



(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)



1-0027210

(51)⁷ C11D 3/00; C11D 17/00

(13) B

(21) 1-2016-00561

(22) 03/11/2014

(86) PCT/EP2014/073558 03/11/2014

(87) WO2015/067557 A1 14/05/2015

(30) 13192336.9 11/11/2013 EP

(45) 25/01/2021 394

(43) 26/09/2016 342A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, the Netherlands.

(72) BRUNDEL, Elizabeth Geertruida, Maria (NL); JACOBSEN, Caëlle (FR); OTTE, Stephanus Cornelis, Maria (NL); REIJMER, Henricus Gerardus, Maria (NL); SMALL, Samantha (GB); DE VILLENEUVE, Volkert Willem, Alexander (NL).

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

(54) CHẾ PHẨM DƯỠNG VẢI CHỨA HOẠT CHẤT ĐƯỢC BAO NANG VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ VẢI

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng vải bao gồm:

(a) hoạt chất dưỡng vải chiếm ít nhất 8% trọng lượng chế phẩm dưỡng vải;

(b) viên nang thứ nhất có chứa hoạt chất, trong đó các viên nang thứ nhất bao gồm vỏ polyme đã được xử lý và lõi; và

(c) viên nang thứ hai có hoạt chất trong đó viên nang thứ hai bao gồm vỏ polyme đã được xử lý và lõi;

trong đó viên nang thứ nhất và viên nang thứ hai khác nhau về tính chất do vỏ polyme được tạo thành từ cùng một loại polyme và khác nhau ở nhiệt độ xử lý, thời gian xử lý, hoặc kết hợp cả hai.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng vải có chứa hoạt chất được bao nang để cung cấp lợi ích cho người tiêu dùng ở các giai đoạn khác nhau trong quá trình giặt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Người tiêu dùng mong muốn có hương thơm mạnh hơn, lâu dài từ chất tẩy rửa của họ. Tuy nhiên, người tiêu dùng cũng không thích mùi hương liệu quá mạnh. Vấn đề là làm thế nào để kiểm soát việc phân phối hương liệu qua nhiều công đoạn giặt như vậy mà hương liệu là không quá yếu hoặc quá mạnh.

Người tiêu dùng đánh giá cường độ hương thơm ở nhiều giai đoạn của quá trình giặt, bắt đầu với thời điểm mở nắp chai, thông qua mặc những bộ quần áo đã giặt. Giai đoạn trung gian bao gồm khi giặt ướm được lấy ra từ máy giặt, trong khi đồ đã giặt được làm khô trong không khí, trong khi ủi và trong khi đồ khô được lưu trữ. Cũng ngày càng quan trọng với người tiêu dùng về cái gọi là hương liệu nở hoa, đó là hương thơm trong phòng phát sinh từ đồ đã giặt, được làm khô.

Dầu hương liệu tự do (tức là không bao nang) tạo nên mùi thơm ban đầu tuôn ra nhưng nhanh chóng biến mất. Trong khi điều này là hữu ích khi được chứa trong chai, thì nó lại quá yếu trong quá trình mặc đồ đã giặt. Phần lớn các loại hương liệu tự do trong chế phẩm được bào chế theo công thức bị rửa sạch với nước rửa; hương liệu tự do có thể không, do đó, phân phối thỏa đáng hương liệu cụ thể ở các giai đoạn chủ chốt khác nhau.

Trong những năm gần đây, việc phân phối hương liệu cụ thể ở các giai đoạn quan trọng khác nhau đã đạt được bằng việc sử dụng các loại hương liệu được bao nang. Công nghệ bao nang được biết để sử dụng trong sản phẩm giặt. Công nghệ

này khiến cho việc phân phối hương liệu được cải thiện qua dầu hương liệu tự do thông thường bằng cách khắc phục các vấn đề mất hương liệu trong quá trình làm khô bằng cách bảo vệ hương liệu trong viên nang. Sự bao nang cũng đảm bảo rằng hương liệu được phát tán vào thời điểm tối ưu để cho phép cung cấp lợi ích có thể nhận biết cho người mặc quần áo giặt. Ví dụ về các phương thức hoạt động của bao nang bao gồm: hoạt động nhảy cắt, trong đó lõi chứa hương liệu được giải phóng để đáp ứng sự vỡ cơ học của bao nang, và hoạt động khuếch tán, trong đó hương liệu được giải phóng bằng cách khuếch tán thông qua vỏ bên ngoài của bao nang. Một số bao nang có khả năng thực hiện cả hai cơ chế giải phóng. Một loại viên nang đã được sử dụng trong chế phẩm giặt có vỏ melamin formandehyt và lõi hương liệu. Sự giải phóng hương liệu từ viên nang melamin formandehyt trên cơ sở ma sát, lợi ích trở nên rõ ràng sau quá trình chà xát được áp dụng cho vải được xử lý. Lợi ích này được cung cấp bởi sự nâng cao cường độ hương thơm trong khi mặc.

Tuy nhiên, người tiêu dùng mong muốn profil giải phóng hương liệu trên nhiều giai đoạn, không chỉ là một giai đoạn cụ thể. Chúng tôi đã xác định rằng profil giải phóng tuyến tính trên toàn bộ quá trình giặt là một mong muốn mạnh mẽ của người tiêu dùng.

Tài liệu sáng chế số EP2087089 (P&G) và EP2094828 (Appleton Papers) bộc lộ chế phẩm chứa hạt một hoặc nhiều lõi/vỏ có độ bền gãy trọng lượng thể tích trong khoảng từ 0,8 đến 1,8 MPa. Tài liệu sáng chế số WO2008/066773 (P&G) và WO2008/063635 (Appleton Papers) bộc lộ chế phẩm bao gồm một hoặc nhiều hạt lõi/vỏ, được lựa chọn từ nhóm bao gồm các hạt loại 1, hạt loại 2, hạt loại 3, hạt loại 4 và hỗn hợp của chúng, được xác định bằng độ bền gãy trong khoảng từ 0,5 đến 16 MPa.

Tài liệu sáng chế số WO 2011/075556 (P&G) bộc lộ chế phẩm làm mềm vải có chứa a) hỗn hợp của melamin formaldehyt liên kết ngang được bao nang và b) chất hỗ trợ, có thể là một chất làm mềm vải.

Tài liệu sáng chế số WO 2011/094681 (P&G) bộc lộ chế phẩm làm mềm vải bao gồm:

(a) hoạt chất làm mềm vải; (b) vi nang thứ nhất bao nang hương liệu thứ nhất, bao gồm khoảng từ 76% đến 96% thành phần thơm có chỉ số b.p. lớn hơn 250°C và Log P lớn hơn 2,5; (c) vi nang thứ hai bao nang hương liệu thứ hai, trong đó bao gồm khoảng từ 43% đến 63% thành phần thơm có chỉ số b.p. lớn hơn 250°C và Log P lớn hơn 2,5; (d), trong đó tỷ lệ trọng lượng của bao nang thứ nhất với bao nang thứ hai là khoảng từ 50:50 đến 70:30; và hương liệu tự do tùy ý, là khác hương liệu thứ nhất và thứ hai.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Tác giả sáng chế đã phát hiện ra hỗn hợp bao gồm các bao nang có profil giải phóng khác nhau làm tăng đáng kể cảm nhận hương thơm trong nhiều giai đoạn của quá trình giặt.

Theo đó, sáng chế đề xuất chế phẩm dưỡng vải bao gồm:

- (a) hoạt chất dưỡng vải chiếm ít nhất 8% trọng lượng chế phẩm dưỡng vải;
- (b) viên nang thứ nhất có chứa hoạt chất, trong đó viên nang thứ nhất bao gồm vỏ polyme được xử lý và lõi; và
- (c) viên nang thứ hai có chứa hoạt chất trong đó viên nang thứ hai bao gồm vỏ polyme được xử lý và lõi;

trong đó viên nang thứ nhất và thứ hai khác nhau về tính chất do vỏ polyme của chúng đã được xử lý bằng cách sử dụng cùng một polyme và nhiệt độ xử lý khác nhau, thời gian xử lý khác nhau, hoặc kết hợp chúng.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp xử lý vải bao gồm bước cho vải tiếp xúc với dung dịch phân tán chứa nước chứa chế phẩm.

Mô tả chi tiết sáng chế

Viên nang

Hỗn hợp các viên nang bao gồm viên nang thứ nhất có chứa hoạt chất và viên nang thứ hai chứa hoạt chất (ví dụ, ở tỉ lệ 1: 1), trong đó viên nang thứ nhất và thứ hai khác nhau ở chỗ chất tạo vỏ của chúng bao gồm cùng một loại polyme nhưng khác nhau về tính chất do nhiệt độ xử lý, thời gian xử lý hay kết hợp của chúng. Trong một số phương án, hoạt chất của viên nang thứ nhất và thứ hai là như nhau. Trong phương án khác, hoạt chất của viên nang thứ nhất và thứ hai là khác nhau. Trong phương án khác, ít nhất hoạt chất trong viên nang thứ nhất hoặc thứ hai là hương liệu. Trong phương án khác, viên nang thứ nhất được xử lý ở nhiệt độ trên 120°C và nang thứ hai được xử lý ở nhiệt độ trên 80°C . Trong phương án khác, viên nang thứ nhất và/hoặc thứ hai được xử lý trong khoảng từ 1 đến 4 giờ. Trong phương án, viên nang thứ nhất và thứ hai ổn định khi thêm vào nền chế phẩm dưỡng vải hơn bốn tuần hoặc hơn tám tuần khi bảo quản ở 37°C và có profil giải phóng không thay đổi đáng kể sau 4 tuần hay 8 tuần lưu trữ.

Viên nang (cũng dưới đây gọi là "vi nang") sử dụng trong chế phẩm của sáng chế bao gồm vỏ (cũng dưới đây gọi là "vỏ") và lõi. Vỏ bao gồm polyme, và được mô tả chi tiết dưới đây trong tài liệu. Tốt hơn, các bức tường có khả năng bị phá vỡ bởi tác dụng của lực cắt như chà xát.

