập với bề mặt không thể thủy phân, polyme độc lập với bề mặt có thể thủy phân và polyme độc lập với polyeste.

Polyme polysacarit được ưu tiên, cho dù có thể thủy phân hoặc không thể được bắt nguồn từ loạt các polysacarit. Tốt hơn là, các polysacarit được chọn từ nhóm bao gồm: cao su me (tốt hơn là bao gồm các polyme xyloglucan), guar gum, gum đậu châu châu (tốt nhất bao gồm các polyme galactomannan), và nướu công nghiệp khác và polyme, trong đó bao gồm, nhưng không giới hạn để, Tara, Fenugreek, Aloe, Chia, hạt lanh, hạt Psyllium, hạt mộc qua, xanthan, gellan, welan, rhamsan, dextran, curdlan, pullulan, scleroglucan, schizophyllan, chitin, xenluloza hydroxyalkyl, arabinan (tốt hơn là từ củ cải đường), de-arabinan nhánh (tốt hơn là từ củ cải đường),

arabinoxylan (tốt hơn là từ lúa mạch đen và bột mì), galactan (tốt hơn là từ loại đậu và khoai tây), galactan pectic (tốt hơn là từ khoai tây), galactomannan (tốt hơn là từ carob, và bao gồm cả các độ nhớt thấp và cao), Glucomannan, lichenan (tốt nhất là từ rêu icelandic), Mannan (tốt hơn là từ các loại hạt bằng ngà voi), pachyman, rhamnogalacturonan, keo cao su, agar, alginat, carrageenan, chitosan, clavan, axit hyaluronic, heparin, inulin, cellodextrins, xenluloza, các dẫn xuất xenluloza và hỗn hợp của chúng.

Các chất trợ lắng độc lập với bề mặt không thể thủy phân được ưu tiên bao gồm polysacarits không thể thủy phân. Polysacarit được ưu tiên dành cho bông cơ bản ví dụ mạch chính liên kết với β -1,4.

Tốt hơn là, polysacarit là xenluloza, dẫn xuất xenluloza, hoặc polysacarit liên kết với β -1,4 có ái lực với xenluloza, như polymannan, polyglucan, polyglucomannan, polyxyloglucan và polygalactomannan hoặc hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nữa là, polysacarit được chọn từ nhóm bao gồm polyxyloglucan và polygalactomannan. Tốt nhất là, chất trợ lắng là gum đậu châu châu, xyloglucan, guar gum hoặc hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn là, chất trợ lắng độc lập với bề mặt có thể thủy phân gồm polysacarit có thể thủy phân. Các chất này bao gồm polysacarit đã được thay đổi để làm cho nó có thể tan nhiều hơn trong nước bằng phương tiện của nhóm đồng hóa trị gắn liền với các polysacarit bằng phương tiện có thể thủy phân. Nhóm được ưu tiên có thể cho ví dụ được chọn độc lập từ hoặc nhiều axetat, propanoat, trifloaxetat, 2-(2-hydroxy-1-oxopropoxy) propanoat, lactat, glycolat, pyruvat, crotonat, cinnamat isovalerat, format, salicylat, carbamat, methylcarbammat, benzoat, gluconat, methcitratsulfonat, toluen, sulfonat, các nhóm và các nhóm hemieste của fumaric, malonic, itaconic, oxalic, maleic, succinic, tartaric, aspartic, glutamic và axit malic.

Được ưu tiên trong số chất trợ lắng có thể thủy phân cho bông cơ bản là axetat đơn sắc xenluloza.

Chất trợ lắng độc lập với polyeste phù hợp và được ưu tiên là phthalat chứa polyme, tốt hơn là polyme có hoặc nhiều thành phần ưa nước không chứa ion gồm oxyetylen, polyoxyetylen, oxypropylen hoặc phân đoạn polyoxypropylen, và, hoặc nhiều thành phần kỵ nước gồm các phân đoạn terephthalat. Thông thường, các phân đoạn oxyalkylen của các chất trợ lắng này có mức độ polyme hóa của từ 1 đến khoảng 400, mặc dù các mức độ cao hơn có thể được sử dụng, tốt hơn là từ 100 đến 350, tốt hơn nữa là từ 200 đến 300.

loại chất trợ lắng được ưu tiên là copolyme có các khối ngẫu nhiên của etylen terephthalat và polyetylen terephthalat oxit.

Chất trợ lắng polyme khác được ưu tiên là polyeste với các đơn vị lặp lại của các đơn vị etylen terephthalat chứa 10 đến 15% trọng lượng của đơn vị etylen terephthalat cùng với 90 đến 80% trọng lượng của đơn vị terephthalat polyoxyetylen, có nguồn gốc từ glycol polyetylen trọng lượng phân tử trung bình 0.2kD đến 40kD. Ví dụ về các lớp này bao gồm các nguyên liệu polyme có sẵn trên thị trường ZELCON 5126 (từ DuPont) và MILEAZA T (từ ICI). Ví dụ về các polyme được đề cập có thể được tìm thấy trong US 4702857.

Chất trợ lắng polyme ưu tiên là sản phẩm của oligome este sulfonat tuyến tính cơ bản bao gồm mạch chính oligome este của terephthaloyl và các đơn vị lặp lại oxyalkylenoxy đơn vị và các nhóm chức ở cuối đồng hóa trị gắn liền với mạch chính. Các chất loại bỏ vết bẩn này được mô tả đầy đủ trong US 4968451. Chất loại bỏ vết bẩn có chứa polyme phù hợp khác gồm các polyeste terephthalat của US 4711730, oligome este kết thúc ở cuối anion của US 4721580, và các hợp chất oligomeic khối polyeste của US 4.702.857.

Chất trợ lắng polyme được ưu tiên cũng gồm các chất loại bỏ vết bẩn của US 4877896 mà bậc ion, cụ thể là sulfoaroyl, este terephthalat kết thúc ở cuối.

Vẫn còn chất trợ lắng được ưu tiên là oligome với các đơn vị lặp lại của các đơn vị terephthaloyl, đơn vị sulfoisoterephthaloyl, oxyetylenoxy và các

đơn vị oxy-1,2-propylen. Các đơn vị lặp lại tạo thành mạch chính của oligome và tốt hơn là chấm dứt với biến đổi ở nút cuối isethionat. Chất trợ lắng được đặc biệt ưu tiên của loại này bao gồm đơn vị sulfoisophthaloyl, 5 đơn vị terephthaloyl, oxyetylenoxy và các đơn vị oxy-1,2-propylenoxy trong tỷ lệ khoảng từ 1,7 đến 1,8, và hai đơn vị nút cuối natri 2-(2-hydroxyetoxy)-ethcitratsulfonat. Chất loại bỏ vết bẩn được nói tới cũng bao gồm khoảng từ 0,5% đến 20% tính theo trọng lượng của oligome, chất ổn định làm giảm kết tinh, tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm dimethylbenzen sulfonat, cumen sulfonat, toluen sulfonat, và hỗn hợp của chúng.

Các chất trợ lắng có thể là thẳng hay phân nhánh. Trọng lượng phân tử được ưu tiên của các chất trợ lắng polyme là trong khoảng từ 5kD đến khoảng 500kD, tốt hơn là từ 10kD đến 500kD, tốt hơn nữa là từ 20kD đến 300kD.

Tốt hơn là, chất trợ lắng polyme ở mức độ như vậy mà tỷ lệ polyme: so với chất rắn hạt nằm trong khoảng từ 1:500 đến 3:1, tốt hơn là từ 1:200 đến 1:3.

Các phương pháp điều chế:

Chất hữu ích có thể có mặt trong hỗn hợp phản ứng, ở mức độ để cung cấp cho các mức chất hữu ích trong các hạt kết quả ở các mức độ đã được công bố bên trên, mặc dù nó cũng có thể tạo thành các hạt "trống rỗng" (có hoặc không có chất mang chất hữu ích, ví dụ sáp) và sau đó khiến chúng bị chất hữu ích mà có thể được hấp thụ vào các khu vực bên trong.