Viên nang được xử lý thông thường ở nhiệt độ trong khoảng từ 50 đến 85°C . Do tính chất của vỏ polyme được sử dụng để bao nang hoạt chất và tính chất dễ bay hơi của hoạt chất, chẳng hạn như các chế phẩm thơm, mà sẽ bị tổn hại dưới nhiệt độ xử lý tăng, không được mong đợi rằng tăng nhiệt độ xử lý sẽ cung cấp viên nang với khả năng lưu giữ được cải thiện. Tuy nhiên, mạng lưới liên kết ngang của polyme có chứa hoạt chất được xử lý ở nhiệt độ cao và trong khoảng thời gian lớn hơn một giờ có thể cung cấp sản phẩm vi nang có khả năng giữ lại phạm vi rộng hơn của các hoạt chất trong quá trình lưu trữ trong cơ sở sản phẩm tiêu dùng có chứa chất hoạt động bề mặt, rượu, silicon dễ bay hơi và hỗn hợp của chúng hơn trước đây. Ví dụ, tăng cường lưu giữ có thể đạt được với chất có trị số ClogP thấp hơn - xem tài liệu sáng chế số US 2007/0138673. Tuy nhiên, đã được tìm thấy rằng

viên nang được xử lý ở nhiệt độ cao không có profil giải phóng mong muốn tổng thể, tức là, chúng thiếu profil giải phóng tuyến tính khi làm ấm, trước và sau giai đoạn chà xát trong chế phẩm dưỡng vải mẫu.

Do đó, sáng chế này có hệ thống bao gồm tổ hợp các vi nang có một hoặc nhiều đặc tính khác nhau, mà kết quả trong profil giải phóng mong muốn và/hoặc tính ổn định. Đặc biệt, hệ thống của sáng chế bao gồm sự kết hợp của hai hay nhiều loại vi nang khác nhau về thuộc tính đã chọn từ nhiệt độ xử lý, thời gian xử lý, hoặc kết hợp chúng.

Trong một số phương án, hệ thống bao gồm hai, ba, bốn, năm, sáu, bảy hoặc nhiều loại khác nhau của các viên nang khác nhau bởi một hoặc nhiều đặc điểm nêu trên được tham chiếu. Trong phương án cụ thể, hệ thống bao gồm hai loại vi nang, được mô tả trong tài liệu này như viên nang thứ nhất có chứa hoạt chất và viên nang có chứa hoạt chất.

Phù hợp với một số phương án, hai hoặc nhiều loại khác nhau của viên nang của hệ thống có đặc tính vỏ khác nhau, tức là, chất làm vỏ khác nhau, số lượng khác nhau của chất tạo vỏ, và/hoặc tỷ lệ khác nhau của chất tạo vỏ. Bằng cách minh họa, viên nang thứ nhất có thể bao gồm melamin formandehyt và viên nang thứ hai có thể được bao gồm ure formandehyt để các viên nang thứ nhất và thứ hai có chất tạo vỏ khác nhau. Trong một ví dụ minh họa, viên nang thứ nhất có thể được bao gồm 10% copolyme polyacrylamit/acrylat và 6% chất liên kết ngang melamin được metyl hoá và viên nang thứ hai có thể được bao gồm 5% copolyme polyacrylamit/acrylat và 3% chất liên kết ngang melamin được metyl hoá, viên nang thứ nhất và viên nang thứ hai có số lượng khác nhau của chất tạo vỏ. Như một ví dụ minh họa, viên nang thứ nhất có thể bao gồm 5% copolyme polyacrylamit/acrylat và 5% chất liên kết ngang melamin được metyl hoá và viên nang thứ hai có thể bao gồm 5% copolyme polyacrylamit/acrylat và 3% chất liên kết ngang melamin được metyl hoá, các viên nang thứ nhất và thứ hai có tỷ lệ khác nhau của chất tạo vỏ.

Bao nang hoạt chất dưới dạng hương liệu là kỹ thuật được biết đến trong lĩnh vực, ví dụ xem các bằng sáng chế số US . 2.800.457, 3.870.542, 3.516.941, 3.415.758, 3.041.288, 5.112.688, 6.329.057, 6.261.483 và. Một cuộc thảo luận về bao nang hương liệu được tìm thấy trong Bách khoa toàn thư Kirk-Othmer.

Polyme bao nang ưu tiên bao gồm những chất được hình thành từ melamin-formandehyt hoặc chất ngưng tụ ure-formandehyt, hoặc copolyme polyacrylamit/acrylat với chất liên kết ngang melamin được metyl hoá, cũng như các loại tương tự của nhựa amin. Ngoài ra, vi nang được thực hiện thông qua sự tụ giọt của các gelatin đơn giản hoặc phức tạp cũng được ưu tiên sử dụng với lớp phủ. Vi nang có vỏ bao gồm polyurethan, polyamit, polyolefin, polysaccharit, protein, silicon, lipid, xenluloza biến tính, chất gom, polyacrylat, polystyren, và các polyeste khác hoặc kết hợp của các chất này cũng có chức năng.

Quá trình đại diện dùng cho bao nang nhựa amin được bộc lộ tại tài liệu sáng chế số US 3.516.941 mặc dù nó được công nhận rằng nhiều biến thể đối với nguyên liệu và các bước quá trình là có thể. Một quá trình đại diện khác được sử dụng để bao nang gelatin được tiết lộ tại tài liệu sáng chế số US 2.800.457 mặc dù nó được công nhận rằng nhiều biến thể đối với nguyên liệu và các bước quá trình là có thể. Cả hai quá trình này sẽ được thảo luận trong bối cảnh bao nang hương liệu để sử dụng trong các sản phẩm tiêu dùng tại tài liệu sáng chế số US 4.145.184 và US 5.112.688, tương ứng.

Chế phẩm vi nang sử dụng melamin formaldehyt hoặc ure formandehyt trước ngưng tụ kết hợp với polyme có chứa vinyl thay đơn vị monome có nhóm chức proton bổ sung (ví dụ nhóm axit sulfonic hoặc nhóm axit anhydrit cacbonxylic) được gắn thêm vào công bố tại tài liệu sáng chế số US 4.406.816 (2 -acrylamido-2-methyl-propan nhóm axit sulfonic), GB 2.062.570 A (nhóm axit sulfonic styren) và GB 2.006.709 A (nhóm axit cacbonxylic anhydrit).

Tiền chất vỏ polyme hoặc copolyme axit acrylic có thể liên kết ngang có nhiều gốc axit cacboxylic và tốt hơn là một hoặc hỗn hợp của polyme axit acrylic;

polyme axit metacrylic; copolyme giữa axit metacrylic và axit acrylic ; copolyme giữa acrylamit và axit acrylic; copolyme giữa metacrylamit và axit acrylic ; copolyme giữa acrylamit và axit metacrylic; copolyme giữa metacrylamit và axit metacrylic; ployme đồng trùng hợp giữa ankyl C1-C4 và axit acrylat acrylic; copolyme giữa alkyl C1-C4 và axit acrylat metacrylic; copolyme giữa alkyl C1-C4 metacrylat và axit acrylic; copolyme giữa alkyl C1-C4 metacrylat và axit metacrylic; copolyme giữa alkyl C1-C4 acrylat và acrylic axit và acrylamit; copolyme giữa alkyl C1-C4 acrylat và axit metacrylic và acrylamit; copolyme giữa alkyl C1-C4 metacrylat và axit acrylic và acrylamit; copolyme giữa alkyl C1-C4 methacrylat và axit metacrylic và acrylamide; copolyme giữa alkyl C1-C4-acrylat và axit acrylic và methacrylamit; copolyme giữa alkyl C1-C4 acrylat và axit metacrylic và methacrylamit; copolyme giữa alkyl C1-C4 methacrylat và axit acrylic và methacrylamit; và copolyme giữa alkyl C1-C4 methacrylat và axit metacrylic và methacrylamide; và tốt hơn nữa, copolyme giữa axit acrylamit và acrylic.

Khi thay thế hoặc không thay thế copolyme axit acrylic được sử dụng trong thực tế của sáng chế này, trong trường hợp sử dụng copolyme có hai đơn vị monome khác nhau , ví dụ, đơn vị monome acrylamit và đơn vị monome axit acrylic, tỷ lệ mol của đơn vị monome thứ nhất trên đơn vị monome thứ hai là trong phạm vi khoảng từ 1:9 đến 9:1, tốt hơn là khoảng từ 3: 7 đến 7: 3. Trong trường hợp sử dụng copolyme có ba đơn vị monome khác nhau , ví dụ như, methacrylat ethyl, axit acrylic và acrylamit, tỷ lệ mol của đơn vị monome thứ nhất trên đơn vị monome thứ hai trên các đơn vị monome thứ ba là trong khoảng từ 1: 1: 8 đến 8: 8: 1, tốt hơn là khoảng từ 3: 3: 7 đến 7: 7: 3.

Phạm vi trọng lượng phân tử của polyme axit acrylic thay thế hoặc không thay thế hoặc copolyme hữu ích trong thực tiễn của sáng chế này là khoảng từ 5000 đến 1.000.000, tốt hơn là khoảng từ 10.000 đến 100.000. Việc thay thế hoặc không thay thế polyme axit acrylic hoặc copolyme hữu ích trong thực tiễn của phát minh

này có thể được phân nhánh, mạch thẳng, hình ngôi sao, hình đuôi gai hoặc có thể là khối polyme hoặc copolyme, hoặc pha trộn của bất kỳ của các polyme nói trên hoặc copolyme.

Như việc polyme axit acrylic hoặc copolyme có thể được điều chế theo bất kỳ quy trình được biết đến trong kỹ thuật này, ví dụ, US 6.545.084.