Các chất trợ lắng thường được thêm vào pha chứa nước đến cuối quá trình, ở đâu, ví dụ, thêm các monome có thể được thêm vào để tạo nguyên liệu vỏ khác và liên kết với nguyên liệu bổ sung cho bên ngoài của hạt.

Chất trợ lắng có thể thêm vào cuối của pha sau (tốt hơn là sau khi làm lạnh), khi ví dụ, nguyên liệu tạo vỏ khác (ví dụ isocyanat hơn nữa và đồng monome) cũng được thêm vào để liên kết chất trợ lắng với bề mặt ngoài của hạt bởi sự hình thành của nguyên liệu vỏ khác mà giữ phần của chất trợ lắng và dẫn đến hạt "có tóc" trong đó "tóc" bao gồm các chất trợ lắng.

Đối với hạt lõi-vỏ đơn giản, lõi không bao gồm chất hữu ích là dưới hoặc tương đương 95% trọng lượng của trọng lượng, và vỏ thường là 5% trọng lượng trở lên của trọng lượng của hạt.

Các phương án được ưu tiên cụ thể:

Nó được đặc biệt ưu tiên là hạt trên bao gồm hương thơm chứa trong lõi, bao quanh bởi lớp vỏ và/hoặc được hấp phụ thành nguyên liệu chất mang, ví dụ như loại dầu khoáng, được bao quanh bởi lớp vỏ và/hoặc chất trợ lắng poly-saccharit bên ngoài vỏ. Các hạt được đặc biệt ưu tiên có hạt có kích thước hạt từ 5 đến 50 micron.

Cách sử dụng trong các sản phẩm

Các chế phẩm sản phẩm cuối của sáng chế có thể ở bất kỳ dạng vật chất như chất rắn dạng bột hoặc hạt, viên, thanh dạng rắn, hồ dán, gel hoặc chất lỏng, cụ thể là, chất lỏng dung dịch chứa nước.

Các hạt của sáng chế có thể được đưa vào chất hoạt động bề mặt bao gồm cách thuận lợi, và cụ thể là trong các chế phẩm tẩy giặt và chế phẩm chăm sóc cá nhân. Các hạt thường được thêm vào các chế phẩm nêu trên ở các mức từ 0,001% đến 10%, tốt hơn là từ 0,005% đến 7,55%, tốt nhất là từ 0,01% đến 5% theo trọng lượng của tổng chế phẩm.

Đối với các ứng dụng tẩy giặt, thành phần hoạt tính trong các chế phẩm tốt hơn là chất có hoạt tính bề mặt hoặc chất dưỡng vải. Nhiều hơn thành phần hoạt tính có thể được thêm vào. Đối với số ứng dụng, hỗn hợp của các thành phần hoạt tính có thể được sử dụng.

Các chế phẩm có công thức bao gồm các hạt của sáng chế có thể chứa hợp chất có hoạt tính bề mặt (chất hoạt động bề mặt) có thể được chọn từ các hợp chất có hoạt tính bề mặt xà phòng và xà phòng không anion, cation, không ion, lưỡng tính và ion lưỡng tính và các hỗn hợp của chúng. Các hợp chất có hoạt tính bề mặt phù hợp có sẵn và được mô tả đầy đủ trong các tài liệu, ví dụ, trong "Surfactant-Active Agents and Detergents", Tập I và II, bởi Schwartz, Perry và Berch. Các hợp chất có hoạt tính bề mặt được ưu tiên có

thể được sử dụng là xà phòng và xà phòng tổng hợp anion, và các hợp chất không ion.

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa tuyến tính sulfonat alkylbenzen tuyến tính, cụ thể là sulfonat alkylbenzen tuyến tính có độ dài chuỗi alkyl từ C8 đến C15. Nó được ưu tiên nếu mức độ tuyến tính alkylbenzen sulfonat là từ 0% đến 30% trọng lượng, tốt hơn là từ 1% đến 25% trọng lượng, tốt nhất là từ 2% đến 15% trọng lượng, trọng lượng của tổng số chế phẩm.

Chế phẩm có chứa các chất hoạt động bề mặt anion khác với lượng thêm vào bổ sung đối với các tỷ lệ % trích dẫn ở trên. Các chất hoạt động bề mặt anion phù hợp rất phổ biến với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Các ví dụ như các ankyl sulfat bậc và bậc hai, đặc biệt là ankyl sulfat bậc C8 đến C18; ankyl sulfat; sulfonat olefin; sulfonat ankyl xylene; diankyl sulfosuccinat; và các sulfonat este axit béo. Muối natri thường được ưu tiên.

Các chế phẩm cũng có thể chứa chất hoạt động bề mặt không ion. Các chất hoạt động bề mặt không ion có thể được sử dụng bao gồm các rượu etoxylat bậc và bậc hai, cụ thể là C8 đến C20 rượu béo etoxylat hóa trung bình từ 1 đến 20 mol etylen oxit trên mỗi mol rượu, và cụ thể hơn C10 đến CL5 rượu béo bậc và bậc hai rượu etoxylat hóa trung bình từ 1 đến 10 mol etylen oxit trên mỗi mol rượu. Các chất hoạt động bề mặt không ion không được etoxylat hóa bao gồm các ankylpoliglycosit, các ete glyxerol monome, và các polihydroxyamit (glucamit).

Nó được ưu tiên nếu mức độ hoạt động bề mặt không ion là từ 0% đến 30% trọng lượng, tốt hơn là từ 1% đến 25% trọng lượng, tốt nhất là từ 2% đến 15% trọng lượng, trọng lượng của chế phẩm có công thức đầy đủ bao gồm các hạt của sáng chế.

Bất kỳ chất dưỡng vải thông thường có thể được sử dụng. Các chất dưỡng có thể là cation hoặc không ion. Nếu hợp chất dưỡng vải được dùng trong chế phẩm chất tẩy giặt chính hợp chất thông thường sẽ là không ion. Để

sử dụng trong giai đoạn rửa, thường thì chúng sẽ là cation. Chúng có thể cho ví dụ được sử dụng với lượng từ 0,5% đến 35%, tốt hơn là từ 1% đến 30% tốt hơn là từ 3% đến 25% trọng lượng của chế phẩm công thức đầy đủ bao gồm các hạt của sáng chế.

Hợp chất làm mềm vải cation phù hợp là nguyên liệu amoni bậc bốn không tan trong nước đáng kể bao gồm alkyl đơn hoặc ankenyl có chiều dài chuỗi trung bình lớn hơn hoặc bằng C20 hoặc, tốt hơn nữa là, hợp chất bao gồm nhóm đầu cực và hai chuỗi alkyl hoặc ankenyl có chiều dài chuỗi trung bình lớn hơn hoặc bằng C14. Tốt hơn là các hợp chất làm mềm vải có hai chuỗi alkyl hoặc alkenyl chuỗi dài từng có chiều dài chuỗi trung bình lớn hơn hoặc bằng C16. Tốt nhất là ít nhất 50% các nhóm alkyl hoặc ankenyl chuỗi dài có chiều dài chuỗi của C18 hoặc nhiều hơn. Nó được ưu tiên nếu alkyl chuỗi hoặc ankenyl nhóm dài của các hợp chất làm mềm vải chủ yếu là tuyến tính.

Các hợp chất amoni bậc bốn có hai nhóm béo chuỗi dài, ví dụ, distearyldimetyl amoni clorua và di(alkyl tallow được hóa rắn) dimetyl amoni clorua, được sử dụng rộng rãi trong các chế phẩm dưỡng ngâm trong nước có sẵn trên thị trường. Các ví dụ khác của các hợp chất cation được tìm thấy trong "Surfactants Science Series" trọng lượng 34 ed. Richmond năm 1990, trọng lượng 37 ed. Rubingh 1991 và trọng lượng 53 eds. Cross và Singer 1994, Marcel Dekker Inc. New York".

Các hợp chất làm mềm vải tốt hơn là các hợp chất cung cấp tính làm mềm tuyệt vời, và được đặc trưng bởi chuỗi tan $L \bullet$ đối với $L \bullet$ thay đổi nhiệt độ lớn hơn 25°C, tốt hơn là lớn hơn 35°C, tốt nhất là lớn hơn 45°C. Chuyển tiếp $L \bullet$ đến $L \bullet$ này này có thể được đo bằng quét nhiệt lượng khác nhau như được định nghĩa trong Handbook of Lipid Bilayers", D Marsh, CRC Press, Boca Raton, Florida, 1990 (trang 137 và 337).