Ure formandehyt và melamin formaldehyt trước ngưng tụ tiền thân vỏ vi nang được điều chế bởi phản ứng urê hoặc melamin với formandehyt tại tỷ lệ mol của melamine hoặc ure formandehyt là trong khoảng từ 10: 1 đến 1: 6 , tốt hơn là khoảng từ 1: 2 đến 1: 5. Đối với mục đích của việc thực hành sáng chế, chất kết quả có trọng lượng phân tử trong khoảng từ 156 đến 3000. Chất kết quả có thể được sử dụng như là chất liên kết ngang cho việc polyme axit acrylic thay thế hoặc không thay thế hoặc copolyme nó trên hoặc nó có thể được tiếp tục phản ứng với một alkanol C1-C6, ví dụ., metanol, etanol, 2-propanol, 3-propanol, butanol-1, 1-pentanol hoặc 1-hexanol, qua đó hình thành một ete có tỷ lệ mol của melamin hoặc urê: formalhyt: alkanol là trong khoảng 1: (0,1-6): (0,1-6). Kết quả là sản phẩm chứa nửa ete có thể được sử dụng như là chất liên kết ngang với polyme axit acrylic thay thế hoặc không thay thế hoặc copolyme nói trên, hoặc nó có thể tự ngưng tụ để tạo thành dime, trime và/hoặc tetrame mà cũng có thể được sử dụng như chất liên kết ngang cho việc polyme axit acrylic hoặc copolyme nói trên. Phương pháp hình thành melamin formaldehyt và ure formandehyt trước ngưng tụ được đặt ra tại US 3.516.846, US 6.261.483 và Lee, et al. (2002) J. Microencapsulation 19: 559-569. Ví dụ về các ure formandehyt tiền ngưng tụ hữu ích trong việc thực hành sáng chế là URAC 180 và URAC 186 (CYTEC Technology Corp., Wilmington, DE). Ví dụ về melamin formaldehyt tiền ngưng tụ hữu ích trong thực tiễn của sáng chế của chúng tôi là CYMEL U-60, U-64 CYMEL và CYMEL U-65 (CYTEC Technology Corp.). Trong thực tiễn của phát minh này thích hợp để sử dụng như là tiền ngưng tụ cho liên kết ngang polyme axit acrylic thay thế hoặc không thay thế hoặc copolyme .

Trong sáng chế này, hàng loạt tỷ lệ mol của ure formandehyt tiền ngưng tụ hoặc melamin formaldehyt tiền ngưng tụ: polyme axit acrylic thay thế hoặc không thay thế hoặc copolyme là trong khoảng từ 9: 1 đến 1: 9, tốt hơn là khoảng từ 5: 1 đến 1: 5 và tốt nhất là khoảng từ 2: 1 đến 1: 2.

Trong phương án khác, vi nang với polyme bao gồm nhóm amin bậc một và/hoặc bậc hai phản ứng hoặc hỗn hợp của chúng và chất liên kết ngang có thể được sử dụng, như được trình bày ở tài liệu sáng chế số US 2006/0248665. Polyme amin có thể có nhóm chức năng amin bậc một và / hoặc bậc hai và có thể là một trong hai nguồn gốc tự nhiên hoặc tổng hợp. Amin có chứa polyme có nguồn gốc tự nhiên thường là các protein như gelatin và albumen, cũng như một số polysaccharit. Polyme amin tổng hợp bao gồm mức độ khác nhau của thủy phân polyvinyl formamid, polyvinyl amin, polyallyl amin và polyme tổng hợp khác với mạch amin bậc một và bậc hai. Ví dụ về polyme amin thích hợp là hàng loạt LUPAMIN của polyvinyl formamides (có sẵn từ BASF). Trọng lượng phân tử của các chất này có thể dao động khoảng từ 10.000 đến 1.000.000.

Polyme có chứa amin bậc một và/hoặc bậc hai có thể được sử dụng với bất kỳ của comonome sau đây trong bất kỳ tổ hợp (i) monome acrylic và vinyl có phần tử thế alkyl, aryl và silyl; phần tử thế OH, COOH, SH, aldehyde, trimonium, sulfonat, NH₂, NHR; hoặc vinyl pyridin, vinyl pyridin-N-oxit, vinyl pyrrolidon; (ii) monome cation như dialkyl dimethylamonium clorua, vinyl halogenua imidazolinium, vinyl pyridin được metyl hoá, acrylamit cation và monome trên cơ sở guanidin; hoặc (iii) N-vinyl formamid và hỗn hợp bất kỳ của chúng. Tỷ lệ monome amin/tổng monome nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,99, được ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,1 đến 0,9.

Ngoài ra, thay vì polyme có chứa amin, có thể sử dụng polyme tạo ra amin mà có thể tạo ra các amin bậc một và bậc hai trong quá trình hình thành vi nang như đã công bố tại tài liệu sáng chế số US 2006/0248665.

Chất liên kết ngang có thể bao gồm nhựa amin, andehit như formaldehyt và acetaldehyt, dialdehyt như glutaraldehyt, epoxy, oxy hoạt tính như ozon và các gốc OH, axit cacbonxylic được thể poly và các dẫn xuất như clorua axit, anhydrit, isoxyanat, diketon, được thể halogen, chất hữu cơ trên cơ sở sulfonyl clorua, chất liên kết ngang vô cơ như Ca^{2+} , chất hữu cơ có khả năng hình thành liên kết azo, azoxy và hydrazo, lacton và lactam, thionyl clorua, phosgene, tanin/axit tanic, polyphenol và hỗn hợp của chúng. Hơn nữa, quá trình như quá trình liên kết ngang bức xạ và gốc tự do có thể được sử dụng theo sáng chế. Ví dụ về chất liên kết ngang gốc tự do là benzoyl peoxit, natri pesulfat, azoisobutylnitril (AIBN) và hỗn hợp của chúng.

Đối với chất liên kết ngang, tính chất vỏ chịu ảnh hưởng bởi hai yếu tố, độ liên kết ngang và bản chất kỵ nước hay ưa nước của chất liên kết ngang. Số lượng và khả năng phản ứng của chất liên kết ngang xác định độ liên kết ngang. Độ liên kết ngang ảnh hưởng đến tính thấm của vỏ vi nang bằng cách hình thành rào cản vật lý về phía sự khuếch tán. Vỏ làm từ nhóm chất liên kết ngang phản ứng thấp sẽ có độ liên kết ngang nhỏ hơn vỏ làm từ chất liên kết ngang có khả năng phản ứng cao. Nếu mong muốn độ liên kết ngang cao từ chất liên kết ngang có khả năng phản ứng thấp, cần thêm vào nhiều hơn. Nếu mong muốn độ liên kết ngang thấp từ chất liên kết ngang có khả năng phản ứng cao, cần thêm vào ít hơn. Tính chất và số lượng của chất liên kết ngang cũng có thể ảnh hưởng đến tính ưa nước/kỵ nước của vỏ. Một số chất liên kết ngang có tính kỵ hơn những chất liên kết khác và chúng có thể được sử dụng để truyền đặc tính kỵ nước cho vỏ, với các mức độ kỵ nước tỷ lệ thuận với số lượng chất liên kết ngang sử dụng.

Sự tối ưu hóa của mức độ mạng liên kết ngang của vi nang có thể đạt được bằng cách điều chỉnh lượng chất liên kết ngang sử dụng kết hợp với nhiệt độ xử lý, ví dụ, dưới hoặc cao hơn 100°C .

Mức độ liên kết ngang và mức độ kỵ nước có thể là kết quả của chất liên kết ngang đơn hoặc tổ hợp của chất liên kết ngang. Chất liên kết ngang có khả năng

phản ứng cao và kỵ nước có thể được sử dụng để tạo ra vỏ vi nang với tính chất kỵ nước và độ liên kết ngang cao. Chất liên kết ngang đơn mà sở hữu tất cả tính chất là hạn chế và do đó hỗn hợp chất liên kết ngang có thể được sử dụng để khai thác các kết hợp này. Chất liên kết ngang có khả năng phản ứng cao nhưng tính kỵ nước thấp có thể được sử dụng kết hợp với chất liên kết ngang có tính kỵ nước cao và khả năng phản ứng thấp để mang lại vỏ có độ liên kết ngang và tính kỵ nước cao. Chất liên kết ngang phù hợp được công bố trong tài liệu sáng chế số US 2006/0248665.

Khoảng trọng lượng phân tử của copolyme hoặc polyme có chứa amin được thể hoặc không được thể và hỗn hợp của chúng, hữu ích trong thực tiễn của sáng chế này là trong khoảng từ 1000 đến 1000000, tốt hơn là khoảng từ 10000 đến 500000. Copolyme hoặc polyme có chứa amin được thể hoặc không được thể hữu ích trong thực tiễn của sáng chế có thể được phân nhánh, mạch thẳng, hình ngôi sao, ghép, bậc thang, chải / bàn chải, đuôi gai hình hoặc có thể là copolyme hoặc polyme khối, hoặc hỗn hợp của bất kỳ của các polyme hoặc copolyme nói trên. Ngoài ra, các polyme này cũng có thể có tính chất tinh thể lỏng hướng nhiệt và/hoặc dễ tan.

Đường kính của vi nang hoặc viên nang ở đây có thể thay đổi trong khoảng từ 10 nanomet đến 1000 micron, tốt hơn là khoảng từ 50 nanomet đến 100 microns và tốt nhất là khoảng từ 1 đến 15 micron. Sự phân bố vi nang có thể hẹp, rộng, hoặc đa phương thức. Mỗi phương thức của sự phân phối đa phương thức có thể gồm nhiều loại khác nhau của các chất hóa học vi nang.

Phù hợp với phương án khác, hai hoặc nhiều loại khác nhau của viên nang của hệ thống có những đặc điểm lõi giống hoặc khác nhau, tức là, hoạt chất lõi khác nhau; chất điều chỉnh lõi khác nhau như dung môi, chất nhũ hoá và chất hoạt động bề mặt; và/hoặc chất tẩy tạp khác nhau. Bằng cách minh họa, viên nang thứ nhất có thể chứa sự kết hợp của xinyl axetat và xinyl xinyamat và viên nang

thứ hai có chứa vani để các viên nang thứ nhất và thứ hai có hoạt chất lõi khác nhau.

Hoạt chất

Chất hoạt phù hợp để sử dụng trong sáng chế là loại hương liệu tốt nhất (cũng dưới đây gọi là "hương liệu"). Hương liệu thích hợp để phân phối theo cách giải phóng có kiểm soát lên các bề mặt được xử lý bằng chế phẩm theo sáng chế hoặc vào môi trường xung quanh bề mặt.

Chế phẩm cũng có thể bao gồm một hoạt chất không giới hạn (còn được gọi là không bao nang). Hương liệu được mô tả dưới đây rất thích hợp để sử dụng làm hoạt chất được bao nang và cũng như hoạt chất không giới hạn.

Tổng lượng hương liệu tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10% trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4,0%, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 4,0% trọng lượng, trên tổng trọng lượng của chế phẩm này.

Lượng hương liệu được bao nang trong chế phẩm tốt nhất là trong khoảng từ 0,5 đến 80% trọng lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 5 đến 60% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là trong khoảng từ 10 đến 50% trọng lượng, vẫn còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 15 đến 45% trọng lượng và tốt nhất là trong khoảng từ 25 đến 45% trọng lượng trên tổng trọng lượng hương liệu.

Vi nang chứa hương liệu cung cấp hương thơm được giải phóng có kiểm soát lên bề mặt xử lý hoặc vào môi trường xung quanh bề mặt. Trong trường hợp này, hương liệu có thể bao gồm một số hương liệu thô đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật, chẳng hạn như các loại tinh dầu, các chất chiết xuất từ thực vật, hương liệu tổng hợp, và các chất tương tự.

Nói chung, hoạt chất được chứa trong vi nang ở mức trong khoảng từ 1% đến 99%, tốt hơn là trong khoảng từ 10% đến 95%, và tốt nhất là trong khoảng từ 30% đến 90%, tính theo trọng lượng của tổng số vi nang. Trọng lượng của tổng các hạt vi nang bao gồm trọng lượng của vỏ của vi nang cộng với trọng lượng của chất bên

trong vi nang. Các loại hương liệu phù hợp để sử dụng trong sáng chế này bao gồm nhưng không giới hạn, bất kỳ sự kết hợp của hương liệu, tinh dầu, chất chiết xuất từ thực vật hoặc hỗn hợp của chúng tương thích với, và có khả năng được bao nang bởi polyme.

Nhiều loại hương liệu có thể được sử dụng trong sáng chế, hạn chế duy nhất là khả năng tương thích và khả năng được bao nang bằng polyme đang được sử dụng, và khả năng tương thích với quy trình bao nang được sử dụng. Hương liệu phù hợp bao gồm, nhưng không giới hạn các loại trái cây như hạnh nhân, táo, anh đào, nho, lê, dứa, cam, dâu tây, quả mâm xôi; xạ hương, mùi hương hoa giống như mùi hoa oải hương, mùi hoa hồng, mùi hoa diên vĩ, và mùi hoa cẩm chướng. Mùi hương dễ chịu khác bao gồm mùi hương thảo mộc như hương thảo, húng tây, và cây xô thơm; và mùi hương rừng có nguồn gốc từ gỗ thông, vân sam và mùi khác. Hương liệu cũng có thể được bắt nguồn từ các loại dầu khác nhau, chẳng hạn như các loại tinh dầu, hoặc từ các nguyên liệu thực vật như bạc hà, bạc hà và các loại tương tự. Mùi quen thuộc và phổ biến khác cũng có thể được sử dụng như bột em bé, bỏng ngô, bánh pizza, bánh kẹo bông và các loại tương tự trong sáng chế.

Một danh sách các loại hương liệu phù hợp được cung cấp tại tài liệu sáng chế số US 4.534.891, US 5.112.688 và US 5.145.842. Một nguồn khác của loại hương liệu phù hợp được tìm thấy trong tài liệu "Perfumes Cosmetics and Soaps, Second Edition, edited by W. A. Poucher, 1959". Trong số các loại hương liệu được cung cấp trong chuyên luận này là keo, cassie, chypre, cylamen, dương xỉ, cây sơn, táo gai, cây vòi voi, cây kim ngân hoa, lục bình, hoa nhài, hoa cà, hoa huệ, hoa mộc lan, mimosa, hoa thủy tiên, cỏ cắt tươi, hoa cam, hoa lan, cây mộc lê thảo, hạt đậu ngọt, trefle, hoa huệ, vani, violet, cây đinh hương, và tương tự.

Hơn nữa, còn được biết đến trong kỹ thuật rằng các hương liệu có LogP hoặc ClogP thấp (các thuật ngữ này sẽ được sử dụng thay thế cho nhau từ thời điểm) thể hiện độ hòa tan cao hơn. Vì vậy, khi những chất này trong lõi của vi nang với vỏ được hydrat hoá được đặt trong sản phẩm tiêu dùng chứa nước, nó sẽ có xu hướng

khuyết tán lớn hơn vào nền có chứa chất hoạt động bề mặt nếu vỏ có thể cho hương liệu thấm qua.

Như đã trình bày ở tài liệu sáng chế số US 7.491.687, LogP của nhiều chế phẩm thơm đã được báo cáo, ví dụ, cơ sở dữ liệu Ponoma92, có sẵn từ Daylight Chemical Information Systems, Inc.(Daylight CIS, Irvine, CA). Các giá trị được tính toán thuận tiện nhất bằng cách sử dụng chương trình ClogP cũng có sẵn từ Daylight CIS. Chương trình này cũng liệt kê thực nghiệm xác định giá trị LogP khi có sẵn từ cơ sở dữ liệu Pomona. Phép tính LogP (ClogP) thường được xác định bằng phương pháp phân mảnh ((Hansch & Leo (1990) in Comprehensive Medicinal Chemistry, Vol. 4, Hansch, et al.Editors, p. 295, Pergamon Press). Phương pháp này dựa vào cấu trúc hóa học của thành phần thơm và sẽ đưa vào tính toán các con số và các loại của nguyên tử, liên kết nguyên tử và liên kết hóa học. Các trị số ClogP ước tính đáng tin cậy nhất và được sử dụng rộng rãi cho tính chất hóa lý có thể được sử dụng thay cho các trị số thực nghiệm LogP hữu ích trong sáng chế. Thông tin thêm về trị số ClogP và LogP có thể được tìm thấy ở tài liệu sáng chế số US 5.500.138.

Các thành phần thơm được cung cấp trong bảng 1 là phù hợp để đưa vào trong vi nang theo sáng chế.

Bảng 1

Thành phần thơm	CLOGP
Alyl amyl glycolat	2,72
Alyl xyclohexan propionat	3,94
Ambrettolit	6,26
Iso-amyl axetat	2,20
Amyl benzoat	3,42
Amyl xinamat	3,77
Amyl aldehyt xinamic	4,32

Amyl aldehyt xinamic dimetyl axetal	4,03
Iso-amyl salixylat	4,60
AURANTIOL (Hydroxyxitronelal-metylantranilat)	4,22
Benzyl salixylat	4,38
Butyl xyclohexanon	2,84
Para-tert-butyl xyclohexyl axetat	4,02
Iso-butyl quinolin	4,19
Iso-butyl thiazol	2,94
Beta-caryophylen	6,33
Cadinen	7,35
Carvon	2,27
Cedrol	4,53
Xedryl axetat	5,44
Xedryl format	5,07
Xinamyl axetat	2,39
Xinamyl xinamat	5,48
Xyclohexyl salixylat	5,27
Xyclamen aldehyt	3,68
Xyclaxet	2,97
Dihydro carvon	2,41
Diphenyl metyl	4,06
Diphenyl oxit	4,24
Dodecalacton	4,36
ISO E SUPER 1- (1,2,3,4,5,6,7,8-Octahydro-2,3,8,8-tetrametyl-2-naptalenyl) -etanon)	3,6
Etylen brasylat	4,55
Etyl-2-metyl butyrat	2,11

Etyl amyl keton	2,46
Etyl xinamat	2,85
Etyl undexylenat	4,89
EXALTOLIDE (axit 15-Hydroxyentadecanloic, lacton)	5,35
GALAXOLIDE (1,3,4,6,7,8-hexahydro-4,6,6,7,8,8-hexametylxyclopenta-gama-2-benzopyran)	5,48
Antranilat Geranyl	4,22
Geranyl phenyl axetat	5,23
Hedion	2,53
Hexadecanolid	6,81
Hexenyl salixylat	4,72
Hexyl aldehyt xinamic	4,90
Hexyl salixylat	4,91
Alpha-Irone	3,82
Liffarome	2,23
LILIAL (para-tertiary-butyl-alpha-metyl hydroxinamic aldehyt)	3,86
Linalyl benzoat	5,23
Lyrat	2,08
Manzanat	2,65
Metyl caproat	2,33
Metyl dihydrojasmon	4,84
Gamma-n-Metyl ionon	4,31
Musk indanon	5,46
Musk tibetin	3,83
Oxahexadecanolid-10	4,34
Oxahexadecanolid-11	4,34

Rượu Patchouli	4,53
PHANTOLIDE (5-Acetyl-1,1,2,3,3,6-hexametyl indan)	5,98
Phenyl etyl benzoat	4,21
Phenyletylphenylaxetat	3,77
Phenyl heptanol	3,48
Reseton	2,59
Alpha-Santalol	3,80
Styrallyl axetat	2,05
Thibetolid (axit 15-Hydroxypentadecanoic, lacton)	6,25
Triplal	2,34
Delta-Undecalacton	3,83
Gamma-Undecalacton	4,14
Vetiveryl axetat	4,88
Ylangen	6,27

Để cung cấp các ảnh hưởng mùi thơm cao nhất từ vi nang bao nang hương liệu lắng đọng trên các chất nền khác nhau tham chiếu ở trên, ưu tiên sử dụng các chất có hoạt tính mùi cao. Chất có hoạt tính mùi có thể được phát hiện bởi thụ thể cảm giác ở nồng độ thấp trong không khí, do đó cung cấp cảm nhận hương thơm cao từ mức thấp của vi nang lắng đọng. Đặc tính này phải được cân đối với tính dễ bay hơi như đã mô tả ở trên. Một số nguyên tắc đã đề cập ở trên được thể hiện trong tài liệu sáng chế số US 5.112.688.