Đáng kể là, các hợp chất làm mềm vải không tan trong nước được định nghĩa là hợp chất làm mềm vải cóotan dưới 1×10 đến 3% trọng lượng trong

nước khử khoáng ở 20°C. Tốt hơn là, các hợp chất làm mềm vải có độ hòa tan thấp hơn 1 x 10 đến 4% trọng lượng, tốt hơn là từ thấp hơn 1 x 10⁻⁸ đến 1 x 10⁻⁶% trọng lượng.

Đặc biệt ưu tiên là các hợp chất làm mềm vải cation mà là các nguyên liệu amoni bậc bốn không tan trong nước có hai nhóm alkyl C12-22 hoặc ankenyl kết nối với các phân tử thông qua ít nhất một liên kết este, tốt hơn là hai liên kết este. Di(tallowoxyloxyetyl) dimetyl amoni clorua và/hoặc tương tự mỡ cứng của nó là hợp chất được ưu tiên đặc biệt của lớp này.

Loại ưu tiên thứ hai bao gồm các chất có nguồn gốc từ Trietanolamin (sau đây gọi là 'quats TEA') như được mô tả trong ví dụ US 3.915.867. Nguyên liệu phù hợp, ví dụ, N-metyl-N, N, N-trietanolamin ditalloweste hoặc clorua của di-talloweste amoni bậc bốn được hóa rắn hoặc methosulphat. Ví dụ về các quats TEA có sẵn trên thị trường bao gồm Rewoquat WE18 và Rewoquat WE20, cả phần không bão hòa (ex. WITCO), Tetranyl AOT-1, bão hòa hoàn toàn (ex. KAO) và Stepanex VP 85, bão hòa hoàn toàn (ex. Stepan).

Đó là lợi thế nếu nguyên liệu amoni bậc bốn là sinh học phân hủy sinh học.

Nó cũng có thể bao gồm số chất hoạt động bề mặt cation monome alkyl có thể được sử dụng trong chế phẩm tẩy rửa chính đối với vải. Chất hoạt động bề mặt cation có thể được sử dụng bao gồm các muối amoni bậc bốn của công thức chung R₁R₂R₃R₄N + X trong đó nhóm R là các chuỗi hydrocacbon dài hay ngắn, thường alkyl, hydroxyalkyl hoặc nhóm alkyl etoxylat hóa, và X là ion đối kháng (ví dụ, các hợp chất trong đó R₁ là nhóm alkyl C8-C22, tốt hơn là nhóm alkyl C8-C10 hoặc C12-C14, R₂ là nhóm metyl, và R₃ và R₄, có thể giống nhau hoặc khác nhau, các nhóm metyl hoặc hydroxyetyl); và este cationic (ví dụ, este cholin).

Sự lựa chọn của hợp chất hoạt tính bề mặt (chất hoạt động bề mặt), và lượng hiện tại, sẽ phụ thuộc vào mục đích sử dụng của chế phẩm chất tẩy rửa.

Trong chế phẩm tẩy giặt dành cho vải, hệ chất hoạt động bề mặt khác nhau có thể được chọn, cũng được biết đến đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực, đối với các sản phẩm rửa tay và các sản phẩm dùng để sử dụng trong các loại khác nhau của máy giặt.

Tổng lượng của chất hoạt động bề mặt này cũng sẽ phụ thuộc vào lần sử dụng cuối theo dự định và có thể, trong các sản phẩm được xây dựng đầy đủ, được cao như 60% trọng lượng, ví dụ, trong chế phẩm cho các loại vải rửa bằng tay. Trong chế phẩm đối với máy giặt các loại vải, lượng từ 5 đến 40% trọng lượng phù hợp nói chung. Điển hình là các chế phẩm sẽ bao gồm ít nhất 2% trọng lượng bề mặt ví dụ từ 2 đến 60%, tốt hơn là từ 15 đến 40%, tốt nhất là từ 25 đến 35%, tính theo trọng lượng.

Chế phẩm tẩy giặt phù hợp để sử dụng trong máy giặt vải tự động nhất thường chứa anion bề mặt không xà phòng, hoặc hoạt động bề mặt không ion, hoặc sự kết hợp của hai ở bất kỳ tỷ lệ phù hợp, tùy chọn cùng với xà phòng.

Các chế phẩm, khi được sử dụng như chế phẩm giặt vải giặt chính, sẽ thường cũng chứa hoặc nhiều các phụ gia tẩy rửa. Tổng lượng hình thành trong các chế phẩm tẩy rửa thông thường sẽ nằm trong khoảng từ 5 đến 80% trọng lượng, tốt hơn là từ 10 đến 60% trọng lượng, theo trọng lượng của chế phẩm.

Các phụ gia tẩy rửa hữu cơ có thể có mặt bao gồm natri cacbonat, nếu muốn kết hợp với hạt giống tinh thể cho canxi cacbonat, như được trình bày trong GB 1 437 950 (Unilever); nhôm silicat tinh thể và vô định hình, ví dụ, zeolit được trình bày trong GB 1 473 201 (Henkel), nhôm silicat vô định hình được trình bày trong GB 1 473 202 (Henkel) và hỗn hợp tinh thể/nhôm silicat vô định hình được trình bày trong GB 1 470 250 (Procter & Gamble); và lớp silicat như bột lơ trong EP 164 514B (Hoechst). Các phụ gia tẩy rửa phosphat hữu cơ ví dụ, natri orthophosphat, pyrophosphat và tripolyphosphat cũng rất phù hợp để sử dụng với sáng chế này.

Các chế phẩm của sáng chế tốt hơn là có chứa kim loại kiềm, tốt hơn là natri, phụ gia tẩy rửa nhôm silicat. Nhôm silicat natri nói chung có thể được kết hợp trong công thức sản phẩm cuối với lượng từ 10 đến 70% trọng lượng (cơ sở khan), tốt hơn là từ 25 đến 50% trọng lượng.

Các nhôm silicat kim loại kiềm có thể là dạng kết tinh hoặc vô định hình hoặc hỗn hợp của chúng, có công thức chung: $0,8 \text{ } 1,5 \text{ Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0,8 \text{ } 6 \text{ SiO}_2$

Các nguyên liệu này có chứa số liên kết nước và được yêu cầu phải có khả năng trao đổi ion canxi ít nhất 50 mg CaO/g. Các nhôm silicat natri ưu tiên chứa đơn vị $1,5 \text{ } 3,5 \text{ SiO}_2$ trong công thức trên. Cả hai nguyên liệu vô định hình và các tinh thể có thể được chuẩn bị sẵn sàng bằng phản ứng giữa natri silicat và natri aluminat, như được mô tả đầy đủ trong các tài liệu. Nhôm silicat natri dạng tinh thể phù hợp sự trao đổi ion các phụ gia tẩy rửa được mô tả, ví dụ, trong GB 1 429 143 (Procter & Gamble). Nhôm silicat natri được ưu tiên của loại này là các zeolit phổ biến có sẵn trên thị trường là A và X, và hỗn hợp của chúng.

Zeolit có thể là zeolit 4A có sẵn trên thị trường đang được sử dụng rộng rãi trong các loại bột tẩy giặt. Tuy nhiên, theo phương án được ưu tiên của sáng chế, phụ gia tẩy rửa zeolit kết hợp trong các chế phẩm của sáng chế là zeolit P nhôm tối đa (zeolit MAP) như được mô tả và được bảo hộ trong EP 384 070A (Unilever). Zeolit MAP được định nghĩa là nhôm silicat kim loại kiềm của loại P zeolit có silicon tỷ lệ trọng lượng nhôm không quá 1,33, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,90 đến 1,33, và tốt hơn là trong khoảng từ 0,90 đến 1,20.

Đặc biệt ưu tiên là MAP zeolit có tỷ lệ trọng lượng silicon so với nhôm không quá 1,07, tốt hơn nữa là khoảng 1,00. Năng lực liên kết canxi của MAP zeolit thường là ít nhất 150 mg CaO mỗi g nguyên liệu khan.

Phụ gia tẩy rửa hữu cơ có thể có mặt bao gồm các polyme polycarboxylat như polyacrylat, acrylic/copolyme maleic, và phosphinat

acrylic; polycarboxylat monomeic như citrat, gluconat, oxydisuccinat, glycerol mono, di- và trisuccinat, succinat carboxymetyloxy, carboxymetyloxymalonat, dipicolinat, hydroxyetyliminodioxetat, alkyl và alkenylmalonat và succinat; và đã được sulfonat muối axit béo. Danh sách này không nhằm mục đích giới hạn sáng chế.

Phụ gia tẩy rửa hữu cơ đặc biệt ưu tiên là xitrat, phù hợp sử dụng trong chế phẩm được hình thành toàn diện với lượng từ 5 đến 30% trọng lượng, tốt hơn là từ 10 đến 25% trọng lượng; và polyme acrylic, đặc biệt hơn là copolyme acrylic/maleic, phù hợp sử dụng với lượng từ 0,5 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là từ 1 đến 10% trọng lượng.

Phụ gia tẩy rửa, cả vô cơ và hữu cơ, tốt hơn là trong muối kim loại kiềm, đặc biệt là muối natri, hình thức.

Chế phẩm chứa các hạt theo sáng chế cũng có thể chứa hệ tẩy phù hợp. Chế phẩm giặt vải có thể chứa hợp chất tẩy peroxy mong muốn ví dụ, muối peraxit vô cơ hay hữu cơ peroxyaxit, có khả năng tạo ra hydro peroxit trong dung dịch nước.

Hợp chất tẩy peroxy phù hợp bao gồm peroxit hữu cơ như urê peroxit, và muối peraxit vô cơ như kiềm perborat kim loại, percacbonat, perphosphat, persilicat và persulphat. Muối peraxit vô cơ được ưu tiên là natri perborat monohydrat và tetrahydrat, và natri percacbonat.

Đặc biệt được ưu tiên là natri percacbonat có lớp phủ bảo vệ chống lại bất ổn định bởi độ ẩm. Natri percacbonat có lớp bảo vệ bao gồm natri metaborat và natri silicat được bộc lộ trong GB 2 123 044B (Kao).

Hợp chất tẩy peroxy phù hợp hiện nay trong sản phẩm được xây dựng toàn diện với lượng từ 0,1 đến 35% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,5 đến 25% trọng lượng. Hợp chất giặt tẩy peroxy có thể được sử dụng kết hợp với chất tẩy hoạt tính (tiền chất tẩy) để cải thiện hoạt động tẩy rửa ở nhiệt độ thấp. Tiền chất tẩy là thuốc tẩy phù hợp này với lượng từ 0,1 đến 8% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,5 đến 5% trọng lượng.

Tiền chất tẩy được ưu tiên là tiền chất axit peroxycarboxylic, tốt hơn là tiền chất axit, cụ thể là peraxetic và tiền chất axit pernoanoic. Tiền chất tẩy được ưu tiên đặc biệt phù hợp để sử dụng trong các sáng chế là N, N, N', N', tetraxetyl etylendiamin (TAED) và natri nonanoyloxybenzen sulfonat (snobs). Amoni bậc bốn và tiền chất tẩy phosphonium được bộc lộ trong US 4 751 015 và US 4 818 426 (Lever Brothers Company) và

EP 402 971A (Unilever), và các tiền chất tẩy cation được bộc lộ trong EP 284 EP 303 và 292A 520A (Kao) cũng đáng quan tâm.

Hệ tẩy trắng có thể được, hoặc bổ sung hoặc thay thế bằng peroxyaxit. Ví dụ về các peraxit như vậy có thể được tìm thấy ở US 4 686 063 và US 5 397 501 (Unilever). Ví dụ ưu tiên là imido lớp peroxycarboxylic của peraxit mô tả trong EP A 325 288, EP A 349 940, DE 382 3172 và EP 325 289. Ví dụ được ưu tiên cụ thể là phthalimido peroxy axit caproic (PAP). Peraxit như vậy phù hợp với 0,1 đến 12% trọng lượng, tốt hơn là 0,5 đến 10% trọng lượng.

Chất làm ổn định chất tẩy (chuyển đổi kim loại cô lập) cũng có thể có mặt trong các sản phẩm được bào chế theo công thức đầy đủ. Chất ổn định phù hợp bao gồm thuốc tẩy etylendiamin tetra-axetat (EDTA), các polyphosphonat như Dequest (Trade Mark) và chất ổn định phosphat không như EDDS (etylen diamin di axit succinic). Các chất ổn định giặt tẩy cũng rất hữu ích để loại bỏ vết bẩn đặc biệt là trong sản phẩm cuối cùng có chứa hàm lượng thấp của loại tẩy trắng hoặc các loại không tẩy trắng.

Hệ chất tẩy được ưu tiên đặc biệt bao gồm hợp chất tẩy peroxy (tốt hơn là natri percacbonat tùy chọn cùng với hoạt chất tẩy trắng), và quá trình chuyển đổi chất xúc tác kim loại chất tẩy như mô tả và được bảo hộ trong EP 458 397A,

EP 458 EP 509 và 398A 787A (Unilever).

Thuận lợi trong các chế phẩm các chất hữu ích trong sáng chế, cụ thể là, các thành phần hương liệu có thể được sử dụng rất nhạy cảm với chất tẩy

trắng như việc bao nang, ví dụ, thành phần chứa hương liệu trong các hạt sẽ cung cấp số mức độ bảo vệ đối với thành phần chứa hương liệu hoặc chất hữu ích khác.

Các chế phẩm được bào chế theo công thức hoàn toàn cũng có thể chứa hoặc nhiều enzym hơn.

Enzym phù hợp bao gồm các proteaza, amylaza, cellulaza, oxidaza, peroxidaza và lipaza có thể sử dụng để kết hợp với chế phẩm tẩy rửa. Enzym phân giải protein ưu tiên (proteaza) là nguyên liệu xúc tác protein hoạt động gây suy thoái, làm thay đổi các loại protein của các vết bẩn khi hiện như trong vết bẩn trên vải trong phản ứng thủy phân. Chúng có thể là bất kỳ nguồn gốc phù hợp, chẳng hạn như rau, động vật, vi khuẩn hoặc nấm men có nguồn gốc.

Enzym phân giải protein hoặc proteaza nhiều chất lượng và nguồn gốc và có hoạt động nằm trong phạm vi pH khác nhau từ 4 đến 12 có sẵn và có thể được sử dụng trong sáng chế ngay lập tức. Ví dụ về các enzym phân giải protein phù hợp là subtilisins được lấy từ các chủng cụ thể của *B. Subtilis* B. licheniformis, như Maxataza subtilisins có sẵn trên thị trường (Trade Mark), như được cung cấp bởi Genncor International NV, Delft, Hà Lan, và Alcalaza (Trade Mark), như được cung cấp bởi Novozymes Industri A/S, Copenhagen, Denmark.

Đặc biệt phù hợp là proteaza thu được từ chủng vi khuẩn *Bacillus* có hoạt động mạnh nhất trong suốt phạm vi pH từ 8 đến 12, đang có sẵn trên thị trường, ví dụ như từ Novozymes Industri A/S dưới tên thương mại đã đăng ký Esperaza (Trade Mark) và Savinaza (Trade Mark). Sự điều chế của các enzym và tương tự như được mô tả trong 1 GB 243 785. Proteaza thương mại khác là Kazusaza (Trade Mark có thể thu được từ Showa Denko của Nhật Bản), Optimaza (Trade Mark từ Miles Kali Chemie, Hannover, West Germany), và Superaza (Trade Mark có thể thu được từ Pfizer của US).