Trong các phương án liên quan đến vi nang được xử lý ở nhiệt độ cao được mô tả trong tài liệu này, phạm vi rộng hơn của chất ClogP có thể được sử dụng vì cải thiện sự ổn định của vi nang. Theo đó, hoạt chất lõi có thể có ít nhất khoảng 60% trọng lượng của chất với ClogP lớn hơn 2,0, tốt hơn là lớn hơn khoảng 80% trọng lượng với ClogP lớn hơn 2,5 và tốt hơn nữa là lớn hơn khoảng 80% trọng lượng của chất với ClogP lớn hơn 3,0. Trong phương án khác, tính ổn định cao của

vi nang cũng có thể cho phép lưu giữ hoạt chất lên đến 100% với LogP bằng và nhỏ hơn 2 được bao nang một cách hiệu quả.

Trong các phương án nhất định của sáng chế này, viên nang thứ nhất và thứ hai có số lượng khác nhau của hương liệu với áp suất hơi riêng phần. Trong phương án cụ thể, viên nang có chứa một loại hương liệu đầu tiên, chứa khoảng từ 50 đến 100% trọng lượng của hương liệu, tốt hơn là khoảng từ 60 đến 100% trọng lượng của hương liệu và tốt nhất là khoảng từ 70 đến 90% trọng lượng của hương liệu có áp suất hơi bão hoà ở 23°C lớn hơn 0,01 mm Hg, và viên nang thứ hai chứa một loại hương liệu, chứa khoảng từ 20 đến 100% trọng lượng của hương liệu, tốt hơn là khoảng từ 30 đến 80% trọng lượng của hương liệu và tốt nhất là khoảng từ 40 đến 60% trọng lượng của hương liệu có bão hòa áp suất hơi ở 23°C lớn hơn hoặc bằng 0,01 mm Hg. Đặc biệt, viên nang có chứa một loại hương liệu đầu tiên, chứa khoảng từ 50 đến 100% trọng lượng của hương liệu, tốt hơn là khoảng từ 60 đến 100% trọng lượng của hương liệu và tốt nhất là khoảng từ 70 đến 90% trọng lượng của hương liệu có áp suất hơi bão hoà ở 23°C lớn hơn 0,01 mm Hg và viên nang được xử lý ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn 100°C trong vòng ít nhất 2 giờ, và các viên nang thứ hai chứa một loại hương liệu, chứa khoảng từ 20 đến 100% trọng lượng của hương liệu, tốt hơn là khoảng từ 30 đến 80 % trọng lượng của hương liệu và tốt nhất là khoảng từ 40 đến 60% trọng lượng của hương liệu có áp suất hơi bão hoà ở 23°C lớn hơn hoặc bằng 0,01 mm Hg và viên nang được xử lý ở nhiệt độ dưới 100°C cho ít hơn 2 giờ. Việc xác định áp suất hơi bão hòa của hương liệu có thể được thực hiện bằng các phương pháp thông thường. Xem, ví dụ, “Rudolfi et al. (1986) J. Chromatograph. A 365:413-415; Friberg & Yin (1999) J. Disp. Sci. Technol. 20:395-414”.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật thuật đánh giá cao mà chế phần bào chế theo công thức có hương thơm là hỗn hợp thường xuyên phức tạp của nhiều chế phẩm thơm. Hương liệu thường có tạo ra từ vài ngàn hóa chất có hương thơm. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật đánh giá cao

viên nang của viên nang thứ nhất hoặc thứ hai có chứa một chế phẩm duy nhất, nhưng nó là nhiều khả năng là viên nang sẽ bao gồm ít nhất là tám hoặc hơn hóa chất có hương thơm, nhiều khả năng chứa mười hai hay nhiều hơn và thường hai mươi hoặc nhiều hơn hóa chất có hương thơm. Sáng chế này cũng dự tính sử dụng chế phẩm bào chế theo công thức có hương thơm phức tạp có chứa năm mươi hoặc nhiều hơn hóa chất có hương thơm, bảy mươi năm hoặc nhiều hơn hoặc thậm chí một trăm hoặc nhiều hơn hóa chất có hương thơm trong chế phẩm bào chế theo công thức có hương thơm.

Mức hương liệu ở viên nang của phát minh này thay đổi khoảng từ 5 đến 95% trọng lượng, tốt hơn là khoảng từ 40 đến 95% trọng lượng và tốt nhất là khoảng từ 50 đến 90% trọng lượng.

Chất khác sử dụng kết hợp với các loại hương liệu

Ngoài các loại hương liệu, chất khác có thể được sử dụng kết hợp với hương thơm.

Chất chống mùi hôi

Hoạt chất hiện nay tiếp tục có thể bao gồm một hoặc nhiều chất chống mùi hôi mùi hôi ở một mức độ tốt là nhỏ hơn 70% trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn 50% trọng lượng của các thành phần. Thành phần chất chống mùi hôi phục vụ để giảm thiểu hoặc loại bỏ mùi hôi từ bề mặt hoặc đối tượng đang được xử lý với các chế phẩm hiện nay. Các chế phẩm chống mùi hôi được lựa chọn từ cyclodextrin đơn giản, chất chẹn mùi, andehit phản ứng, flavanoid, zeolit, than hoạt tính, và hỗn hợp của chúng. Chế phẩm sau đây là bao gồm các chất khử mùi có thể được sử dụng trong phương pháp để giảm thiểu hoặc loại bỏ mùi hôi từ bề mặt được xử lý bằng chế phẩm.

Ví dụ cụ thể của chế phẩm chống mùi hôi hữu ích trong viên nang trong tài liệu này bao gồm, nhưng không giới hạn, chất chống mùi hôi như 1-xyclohexyletan-1-yl butyrat, 1-xyclohexyletan-1-yl axetat, 1-xyclohexyletan-1-ol, 1-(4'-metyletyl) xyclohexyletan-1-yl propionat, và 2'-hydroxy-1'-etyl (2-phenoxy) axetat, mỗi hợp

chất được bán trên thị trường dưới thương hiệu VEILEX bởi International Flavors & Fragrances Inc. (New York, NY); và chất chống mùi hôi như bộc lộ tại tài liệu sáng chế số US 6.379.658, trong đó bao gồm β -naphthyl methyl ete, β -naphthyl keton, benzyl axeton, hỗn hợp hexahydro-4,7-metanoinden-5-yl propionat và hexahydro-4,7-metanoinden 6-yl propionat, 4- (2,6,6-trimetyl-2-xyclohexen-1-yl)-3-metyl-3-buten-2-on, 3,7-dimetyl-2,6-nonadien-1-nitril, dodecahydro-3a, 6,6,9a-tetrametyl napto (2,1-b) furan, este etylen glycol xyclic của axit n-dodecanedioic, 1-xyclohexadecen 6-on, ; 1-xycloheptadecen-10-on, và dầu bạc hà ngô.

Dung môi

Ngoài hương liệu, sáng chế đề cập đến sự kết hợp dung môi vào một hoặc nhiều hơn vi nang. Dung môi là chất kỵ nước có thể trộn lẫn trong hương liệu. Dung môi phục vụ để tăng tính tương thích của hoạt chất khác nhau, làm tăng tính kỵ nước tổng thể của hỗn hợp, ảnh hưởng đến áp suất hơi của hoạt chất, hoặc phục vụ cấu trúc hỗn hợp. Dung môi thích hợp là có ái lực hợp lý đối với hóa chất thơm và có ClogP lớn hơn 2,5, tốt hơn là lớn hơn 3,5 và tốt nhất lớn hơn 5,5. Dung môi thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn dầu triglycerit, mono và diglycerin, dầu khoáng, dầu silicon, diethyl phthalat, olefin polyalpha, dầu thầu dầu và isopropyl myristat. Trong phương án được ưu tiên, các dung môi được kết hợp với hương liệu có trị số ClogP như đã nêu trên. Cần lưu ý rằng việc lựa chọn dung môi và hương liệu có ái lực cao với nhau sẽ cho kết quả rõ rệt nhất trong việc cải thiện sự ổn định. Dung môi thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn, mono-, di- và tri-este, và hỗn hợp của chúng, hoặc axit béo và glyxerin, trong đó chuỗi axit béo có thể dao động từ C₄-C₂₆ và các chuỗi axit béo có thể có bất kỳ mức độ không bão hòa. Ví dụ capric / caprylic triglycerin được gọi là NEOBEE M5 (Stepan Corporation) là dung môi thích hợp. Ví dụ thích hợp khác là series CAPMUL bởi Abitec Corporation. Ví dụ, CAPMUL MCM. Dung môi bổ sung bao gồm, isopropyl myristat; este axit béo của oligomer polyglyxerol, ví dụ như, R₂CO-[OCH₂-CH(OCOR₁)-CH₂O]_n, trong đó R₁ và R₂ có thể là H hoặc chuỗi béo C₄₋₂₆, hoặc

hỗn hợp của chúng, và n trong khoảng từ 2 đến 50, tốt hơn là khoảng từ 2 đến 30; alkoxyrat rượu béo không ion như chất hoạt động bề mặt Neodol bởi BASF, chất hoạt động bề mặt Dobanol bởi Shell Corporationl hoặc chất hoạt động bề mặt BIO-SOFT bởi Stepan, trong đó nhóm alkoxy là etoxy, propoxy, butoxy, hoặc hỗn hợp của chúng và chất hoạt động bề mặt này có thể được kết thúc với nhóm methyl để tăng tính kỵ nước của chúng; chuỗi axit béo di- và tri- chứa chất hoạt động bề mặt anion, cation và không ion, và hỗn hợp của chúng; este axit béo của polyetylen glycol, polypropylen glycol, và polybutylen glycol, hoặc hỗn hợp của chúng; polyalphaolefins như dòng EXXONMOBIL PURESYM PAO; este như các este EXXONMOBIL Puresyn; dầu khoáng; dầu silicon polydimetyl như siloxan và polydimetylxyclosiloxan; dietyl phthalat; di-octyl adipat và di-isodexyl adipat.}

Trong khi không cần có dung môi trong lõi, tốt hơn là mức dung môi trong lõi của sản phẩm vi nang nên ít hơn 80% trọng lượng, tốt hơn là ít hơn 50% trọng lượng và tốt nhất là khoảng từ 0 đến 20% trọng lượng. Ngoài các dung môi được ưu tiên là chất có hương thơm ClogP cao được sử dụng. Được ưu tiên mà lớn hơn 25% trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn 50% trọng lượng và tốt hơn nữa là lớn hơn 90% trọng lượng của hóa chất có hương thơm có giá trị ClogP giữa 2,0 và 7,0, tốt hơn là giữa 2,0 và 6,0 và tốt nhất là giữa 2,0 và 5,0. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ đánh giá cao rằng nhiều chế phẩm có thể được tạo ra sử dụng các dung môi khác nhau và các hóa chất có hương thơm. Việc sử dụng hóa chất có hương thơm có ClogP trung gian tương đối thấp sẽ dẫn đến mùi liệu có thể được gói gọn, miễn là nó không tan trong nước, cung cấp vào giai đoạn sử dụng quan trọng như vải ẩm và khô mà bình thường đã làm bay hơi hoặc hoà tan trong nước trong thời gian rửa. Trong khi chất có logP cao có đặc tính bao nang tuyệt vời, chúng thường cũng chuyển từ một (không bao nang) hương liệu thông thường trong một sản phẩm tiêu dùng. Hóa chất có hương thơm như vậy sẽ thường chỉ cần bao nang cho các mục đích tính chất hương thơm tổng thể, phân tán hương liệu rất dài, hoặc khắc phục sự không tương thích với các sản phẩm tiêu dùng, ví dụ, hóa

chất có hương thơm mà nếu không sẽ không ổn định, nguyên nhân độ dày hoặc đổi màu sản phẩm hoặc ảnh hưởng tiêu cực đặc tính mong muốn sản phẩm của người tiêu dùng.