Enzym tẩy rửa thường được sử dụng trong các sản phẩm được bào chế hoàn toàn ở dạng hạt với số lượng khoảng từ 0,1 đến khoảng 3,0% trọng

lượng trên sản phẩm. Tuy nhiên, bất kỳ hình thức vật chất phù hợp của enzym có thể được sử dụng. Thuận lợi trong các chế phẩm của các chất hữu ích sáng chế, ví dụ, thành phần chứa hương liệu, có thể được sử dụng mà rất nhạy cảm với các enzym như việc bao nang các thành phần chứa hương liệu (hoặc chất hữu ích khác) trong các hạt sẽ cung cấp số mức độ bảo vệ đối với thành phần chứa hương liệu (hoặc chất hữu ích khác).

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa kim loại kiềm, tốt hơn là natri cacbonat, để tăng khả năng tẩy rửa và dễ dàng xử lý. Natri cacbonat có thể phù hợp có mặt trong các sản phẩm được bào chế hoàn toàn với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 60% trọng lượng, tốt hơn là từ 2 đến 40% trọng lượng. Tuy nhiên, chế phẩm có chứa ít hoặc không có natri cacbonat cũng nằm trong phạm vi của sáng chế.

Chế phẩm chất tẩy giặt hình thành theo công thức đầy đủ khi pha loãng trong dung dịch rửa (trong chu kỳ giặt điển hình) thường sẽ cung cấp cho pH của dung dịch rửa từ 7 đến 10,5 cho chất tẩy rửa chính.

Chế phẩm hạt chất tẩy rửa được điều chế phù hợp bằng cách sấy khô phun bùn nhiệt thành phần nhạy cảm tương thích, và sau đó phun vào hoặc sau liều dùng các nguyên liệu không phù hợp cho chế biến thông qua bùn. Các chất tẩy rửa theo công thức có kỹ năng sẽ không có khó khăn trong việc quyết định các thành phần nên được bao gồm trong bùn và không nên. Nó đặc biệt hữu ích để thêm các hạt chứa hương liệu của sáng chế này thông qua sau dùng thuốc.

Chế phẩm hạt chất tẩy rửa tốt hơn là có cường độ lớn của ít nhất 400 g/lít, tốt hơn là ít nhất là 500 g/lít. Chế phẩm đặc biệt được ưu tiên có cường độ lớn của ít nhất là 650 g/lít, tốt hơn là ít nhất 700 g/lít.

Bột như vậy có thể được điều chế hoặc tháp làm cô đặc bột khô phun, hoặc bằng phương pháp hoàn toàn không tháp như trộn khô và hạt; trong cả hai trường hợp, trộn tốc độ cao/tạo hạt thuận lợi có thể được sử dụng. Quá

trình sử dụng máy trộn tốc độ cao/tạo hạt thuận lợi được bộc lộ, ví dụ, trong EP 340 013A, 339A EP 367, EP 390 EP 420 và 251A 317A (Unilever).

Chế phẩm tẩy rửa dạng lỏng có thể được điều chế bởi sự trộn các thành phần cần thiết và tùy chọn của chúng trong bất kỳ thứ tự mong muốn cung cấp cho chế phẩm có chứa các thành phần trong các nồng độ cần thiết. Tác động theo sáng chế cũng có thể ở hình thức nhỏ gọn có nghĩa là nó sẽ chứa mức độ thấp của nước so với chất tẩy rửa dạng lỏng thông thường.

Để các sáng chế có thể vẫn được tiếp tục tìm hiểu và đem ra thực hành nó sẽ được trình bày cụ thể với tham chiếu đến các ví dụ sau đây:

Ví dụ thực hiện sáng chế

Nguyên liệu được sử dụng

Nguyên liệu được sử dụng trong các ví dụ sau đây được tóm tắt trong Bảng 1.

Bảng 1: Tên, nhà cung cấp và mô tả các nguyên liệu được sử dụng trong các ví dụ.

Nguyên liệu	Nhà cung cấp	Mô tả/Chức năng
Diethylentriamin (DETA)	Alfa Axesar	Amin phản ứng để tạo thành vỏ polyamit
Terephthaloyl clorua	Aldrich	Phản ứng axit clorua để tạo thành vỏ polyamit
PVA (5-88)	Kuraray	Poly (rượu vinyl) keo ổn định
Muối Dodecylbenzensulfonic axit natri (LAS)	Aldrich	Chất hoạt động bề mặt anion
Synperonic A7	Uniqema	Rượu etoxylat béo, hoạt động bề mặt không ion
Natri cacbonat	Shanghai Lingfeng Chemical Reagent Co., Ltd	điều chỉnh độ pH
Natri bicacbonat	Shanghai Hongguang Co.,	điều chỉnh độ pH

Các hương liệu mẫu được điều chế để sử dụng trong các ví dụ sau đây, các chế phẩm trong số đó được tóm tắt trong Bảng 2.

Bảng 2: Chế phẩm của các hương liệu mẫu, cho thấy thành phần, nhà cung cấp và số lượng.

Thành phần	Lượng (% trọng lượng của toàn bộ chế phẩm chứa hương liệu)	Nhà cung cấp
Hương X		-
Linalool	60%	Fluka
Benzyl axetat	30%	TCI
Limonen	10%	TCI
Hương liệu Y ¹		Fragrance Oils International Ltd.
Linalyl axetat	6,7	-
OTBCA ²	11,3	-
Cyclopentadecanolid	6,7	-
Manzanat	6,7	-
Octanol	6,7	-
Tetra thủy linalool	6,7	-
Benzyl axetat	6,7	-
Damascone, delta	1,6	-
Dodecylaldehyt	6,7	-
Verdyl axetat	6,7	-
Ionone beta	6,7	-
Bangalol	6,7	-
Iso E super (OTNE) ³	6,7	-
Hexyl aldehyt cinnamic	6,7	-
Nguyên liệu chứa hương liệu thô khác "Z"		
Octanal (C8 aldehyt béo)		
Aldehyt dodecyl (C12 aldehyt béo)		
benzyl alcohol (rượu thơm bậc nhất)		
Octyl rượu (rượu béo bậc nhất)		

¹ được cung cấp bởi Fragrance Oils International Ltd.

² Ortho-tertiary-butyl cyclohexyl axetat

³ 1-(1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-2,3,8,8-tetrametyl-2-naphtyl)etan-1-on

Ví dụ 1: - Điều chế Bao nang 1X, Bao nang 1Y phù hợp với sáng chế và Bao nang AZ

Phương pháp điều chế Bao nang 1X và Bao nang 1Y

Bao nang 1X và Bao nang 1Y, bao gồm hương liệu X và hương liệu Y tương ứng, đã được điều chế bằng cách sử dụng phương pháp sau đây: -

Bước 1: Các chất lỏng sau đây được điều chế

Chất lỏng A: 2,4 ml hương liệu (X hoặc Y) và 0,27 g terephthaloyl clorua được trộn cho đến khi clorua terephthaloyl được hòa tan để có được chất lỏng nhớt.

Dung dịch nước B: 30 ml nước khử ion có chứa 1% trọng lượng PVA (5-88) được điều chế và điều chỉnh pH đến giá trị mong muốn sử dụng 1M NaOH.

Dung dịch nước C: 3,9 ml DETA được hòa tan trong 6 ml nước khử ion.

Bước 2: Chất lỏng A sau đó được thêm vào dung dịch B dưới sự đồng nhất tại 6000 rpm và hỗn hợp nhũ tương trong 5 phút. Dung dịch C sau đó được thêm vào từng giọt nhũ tương đồng nhất và được tiếp tục trong 10 phút. Kết quả của việc ngưng tụ các bao nang polyamit, được chỉ định "Bao nang 1X" hoặc "Bao nang 1Y" được phép cho khoảng 24h để có được các bao nang bunn để sử dụng trong các ví dụ sau đây.

Lưu ý về việc điều chế của Ví dụ so sánh AZ

Phương pháp điều chế tương tự như trên ngoại trừ nguyên liệu thô chứa hương liệu, được chỉ định là "Z" trong Bảng 2 nêu trên được sử dụng cho việc điều chế của chất lỏng A.

Nó đã được tìm thấy, tuy nhiên, độ nhớt của chất lỏng A tăng liên tục trong quá trình trộn và hỗn hợp cuối biến thành gel. Sự đồng nhất tiếp theo của dung dịch A được tạo gel với dung dịch chứa nước B đã không thành công. Vì vậy, ví dụ so sánh, trong đó bao gồm các thành phần chứa hương liệu đã vượt ra ngoài phạm vi của sáng chế, thất bại.

Ví dụ 2: Phương pháp đánh giá sự lắng đọng và hiệu suất phát tán hương liệu sử dụng Bao nang 1X và Bao nang 1Y

Trong ví dụ sau, Bao nang 1X được sử dụng cho các nghiên cứu về polyeste, trong khi Bao nang 1Y đã được sử dụng trong nghiên cứu bông.

Đánh giá của phương pháp lắng đọng bao nang chứa hương liệu

Việc phân phát các bao nang chứa hương thơm polyamit, Bao nang 1X hoặc Bao nang 1Y, đối với vải trong quy trình tẩy giặt mẫu được đánh giá như sau.

1. Dung dịch chất hoạt động bề mặt được điều chế bằng cách hòa tan LAS (dodecylbenzensulfonic muối axít natri) (5,0 g) và Synperonic A7 (5,0 g) trong nước khử ion với tổng số là 1,0 lít. Nồng độ chất hoạt động bề mặt của dung dịch cuối là 1,0 g/L.

2. Dung dịch đệm bazơ được điều chế bằng cách hòa tan natri cacbonat (7,5 g) và natri bicacbonat (2,4 g) trong nước khử ion với tổng số là 1,0 lít. Nồng độ đệm cơ bản là 0,1 M.

3. 55 ml rượu tẩy rửa mẫu (1,0 g/L chất hoạt động bề mặt, 0.01M đệm bazơ chứa 800 ppm bao nang polyamit (Bao nang 1X hoặc Bao nang 1Y) được điều chế trong chai 60 ml và 5,0 ml dịch chất lấy ra để hấp thụ lưu ở 400nm. Giá trị độ hấp thụ này đại diện cho 100% bao nang trong dung dịch tẩy rửa trước quá trình rửa chai.

4. mảnh (20x20 cm) của polyeste dệt kim không huỳnh quang (tổng trọng lượng 5,2 g) hoặc ba mảnh (10x10 cm) vải cotton không huỳnh quang (tổng trọng lượng 4,5 g), sau đó được đặt vào các chai và lọ kín.

5. Chai sau đó được lắc với tốc độ 125 rpm ở 40°C trong 30 phút để mô phỏng quy trình giặt chính.

6. Các loại vải sau đó được lấy ra và được vắt chặt bằng tay trước 5,0 ml dịch chất của rượu giặt chính được đưa ra cho hấp thụ lưu ở 400 nm. Số lượng bao nang polyamit hấp phụ trên vải được xác định bằng chênh lệch độ đục trước/sau khi bước.

7. Chai sau đó đã được ngâm hoàn toàn và vải được vắt trong 50 ml nước khử ion được thêm vào. Chai sau đó được lắc ở 40°C trong 10 phút ở 125 rpm để mô phỏng quy trình tẩy rửa.

8. Các loại vải sau đó được lấy ra và vắt bằng tay như trước. A 5,0 ml dịch chất của rượu rửa được lấy ra để hấp thụ lưu ở 400 nm. Lượng mất mát của bao nang polyamit hấp thụ từ vải rửa 1 bước có thể được xác định theo sự khác biệt độ đục. Quy trình tẩy rửa này được lặp lại và số lượng mất mát của bao nang từ vải rửa thứ hai này được xác định phù hợp.

Đánh giá thực hiện phát tán hương liệu - phương pháp

Thực hiện phát tán hương liệu của bao nang được đánh giá bằng Tergotometer để kích thích máy giặt cửa trên. Quy trình điển hình được mô tả như sau:

Xử lý vải

- 500 ml nước khử ion có chứa chất tẩy rửa dạng lỏng (như nồng độ chất hoạt động bề mặt cuối trong chất lỏng tẩy rửa là 1,0 g/L,) đã được thêm vào nồi 1000 ml và Bao nang 1X hoặc Bao nang 1Y (lưu ý là tổng lượng hương liệu là 5 mg) được thêm vào.
- 5 mg hương liệu tự do (X hoặc Y) được bổ sung vào nồi thứ hai có chứa chất lỏng tẩy giặt, như kiểm soát.
- mảnh (20 x 20 cm) của polyeste dệt kim không huỳnh quang hoặc phần (20 x 20 cm) của khăn bông xù sau đó được đặt vào nồi và tẩy rửa được thực hiện ở 40°C trong 30 phút để mô phỏng quy trình tẩy rửa chính.
- Các loại vải sau đó được lấy ra và vắt bằng tay, và nồi triệt được ngâm toàn bộ.
- Vải được vắt sau đó được đưa trở lại vào nồi và 500 ml nước khử ion sau đó thêm vào.
- Tẩy rửa sau đó được tiếp tục ở 40°C cho thêm 5 phút nữa để mô phỏng thủ tục rửa.

- Vải sau đó đã được mang ra và vắt thêm lần nữa.
- Quy trình ngâm được lặp lại và vải được vắt lấy ra để đánh giá thêm.

Đánh giá về sự phát tán hương liệu

- 1,0 g vải được cắt từ các tấm rửa sạch và ngâm trong 50 ml etanol trong chai.
- Vải còn lại đã được sấy khô theo dòng ở nhiệt độ phòng trong vòng 24 giờ.
- Chai sau đó được lắc ở 40°C trong 24 giờ và hương liệu chiết xuất từ vải (hương liệu sau khi tẩy rửa) được đánh giá sử dụng GC-MS. Hơn 1,0 g vải được cắt từ các tấm vải dòng khô và hương liệu được chiết xuất bằng cách sử dụng cùng phương pháp trình bày ở trên, và cường độ hương liệu (sau khi sấy) được đánh giá sử dụng GC-MS. Hương liệu X được theo sau bởi thành phần linalool và limonen của nó, trong khi cho Hương liệu Y, linalyl axetat, ortho-tertiary-butyl axetat xyclohexyl (OTBCA) và cyclopentadecanolit được các đỉnh đã được chọn ra.

Lưu ý: -

1 Điều kiện GC-MS để đánh giá Hương liệu X:

Thiết bị: Agilent 6890 GC được trang bị với Agilent 5975B MS và PAL CTC sampler

Trọng lượng tiêm: 10µL

Lò nung: 50°C giữ 1 phút, 20°C/phút đến 180°C, 40°C/phút đến 280°C và giữ trong 2 phút

Thời gian chạy: 12 phút

Đầu vào: 250°C, không bị tràn

Chất mang: He, 1,0 ml/phút

Cột: HP-Innowax Polyetylen Glycol, Agilent 19091N-133

Số thu được: SIM, m / z 68, 93, 136

2. Điều kiện GC-MS để đánh giá Hương liệu Y:

Thiết bị: Agilent 6890 GC trang bị Agilent 5975B MS và PAL CTC sampler

Trọng lượng tiêm: 10 μ L

Lò nung: 60°C giữ 1 phút, 15°C/phút đến 300°C và giữ trong 3 phút

Thời gian chạy: 20 phút

Đầu vào: 250°C, không bị tràn

Chất mang: He, 1,0 ml/phút

Cột: HP-5ms, 5% Phenyl Metyl siloxycitrat, Agilent 19091S-433

Số thu được: SIM, m / z 73, 84, 102, 108

Ví dụ 3: Thực hiện phát tán hương liệu của Bao nang 1X và Bao nang 1Y

Việc thực hiện phát tán hương liệu của polyamit Bao nang 1X và Bao nang 1Y, so với các loại hương liệu tự do X và Y được tóm tắt trong bảng 3 và 4.

Bảng 3: Thực hiện phát tán hương liệu của polyamit Bao nang 1X trên polyeste, thể hiện các thành phần linalool và Limonen.

Thành phần hương liệu*	Bao nang chứa hương liệu	Cường độ hương liệu trên polyeste	
		Sau khi rửa	Sau khi khô
Linalool	Hương liệu tự do X (kiểm soát)	0,2	0,1
	Bao nang 1X	1,2	0,4
Limonen	Hương liệu tự do X (kiểm soát)	5,2	1,6
	Bao nang 1X	16,0	6,3

* Hương liệu mẫu cho nghiên cứu là X. linalool và Limonen đã được sử dụng như là thành phần mẫu để đánh giá.