Chất tẩy tạp formaldehyt

Một đặc điểm chung của nhiều quá trình bao nang là chúng yêu cầu hương liệu được gói gọn để phân tán trong dung dịch chứa nước của polyme, tiền ngưng tụ, chất hoạt động bề mặt, chất tẩy tạp và chất tương tự trước khi hình thành vỏ vi nang. Theo một phương án, viên nang theo sáng chế này có chất tẩy tạp khác nhau, cụ thể chất tẩy tạp formaldehyt. Theo phương án này, chất tẩy tạp formaldehyt có thể được sử dụng với lượng vết hiệu quả lên đến 100 lần so với lượng cân bằng hóa học. Lượng cân bằng hóa học là lượng cần thiết để chất tẩy tạp về mặt lý thuyết liên kết hoặc phản ứng với tất cả formandehyt được thêm vào dưới dạng chất liên kết ngang nhựa amin (formaldehyt liên kết và tự do). Lượng chất tẩy tạp có thể được thêm hoặc vào huyền phù hoặc sau đó để tạo sản phẩm cuối cùng. Ví dụ, huyền phù không được tẩy tạp có thể được thêm chế phẩm, tiếp theo là một số lượng nhất định của chất tẩy tạp.

Số lượng cụ thể của chất liên kết ngang trên cơ sở formaldehyt được sử dụng để tạo ra huyền phù đặc viên nang có chứa một tỷ lệ phần trăm của formaldehyt tự do và formaldehyt liên kết. Tổng số mol hỗn hợp của formaldehyt tự do và liên kết sẽ xác định số mol của chất tẩy tạp đó cần thiết để phản ứng với tất cả các formaldeht. Để điều chỉnh phản ứng này được hoàn thành, một lượng dư thừa 10X mol dư của chất tẩy tạp được sử dụng, tốt hơn là một lượng 5X thừa mol dư của chất tẩy tạp. Phân tử mol ở đây có nghĩa là phân tử mol của chất tẩy tạp. Do đó, nếu các phân tử chất tẩy tạp là đa chức (tức là, polyme) số mol ít hơn của phân tử này cần được thêm vào. Đây là mức tối đa của chất tẩy tạp trên cơ sở lượng chất liên kết ngang được sử dụng.

Mức tối thiểu của chất tẩy tạp yêu cầu là lượng mà tẩy tạp chỉ formaldehyt tự do trong huyền phù đặc. Mức này được có phân tích xác định. Lượng tối thiểu mol

của chất tẩy tấp yêu cầu là bằng với số mol formaldehyt đo được (1: 1). Chất tẩy tấp formaldehyt mẫu bao gồm các hợp chất β -dicarbonyl; chất tẩy tấp mono hoặc di-amit; amin tạo thành imin bằng phản ứng với formaldehyt; và chất khử formaldehyt và các hợp chất chứa lưu huỳnh, chẳng hạn như được bộc lộ trong tài liệu sáng chế số US 2009/0258042.

Các hợp chất β -dicarbonyl theo sáng chế có hydro có tính axit làm tăng nguyên tử ái nhân mà có thể phản ứng với formaldehyt. Ví dụ cụ thể của các hợp chất β -dicarbonyl bao gồm, nhưng không giới hạn, axetoaxetamid (BKB; Eastman), etyl axetoaxetat (EAA; Eastman), N,N-dimetylenaxetamid (DMAA; Eastman), axetoaxeton, dimetyl-1,3-axetonedicacboxylat, axit 1,3-axetondicacboxylic, axit malonic, resorxinol, 1,3-xyclohexadion, axit barbituric, 5,5-dimetyl-1,3-xyclohexandion (dimedon), 2,2-dimetyl-1,3-dioxan-4, 6-dion (axit Meldrum's), axit salixylic, metyl axetoaxetat (MAA; Eastman), etyl-2-metyl axetoaxetat, 3-metyl-axetoaxeton, dimetyl malonat, dietyl malonat, axit 1,3-dimetyl barbituric, resorxinol, phloroglucinol, orxinol, axit benzoic 2,4-dihydroxy, axit benzoic 3,5-dihydroxy, malonamid và chất tẩy tấp β -dicarbonyl được liệt kê ở tài liệu sáng chế số US 5.194.674 và US 5.446.195, cũng như trong tài liệu "Tomasino, et al.(1984) Textile Chemist and Colorist Vol. 16, No. 12".

Ví dụ về chất tẩy tấp mono- và di-amit hiệu quả ưu tiên là urê, urê etylen, propylen urê, epsilon-caprolactam, glycouril, hydantoin, 2-oxazolidinon, 2-pyrolidinon, uraxil, axit barbituric, thymin, axit uric, alantoin, polyamid, 4,5-dihydroxyetylen urê, monometylol-4-hydroxy-4-metoxi-5,5-dimetyl propylure, nylon 2-hydroxyetyl etylen urê (SR-511, SR-512; Sartomer), 2-hydroxyetyl urê (HYDROVANCE; National Starch), L-xitruilin, biotin, N-metyl urê, urê N-etyl, N-butyl urê, N-phenyl urê, 4,5-dimetoxi etylen urê và succinimit.

Amin dự tính của sáng chế này bao gồm, nhưng không giới hạn, poly (vinyl amin) (LUPAMIN; BASF), arginine, lysin, asparagines, prolin, tryptophan, 2-amino-2-metyl-1-propanol (AMP); protein như casein, gelatin, collagen, nước sữa

protein, protein đậu nành, và albumin; melamin, benzoguanamin, axit 4-aminobenzoic (PABA), axit 3-aminobenzoic, axit 2-aminobenzoic (axit anthranilic), 2-aminophenol, 3-aminophenol, 4-aminophenol, creatin, axit 4-aminosalixylic, axit 5-aminosalixylic, metyl anthranilat, metoxylamin HCl, anthranilamit, 4-aminobenzamit, p-toluidin, p-anisidin, axit sulfanilic, sulfanilamit, metyl-4-aminobenzoat, etyl-4-aminobenzoat (benzocain), beta-diethylaminoethyl-4-aminobenzoat (procain), 4-aminobenzamit, axit 3,5-diaminobenzoic và 2,4-diaminophenol. Amin khác như bộc lộ trong tài liệu sáng chế số US 2006/0248665 và US 6.261.483, và đề cập trong tài liệu “Tomasino, et al. {(1984) Textile Chemist and Colorist Vol. 16, No. 12”, cũng đã được dự định cấp bằng sáng chế. Hydrazin như 2,4-dinitrophenylhydrazin cũng có thể phản ứng với formaldehyt bằng phương pháp đầu tiên để cung cấp cho hydrazon. Phản ứng này phụ thuộc pH và có thể đảo ngược. Amin ưu tiên khác có thể được lựa chọn từ một danh sách không giới hạn của 1,2-phenylendiamin, 1,3-phenylendiamin, và 1,4-phenylendiamin. Ngoài ra, các amin thơm, triamin, và polyamin béo cũng có thể được sử dụng. Ví dụ về các chất amin có thể bao gồm, nhưng không giới hạn, anilin, hexametylendiamin, bis-hexametylentriamin, triethylamintriamin, poly (propylenoxit) triamin, và poly (propylenglycol) diamin.

Chất điều chỉnh lỗi tùy chọn

Theo một phương án của sáng chế, chất điều chỉnh lỗi tùy chọn có thể được thêm vào huyền phù đặc viên nang. Ví dụ, hoạt chất không được bao nang không giới hạn trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 50% trọng lượng, tốt hơn là khoảng từ 5% trọng lượng đến 40% trọng lượng, có thể được bao gồm.

Chất trợ lắng

Chất trợ lắng viên nang (tức là, tinh bột cation như Hi-CAT CWS42, guar cation như Jaguar C-162, nhựa amin cation, nhựa urea cation, các amin bậc bốn kỵ nước, v.v.) trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 25% trọng lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 20% trọng lượng, có thể được bao gồm.

Chất nhũ hóa

Tùy chọn, chất nhũ hóa (ví dụ, không ion như polyoxyetylen sorbitan monostearat (Tween 60), anion như natri oleat, ion lưỡng tính như lecithin) trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 25% trọng lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 10% trọng lượng, có thể được bao gồm.

Chất giữ ẩm và chất kiểm soát độ nhớt

Tùy chọn, chất giữ ẩm (ví dụ, rượu polyhydric như glyxerin, propylen glycol, maltitol, polyme không chứa ion alkoxylat như polyetylen glycol, glycol polypropylen, v.v.) trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 25% trọng lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 1% trọng lượng tới 5% trọng lượng, có thể được bao gồm.

Chất kiểm soát độ nhớt (chất ức chế), có thể là polyme hoặc keo (tức là, polyme xenluloza biến đổi như metylxenluloza, hydroxyetylxenluloza, hydroxyetylxenluloza kỵ nước biến đổi, polyme acrylat liên kết ngang như cacbomer, polyete kỵ nước biến đổi, v.v.) trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 25% trọng lượng, có thể được bao gồm tốt hơn là khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 10% trọng lượng. Tùy chọn, silica có thể là kỵ nước (tức là, chất hoạt động bề mặt Silanol được xử lý bằng halogen silan, alkoxysilan, silazan, siloxan, v.v. ví dụ như SIPERNAT D17, Aerosil R972 và R974 (có sẵn từ Degussa), v.v.) và/hoặc ưa nước như Aerosil 200, SIPERNAT 22S, 50S SIPERNAT, (có sẵn từ Degussa), SYLOID 244 (có sẵn từ Grace Davison), v.v. trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 20% trọng lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 0,5% trọng lượng tới 5% trọng lượng, có thể được bao gồm.

Hơn nữa chất giữ ẩm phù hợp và chất kiểm soát độ nhớt/chất ức chế được công bố trong tài liệu sáng chế số US 4.428.869, US 4.464.271, US 4.446.032, và US 6.930.078. Chi tiết của silica kỵ nước như chất mang chức của hoạt chất khác hơn là một chất chống vón cục/chảy tự do được bộc lộ tại US 5.500.223 và US 6.608.017.

Xử lý thông số

Phù hợp với phương án khác, hai hoặc nhiều loại viên nang của hệ thống đã được xử lý theo cách khác nhau, ví dụ, nhiệt độ xử lý khác nhau, tỷ lệ gia nhiệt khác nhau và/hoặc thời gian xử lý khác nhau. Bằng cách minh họa, viên nang thứ nhất có thể được xử lý ở nhiệt độ 125°C và viên nang thứ hai có thể được xử lý tại 85°C để các viên nang thứ nhất và thứ hai đã được xử lý ở nhiệt độ khác nhau. Trong một ví dụ minh họa, viên nang thứ nhất có thể được xử lý trong 2 giờ và viên nang thứ hai có thể được xử lý trong vòng 4 giờ để viên nang thứ nhất và thứ hai đã được xử lý có thời gian khác nhau.

Theo một phương án của sáng chế, có mối quan hệ trực tiếp giữa nhiệt độ xử lý cao hơn và ít phát tán của hoạt chất từ vi nang. Phù hợp với phương án đó, khả năng lưu giữ của vi nang được cải thiện khi mạng lưới liên kết ngang của polyme có chứa chất hoạt tính được xử lý ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn 100°C. Trong phương án được ưu tiên, khả năng duy trì vi nang được cải thiện khi nhiệt độ xử lý là trên 110°C. Trong phương án được ưu tiên nhất, khả năng duy trì vi nang được cải thiện khi nhiệt độ xử lý là trên 120°C.

Để có được vi nang với phát tán tốt hơn của hoạt chất từ vi nang, các phương án nhất định của sáng chế này cung cấp cho một nhiệt độ xử lý thấp hơn 100°C. Trong một số phương án, nhiệt độ xử lý của vi nang là bằng hoặc thấp hơn 90°C. Trong phương án khác, nhiệt độ xử lý của vi nang là bằng hoặc thấp hơn 80°C.

Trong các phương án cụ thể, viên nang thứ nhất được xử lý ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn 100°C và viên nang thứ hai được xử lý ở nhiệt độ dưới 100°C. Trong phương án khác, viên nang thứ nhất được xử lý ở nhiệt độ trên 120°C và viên nang thứ hai được xử lý ở nhiệt độ trong khoảng từ 80 đến 99°C.

Ngoài ra, viên nang cỡ nhỏ (vi nang) hiệu suất cao có thể đạt được khi xử lý ở nhiệt độ cao trong thời gian dài hơn. Vì vậy, trong một số phương án, mạng lưới liên kết ngang của polyme có chứa hoạt chất có thể được xử lý trong thời gian lên đến 1 giờ và tốt nhất là dài hơn hai giờ. Tốt hơn nữa, thời gian xử lý viên nang là ít nhất lên đến 2 giờ, ít nhất lên đến 3 giờ, hoặc ít nhất lên đến 4 giờ. Trong các

phương án cụ thể, viên nang thứ nhất được xử lý từ 1 đến 4 giờ và viên nang thứ hai được xử lý từ 1 đến 4 giờ. Trong những phương án nhất định, cả hai viên nang thứ nhất và thứ hai được xử lý trong 2 giờ ở nhiệt độ khác nhau.

Trong phương án được nhiều người ưa thích, các viên nang hiệu suất cao có thể đạt được khi đồ thị nhiệt đạt đến nhiệt độ xử lý của mạng lưới liên kết ngang của polyme có chứa hoạt chất tốt hơn là tuyến tính với tốc độ làm nóng ít nhất lên đến $2,0^{\circ}\text{C}$ trong một phút, nhiều nhất lên đến $5,0^{\circ}\text{C}$ mỗi phút, thậm chí tốt hơn ít nhất lên đến $8,0^{\circ}\text{C}$ mỗi phút và tốt nhất ít nhất lên đến 10°C mỗi phút trong một khoảng thời gian ít hơn sáu mươi phút và tốt hơn là nhỏ hơn ba mươi phút. Các phương pháp gia nhiệt sau đây có thể được sử dụng trong thực tiễn của sáng chế: dẫn nhiệt, ví dụ qua dầu, bức xạ hơi qua hồng ngoại, và lò vi sóng; đối lưu bằng không khí nóng, phun hơi nước, và các phương pháp khác được biết đến bởi những người có trình độ kỹ thuật.

Trong sáng chế này, nhiệt độ xử lý là nhiệt độ tối thiểu theo thang độ C mà tại đó các viên nang bao gồm mạng lưới liên kết ngang của polyme có chứa hoạt chất sẽ được xử lý trong khoảng thời gian tối thiểu để làm chậm quá trình rò rỉ chậm. Khoảng thời gian ở nhiệt độ xử lý mục tiêu cần thiết để làm chậm quá trình rò rỉ chậm có thể từ ít nhất lên đến hai phút đến ít nhất lên đến 1 giờ trước khi các viên nang được làm mát. Tốt hơn nữa, thời gian xử lý các viên nang có thể lên đến 2 giờ, 3 giờ, hoặc lên đến 4 giờ.

Trong phương án thường sử dụng, tổ hợp của hai hay nhiều loại viên nang giữ lại lớn hơn 40% trọng lượng hoạt chất được bao nang sau một chu kỳ bốn tuần trong chế phẩm dưỡng vải, ví dụ có chứa chất hoạt động bề mặt, rượu, hoặc silicon volatil có thể rò rỉ hoạt chất từ viên nang theo thời gian. Trong phương án thường dùng khác, các viên nang giữ lại lớn hơn 50% trọng lượng hoạt chất được bao nang sau chu kỳ bốn tuần. Trong phương án thường dùng nhất, các viên nang giữ lại lớn hơn 60% trọng lượng hoạt chất được bao nang. Khả năng lưu giữ có thể thay đổi phụ thuộc vào chế phẩm nền dưỡng vải, chẳng hạn như mức chất hoạt động bề mặt

có thể trong khoảng, ví dụ, từ 8% trọng lượng đến 50% trọng lượng cũng như tính chất của hoạt chất được bao nang và nhiệt độ bảo quản.

Rò rỉ hoạt chất, chẳng hạn như hương liệu, xảy ra không chỉ khi được lưu trữ trong các chế phẩm dưỡng vải theo sáng chế, mà còn trong khi sử dụng sản phẩm làm mềm vải trong suốt chu kỳ xả của quy trình giặt. Vi nang theo sáng chế hiện nay cũng tăng cường sự ổn định trong chu kỳ xả và giặt.

Thuật ngữ tính ổn định cao đề cập đến khả năng của sản phẩm vi nang có khả năng giữ lại hoạt chất có xu hướng thúc đẩy khả năng rò rỉ hoạt chất ra khỏi sản phẩm vi nang. Tính ổn định của sản phẩm ở đây được xác định tại nhiệt độ phòng hoặc trong chu kỳ ít nhất một tuần. Tốt hơn nữa, viên nang theo sáng chế được phép lưu trữ ở 37°C trong hơn hai tuần và tốt hơn là khoảng bốn tuần. Đặc biệt hơn, viên nang thường được lưu trữ trong 8 tuần ở 37°C, đại diện cho 6 đến 12 tháng tuổi thọ của chế phẩm dưỡng vải.

Các chế phẩm thường chứa lớn hơn 10% trọng lượng nước, tốt hơn nữa lớn hơn 30% trọng lượng nước và tốt nhất là lớn hơn 50% trọng lượng nước. Các vi nang được sử dụng trong các sáng chế có thể đã được sấy phun bằng cách sử dụng quy trình mô tả trong tài liệu sáng chế số US 2007/0078071.

Các chất như dung môi, chất hoạt động bề mặt, chất nhũ hoá, và những chất tương tự có thể được sử dụng bổ sung cho các polyme được mô tả suốt sáng chế để bao nang các hoạt chất như hương thơm và không rời khỏi phạm vi của sáng chế. Điều này được hiểu rằng thuật ngữ bao nang có nghĩa là các hoạt chất về cơ bản được bao bọc toàn bộ. Bao nang có thể cung cấp lỗ trống hoặc khe hở tùy thuộc vào các kỹ thuật bao nang được sử dụng. Tốt hơn nữa là toàn bộ phần hoạt chất của sáng chế đều được bao nang.

Theo sáng chế, sự kết hợp của hai hay nhiều loại vi nang được mô tả trong tài liệu này được kết hợp vào các sản phẩm dưỡng vải. Có những lợi ích to lớn khi sử dụng sự kết hợp đã được bộc lộ bao gồm cung cấp vi nang có tính ổn định cao,

tuổi thọ dài hơn, ổn định hơn trong quá trình vận chuyển và hiệu suất quan sát thấy vượt trội theo thời gian, ví dụ như, đặc tính giải phóng tuyến tính.