Bảng 4: Thực hiện phát tán hương liệu của polyamit 1Y Bao nang bông

Thành phần hương liệu*	Bao nang hương liệu	Cường độ hương liệu trên khăn tắm bông xù	
		Sau khi rửa	Sau khi khô
Linalyl axetat	Hương liệu tự do (kiểm soát)	1,5	0
	bao nang polyamit	5,3	0,8
OTBCA	Hương liệu tự do (kiểm soát)	5,0	0,1
	polyamit bao nang	8,1	1,8
Cyclopentadecanolid	Hương liệu tự do (kiểm soát)	15,0	3,4
	bao nang polyamit	33,5	12,6

* Các loại các hương liệu mẫu cho nghiên cứu là Y. Linalyl axetat, OTBCA và Cyclotadecanolid được sử dụng như là thành phần mẫu để đánh giá như là đại diện cho hàng đầu, giữa và lưu ý cơ bản, tương ứng.

Được thấy rằng vải được xử lý bằng chất tẩy rửa dạng lỏng gồm các bao nang polyamit phù hợp với các sáng chế, có cường độ hương liệu cao hơn so với điều trị bằng chất tẩy rửa tương tự có chứa hương liệu tự do tương ứng.

Ví dụ 4: Hiệu quả làm mới kéo dài sử dụng bao nang 1X

Quy trình điển hình được mô tả như sau:

Bao nang 1X (có chứa 30mg nước hoa X) hoặc 30mg hương liệu tự do X (kiểm soát) đã bị bỏ vào mảnh (6x6 cm) vải polyeste dệt kim. Các loại vải được treo và để khô tự nhiên ở nhiệt độ phòng. Sau các giai đoạn 7h và 16h, vải được đưa vào 10 ml aketon và sonifi hóa trong 90 giây (chế độ xung tuần hoàn bao gồm 2 hoạt động thứ hai và tạm ngưng 5 giây) để phá vỡ các bao nang hương liệu hoàn toàn. Hương liệu chiết xuất từ vải đã được đánh giá sử dụng GC-MS.

Các kết quả được trình bày trong Bảng 5 dưới đây.

Bảng 5: Hương liệu còn lại trên vải sau khi sấy từ 7h và 16h

Thành phần hương liệu *	Bao nang chứa hương liệu	Các loại nước hoa còn sót lại trên bề mặt, sau khi khô trong thời gian nhất định	
		7h	16h
Linalool	Hương liệu X (kiểm soát)	0	0
	Bao nang 1X	29%	30%
Limonen	Hương liệu X (kiểm soát)	0	0
	Bao nang 1X	34%	35%

* Hương liệu mẫu cho nghiên cứu là LBL.

Linalool và Limonen đã được sử dụng như là thành phần mẫu để đánh giá.

Được thấy rằng các bao nang phù hợp với các sáng chế có thể giữ lại hương liệu hơn trên bề mặt hơn so với hương liệu tự do. Như vậy, so sánh với hương liệu tự do, bao nang theo sáng chế có thể thấy sự tươi mới lâu dài tốt hơn.

Ví dụ 5: So sánh giữa Bao nang 2 MC và bao nang dựa vào Melamin-Formaldehyt có sẵn trên thị trường (Bao nang A-MC)

Melamin-formaldehyt (MF) dựa vào bao nang chứa hương liệu là công nghệ hàng đầu hiện nay trên thị trường đối với sự làm mới kéo dài.

Vì vậy, sự so sánh giữa các bao nang polyamit của sáng chế này với bao nang MF có sẵn trên thị trường được thực hiện.

Nguyên liệu

bao nang melamin-formaldehyt, có chứa loại hương liệu được gọi là "hương liệu Mango Citrus" (kích thước 20 mm, nồng độ hương liệu là 28%),

được chỉ định là "Bao nang A-MC", đã thu được trên thị trường từ Givaudan. Hương liệu tự do cũng tự thu được từ nhà cung cấp này.

Điều chế Bao nang 2-MC

bao nang polyamit gồm hương liệu Mango Citrus (Bao nang 2-MC) đã được điều chế. Quy trình điều chế Bao nang 2-MC tương tự như những gì thể hiện trong Ví dụ 1. Giá trị pH của dung dịch nước B đã được điều chỉnh để sử dụng 7,8 1,0 M NaOH.

Xác định sự thoát ra của bao nang chứa hương liệu

Thủ tục thẩm định cho sự thoát ra của hương liệu (phương pháp tiêm trực tiếp)

Quy trình diễn hình như sau:

- 0.375g Bao nang 2 MC bunn đã được đưa vào lọ 20 ml bằng buret, mà 3,0 ml Persil nhỏ và Mighty có sẵn trên thị trường (UK) đã được bổ sung. Hỗn hợp này sau đó đã được trộn hoàn toàn.
- Các lọ sau đó đã được đặt dưới lưu trữ ở nhiệt độ phòng trong 1 tuần.
- Sau thời gian lưu trữ tuần, 6 ml nước được thêm vào lọ để làm giảm độ nhớt của hỗn hợp.
- Hỗn hợp này sau đó được sử dụng bộ lọc qua màng lọc hướng ống tiêm (0,45 mm, PES phim, ANPEL Scientific Instrument Co., Ltd.) để loại bỏ các bao nang dạng rắn.
- Dịch lọc được tiếp tục pha loãng 4 lần bằng cách thêm aketon và sau đó phân tích bằng GC-MS (sử dụng các thông số sau: -

Thiết bị: Agilent 6890 GC trang bị Agilent 5975B MS và PAL CTC sampler

Trọng lượng tiêm: 10µL

Lò nung: 40°C giữ trong 2 phút, 10°C/phút đến 200°C, 5°C/phút đến 220°C và giữ cho 1 phút, 10°C/phút đến 300°C

Thời gian chạy: 31min

Đầu vào: 280°C, không bị tràn

Chất mang: He, 1,0 ml/phút

Cột: HP-5ms, 5% Phenyl Metyl siloxycitrat, Agilent 19091S-433

Chế độ Acquisition: SIM, m / z 68, 82, 93, 112, 177, 189, 197, 220

Lượng hương liệu thoát ra từ bao nang để hình thành công thức (ký hiệu là C) do đó có thể được tính bằng cách nhân cường độ hương liệu từ GC-MS kết quả của tổng số lần pha loãng.

Để đánh giá tổng lượng hương liệu bên trong bao nang, quy trình sau đây đã được thông qua:

- Cùng lượng Bao nang 2 MC bunn được chuyển vào lọ 20 ml và 3 ml aketon được thêm vào.
- Các lọ sau đó đã được niêm phong và lắc ở 30°C/150 rpm trong 3 giờ và sau đó các bao nang trong aketon gián đoạn kỹ dùng Sonifier (BRANSON S-250D) trong 2 phút.
- Các giải pháp aketon kết quả được đánh giá bằng GC-MS sau khi được lọc bởi bộ lọc ống tiêm-driven (0,45 mm, Nylon phim, ANPEL Scientific Instrument Co., Ltd.) để loại bỏ các bản vá lỗi vách của bao nang.
- Cuối cùng cường độ hương liệu C_0 đã thu được và coi như 100% lượng hương liệu bên trong bao nang (tức là không thoát ra).

Tỷ lệ hương liệu thoát ra (PLP) có thể được tính từ như vậy từ công thức dưới đây:

$$PLP = (C/C_0) \times 100\%$$

Hương liệu thoát ra (sau 1 tuần lưu trữ) trong chế phẩm được điều chế theo công thức chất tẩy rửa dạng lỏng

Các đặc tính hương liệu thoát ra của Bao nang 2 MC và Bao nang A-MC được so sánh sau khi được ủ trong chất tẩy rửa lỏng trong 1 tuần ở nhiệt độ phòng và kết quả thể hiện trong Bảng 6.

Bảng 6: Tỷ lệ hương liệu thoát ra (PLP) từ Bao nang 2 MC và Bao nang A-MC sau lưu trữ trong 1 tuần.

Thành phần hương liệu Mango Citrus		% Thoát ra từ Bao nang A-MC	% Thoát ra từ Bao nang 2-MC
Hương đầu	β -pinn	12,7	2,4
	Limonen	20,0	3,0
Hương giữa	Ionon	36,0	17,0
	Lilyaldehyt	14,3	5,0
Hương cuối	Peonil & Nectaryl	8,2	13,0

Được thấy rằng hầu hết các thành phần hương liệu cho thấy sự thoát ra thấp hơn đáng kể từ Bao nang 2 MC so với điều đó từ Bao nang A-MC.

Ví dụ 6: So sánh sự lắng đọng của bao nang chứa hương liệu

Các thực hiện của sự lắng đọng của Bao nang 2 MC và Bao nang A-MC trên các loại vải được đánh giá thông qua quy trình rửa chai. Quy trình điển hình là tương tự như mô tả ở trên trong Ví dụ 2 ngoại trừ rượu rửa bắt đầu (55 ml) được làm với 3,0 g/L chất tẩy rửa lỏng Persil Small và Mighty (UK – sản phẩm có sẵn trên thị trường) và 0,45% Bao nang 2-MC (hoặc Bao nang A-MC).

Các kết quả lắng đọng được đưa ra trong Bảng 7

Bảng 7: Sự lắng đọng của Bao nang 2 MC và Bao nang A-MC trong quy trình giặt chính.

Loại bao nang	Công thức	Loại vải	Lắng đọng sau khi giặt chính (%)	Lắng đọng sau hai lần xả (%)
Bao nang A-MC	Persil Small & Mighty	polyeste	16	0
Bao nang 2-	Persil Small &	polyeste	39	4

MC	Mighty			
Bao nang A-MC	Persil Small & Mighty	bông	38	8
Bao nang 2-MC	Persil Small & Mighty	bông	51	23

Nó sẽ được nhận thấy rằng Bao nang 2 MC cho thấy hiệu suất lắng đọng cao hơn Bao nang A-MC trên cả hai loại vải polyeste và vải bông từ cả hai công thức chất tẩy rửa dạng lỏng.

Ví dụ 7: Ảnh hưởng của lượng (% trọng lượng) của aldehyt chuỗi dài trong lõi hương liệu

Phương pháp điều chế Bao nang

Bước 1: - Các chất lỏng sau đây được điều chế:

Lỏng A: aldehyt tritcyclic đã được bổ sung vào hương liệu Y để điều chỉnh lượng (% trọng lượng) của aldehyt chuỗi dài trong hương liệu kết quả. 2,4 ml của mỗi hương liệu với lượng khác nhau của aldehyt chuỗi dài (thể hiện trong Bảng 8 dưới đây) và 0,27 g terephthaloyl clorua được trộn cho đến khi clorua terephthaloyl hòa tan để có được chất lỏng nhớt.

Dung dịch nước B: 30 ml nước khử ion có chứa 1% trọng lượng PVA (5-88) đã được điều chế.

Giải pháp C nước: 3,9 ml DETA được hòa tan trong 6 ml nước khử ion.

Bước 2: - Chất lỏng A sau đó đã được thêm vào dung dịch B dưới đồng nhất tại 6000 rpm và hỗn hợp nhũ tương trong 5 phút. Dung dịch C sau đó được thêm vào từng giọt nhũ tương đồng nhất và được tiếp tục trong 10 phút. Ngưng tụ kết quả bao nang polyamit được phép đến tuổi trong 24 giờ để có được các bao nang bùn để đánh giá.

Các chất bùn nang được phân tích cho tập hợp bằng cách sử dụng kính hiển vi quang học.

Các kết quả được đưa ra trong Bảng 8 dưới đây.

Bảng 8: Ảnh hưởng của lượng aldehyt chuỗi dài trong hương liệu trên các đặc tính bao nang.

Lượng (% trọng lượng) của aldehyt chuỗi dài trong hương liệu	13.4% (Hương liệu Y)	15,0%	20,0%	100,0%
Hình thái học của bao nang polyamit	không có kết tụ	kết tụ	kết tụ nhiều	Không thể bào chế bao nang

Các tác giả sáng chế nhận thấy rằng quá trình kết tụ bắt đầu xuất hiện khi lượng aldehyt chuỗi dài là trên 15% trọng lượng và kết tụ nhiều hơn khi lượng này là khoảng 20% trọng lượng. Tuy nhiên, việc sử dụng hương liệu Y theo sáng chế thì không có sự kết tụ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hạt chứa:

(a) lõi bao gồm chất hữu ích;

(b) vỏ, trong đó bao gồm vỏ polyamit, và trong đó polyamit này bao gồm nhóm thơm; và

(c) chất trợ lắng tùy ý;

trong đó chất hữu ích gồm 70 đến 100% trọng lượng, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích, thành phần được chọn từ rượu bậc ba, aldehyt được thế tại vị trí alpha, keton và keten béo và thơm và hỗn hợp của chúng, trừ chất béo mạch vòng có chứa các nhóm chức có cực;

và chất hữu ích này chứa i) 0 đến 0,5% trọng lượng rượu béo bậc nhất và ii) 0 đến 0,5% trọng lượng rượu thơm bậc nhất và chứa dưới 15% trọng lượng của các aldehyt béo có chiều dài chuỗi từ 8 đến 22, theo tổng trọng lượng của chất hữu ích này,

trong đó polyamit này bao gồm ít nhất một monome có thể trộn với nước và monome hữu cơ không thể trộn với nước; monome có thể trộn với nước này bao gồm nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm diamin, triamin và hỗn hợp của chúng; và monome hữu cơ không thể trộn với nước này được chọn từ nhóm bao gồm diaxyl clorua, triaxyl clorua và hỗn hợp của chúng, và

trong đó các diamin và triamin này được chọn từ nhóm bao gồm triamin dietylen, hexametylen diamin, etylen diamin và hỗn hợp của chúng; diaxyl clorua được chọn từ nhóm bao gồm sebacyl diclorua, adipoyl diclorua, và hỗn hợp của chúng; triaxyl clorua được chọn từ nhóm bao gồm teraphthaloyl clorua, trimesoyl clorua, axetyl clorua, benzoyl clorua, 1,3,5-benzentricarbonyl clorua, và hỗn hợp của chúng.

2. Hạt theo điểm 1, trong đó chất trợ lắng là polysacarit.

3. Hạt theo điểm 2, trong đó polysaccharit là polysaccharit không ion.
4. Hạt theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó hạt này có đường kính trung bình từ 5 đến 50 micron.
5. Hạt theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó tác nhân hữu ích là hương liệu, hợp chất kháng khuẩn hoặc hỗn hợp của chúng.
6. Chế phẩm dạng lỏng chứa các hạt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó chế phẩm này còn chứa:
 - a) chất hoạt động bề mặt được chọn từ chất hoạt động bề mặt anion, cation, không ion, chất hoạt động bề mặt zwitterionic; và
 - b) dung môi.
7. Chế phẩm dạng lỏng theo điểm 6, trong đó dung môi là nước.
8. Chế phẩm chăm sóc cá nhân và chăm sóc tại nhà bao gồm ít nhất một trong số các hạt theo điểm bất kỳ từ 1 đến 5.
9. Chế phẩm chăm sóc cá nhân và chăm sóc tại nhà theo điểm 8, trong đó chế phẩm tốt hơn là chất tẩy giặt, chất xả, chất khử mùi, chất chống mồ hôi, dầu gội, dưỡng tóc hoặc chăm sóc da hoặc làm sạch da.
10. Chế phẩm theo điểm 8, trong đó chế phẩm này là chất khử mùi.
11. Chế phẩm theo điểm 10, trong đó chất khử mùi ở dạng sol khí, sol khí không chứa etanol.

12. Phương pháp xử lý bề mặt với mục đích không phải trị liệu, trong đó phương pháp này bao gồm bước xử lý bề mặt với chế phẩm chứa các hạt theo điểm bất từ 1 đến 10.

13. Phương pháp xử lý bề mặt theo điểm 12, trong đó bề mặt được chọn từ da, tóc và/hoặc nguyên liệu dệt.