Người ta tin rằng có sự tồn tại của một mối quan hệ giữa nồng độ cao của hoạt chất bề mặt trong chất nền của các sản phẩm tiêu dùng và tác dụng rò rỉ tăng lên của các hoạt chất được bao nang khỏi vi nang và đi vào chất nền. Chất nền chủ yếu không có nước trong tự nhiên, ví dụ như, những chất có nền rượu, hoặc silicon dễ bay hơi có thể rò rỉ hoạt chất từ viên nang theo thời gian. Silicon dễ bay hơi ví dụ nhưng không giới hạn như xyclometicon và được minh chứng trong SF1256 Cyclopentasiloxane và SF1257 Cyclopentasiloxane (Công ty General Electric).

Theo sáng chế hiện nay, hệ thống này rất thích hợp cho một loạt các ứng dụng, bao gồm cả các sản phẩm rửa trôi. Trong một số phương án, hệ thống cung cấp một viên nang thứ nhất và một viên nang thứ hai có tỷ lệ 2: 1. Trong các phương án khác, hệ thống cung cấp một viên nang thứ nhất và một viên nang thứ hai có tỷ lệ 1: 2. Trong các phương án cụ thể, hệ thống cung cấp một viên nang thứ nhất và một viên nang thứ hai có tỷ lệ 1: 1.

Như được mô tả trong tài liệu này, các hệ thống hiện nay rất thích hợp để sử dụng cho các chất làm mềm vải. Các sản phẩm này sử dụng hoạt chất bề mặt và hệ thống chất nhũ hóa đã được biết đến. Ví dụ, hệ thống chất làm mềm vải được mô tả trong Tài liệu sáng chế số US 6.335.315, 5.674.832, 5.759.990, 5.877.145, 5.574.179, 5.562.849, 5.545.350, 5.545.340, 5.411.671, 5.403.499, 5.288.417, 4.767.547 và, 4.424.134.

Hợp chất làm mềm vải

Chế phẩm là chế phẩm dưỡng vải chứa hoạt chất làm mềm vải.

Hợp chất làm mềm vải được mô tả dưới đây.

Các chất trong chế phẩm dưỡng vải (còn gọi là chất hoặc hợp chất làm mềm vải) có thể là chất cation hoặc chất không ion.

Chế phẩm dưỡng vải để sử dụng phù hợp với sáng chế được cô đặc và có ít nhất 8% trọng lượng, tốt hơn trong khoảng từ 8 đến 30% trọng lượng, tốt hơn nữa

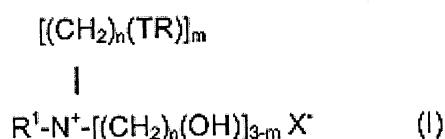
là trong khoảng từ 8 đến 25% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là trong khoảng từ 9 đến 20% trọng lượng hoạt chất làm mềm vải.

Hoạt chất làm mềm vải thường được sử dụng trong chế phẩm dưỡng theo sáng chế là một hợp chất amoni bậc bốn (QAC). Các amoni bậc bốn trong chế phẩm dưỡng vải thường sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế được gọi là "quats este".

Chất đặc biệt ưu tiên là hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin (TEA) liên kết với este chứa thành phần liên kết với mono-, di- và tri-este.

Thông thường, các hợp chất làm mềm vải trên cơ sở TEA bao gồm một hỗn hợp của các dạng mono, di- và tri-este của các hợp chất mà trong đó di-este liên kết với thành phần có không quá 70% trọng lượng hợp chất làm mềm vải, tốt nhất không quá 60% trọng lượng hợp chất làm mềm vải và ít nhất 10% trọng lượng các thành phần liên kết với monoeste.

Một nhóm các hợp chất amoni bậc bốn (QAC) đầu tiên thích hợp để sử dụng trong sáng chế có công thức (I):



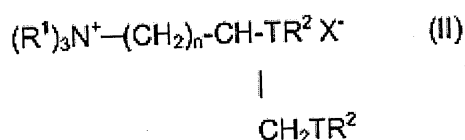
Trong đó mỗi R độc lập được chọn nhóm C₅₋₃₅ alkyl hoặc alkenyl; R¹ là nhóm C₁₋₄ alkyl, C₂₋₄ alkenyl hoặc C₁₋₄ hydroxyalkyl; T có thể là O-CO. (tức là nhóm este liên kết với R qua nguyên tử carbon của nó), hoặc có thể là CO-O (tức là nhóm este liên kết với R qua nguyên tử oxy của nó); n là một số lựa chọn trong khoảng từ 1 đến 4; m là một số lựa chọn từ 1, 2, hoặc 3; và X⁻ là một anion chứa ion đối, như hợp chất halogen hoặc anion sunfat, ví dụ clorua hoặc metylsunfat. Biến di-este của công thức I (tức là m = 2) được ưa thích và thường có chất tương tự mono- và tri-este liên kết với chúng. Những chất này đặc biệt thích hợp cho sử dụng trong sáng chế này.

Hoạt chất phù hợp bao gồm amoni bậc bốn yếu như Stepantex VK90, Stepantex VT90, Stepantex KF90 SP88-2 (ex-Stepan), Prapagen TQN (ex-Clariant), Dehyquart AU-57 (ex-Cognis), Rewoquat WE18 (ex-Degussa) và Tetranyl L1 / 90N, Tetranyl L190 SP và Tetranyl L190 S (tất cả là ex-Kao).

Các hoạt chất cũng thích hợp là di-este của trietanolamoni metylsunfat, được gọi khác là "quats TEA este".

Ví dụ thương mại bao gồm Stepantex™ UL85, ex Stepan, Prapagen™ TQL, ex Clariant, và Tetranyl™ AHT-1, ex Kao, (cả hai di- [hardened tallow ester] của trietanolamoni metylsunfat), AT-1 (di-[este mỡ động vật] của trietanolamoni metylsunfat), và L5 / 90 (di-[este dầu cọ] của trietanolamoni metylsunfat), cả hai ex Kao, và Rewoquat™ WE15 (một di-este của trietanolamonium metylsunfat có dư lượng acyl béo chuyển hóa bắt nguồn từ axit béo không no có từ 10 đến 20 và từ 16 đến 18 nguyên tử cacbon), ex Witco Corporation.

Nhóm QAC thứ hai thích hợp cho sử dụng trong sáng chế có công thức (II):

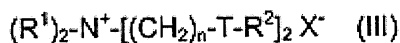


Trong đó, mỗi nhóm R^1 độc lập được chọn từ nhóm C_{1-4} alkyl, hydroxyalkyl hoặc C_{2-4} alkenyl; và trong đó mỗi nhóm R^2 độc lập được chọn từ

nhóm C_{8-28} alkyl hoặc alkenyl; và trong đó n, T, và X được xác định ở trên.

Chất ưu tiên của nhóm thứ hai này bao gồm 1,2 bis [tallowoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua, 1,2 bis [tallowoyloxy hoá rắn]-3-trimethylamoni propan clorua, 1,2- bis [oleoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua, và 1,2 bis [stearoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua. Những chất này được mô tả trong sáng chế số US 4.137.180 (Lever Brothers). Thông thường, các chất này cũng bao gồm một số lượng tương ứng mono-este.

Nhóm thứ ba của QAC thích hợp cho sử dụng trong sáng chế được mô tả bởi chế phẩm được bào chế theo công thức (III):



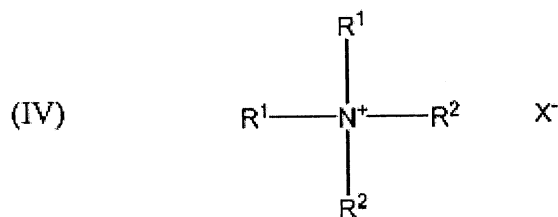
Trong đó mỗi nhóm R^1 độc lập được chọn từ nhóm C_{1-4} alkyl hoặc C_{2-4} alkenyl; và trong đó mỗi nhóm R^2 độc lập được chọn từ nhóm C_{8-28} alkyl hoặc alkenyl; và n , T , và X được xác định ở trên. Chất ưu tiên của nhóm thứ ba này bao gồm bis(2-tallowoxyloxyetyl) dimetyl amoni clorua, và phiên bản được làm cứng làm cứng một phần của chúng.

Trị số i-ốt của chất dưỡng vải amoni bậc bốn thông thường trong khoảng từ 0 đến 80, tốt nhất trong khoảng từ 0 đến 60, và tốt nhất trong khoảng từ 0 đến 45. Các trị số i-ốt có thể được lựa chọn phù hợp. Về bản chất chất bảo hòa có trị số i-ốt trong khoảng từ 0 đến 5, tốt hơn trong khoảng từ 0 đến 1 có thể được sử dụng trong chế phẩm của sáng chế. Những chất này được biết đến như là các hợp chất amoni bậc bốn "cứng rắn".

Một khoảng ưu tiên khác của trị số i-ốt là từ 20 đến 60, tốt hơn là trong khoảng từ 25 đến 50, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 30 đến 45. Một chất thuộc loại này là một hợp chất "mềm" của amoni bậc bốn trietanolamin, tốt hơn là trietanolamin di-ankyleste metylsunfat. Hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin liên kết este đó bao gồm cả chuỗi chất béo chuyển hóa chưa bão hòa.

Trị số i-ốt như được sử dụng trong sáng chế đề cập đến, các axit béo chuyển hóa được sử dụng để sản xuất các QAC, việc đo lường mức độ chưa bão hòa hiện tại trong một chất bằng phương pháp quang phổ NMR như mô tả của Anal.Chem., 34, 1136 (1962) Johnson và Shoolery.

Còn một loại hợp chất làm mềm vải có thể là một chất amoni bậc bốn không este có công thức (IV): -



Trong đó mỗi nhóm R^1 độc lập được chọn từ nhóm C_{1-4} alkyl, nhóm hydroxyalkyl hoặc C_{2-4} alkenyl; nhóm R^2 độc lập được chọn từ nhóm C_{8-28} alkyl hoặc alkenyl, và X được định nghĩa ở trên.

Dẫn xuất của đường chứa dầu

Các chế phẩm được sử dụng trong sáng chế có thể chứa một chất làm mềm vải không chứa cation, mà tốt nhất là một dẫn xuất đường chứa dầu. Dẫn xuất của đường chứa dầu là một dẫn xuất dạng rắn hoặc lỏng của polyol mạch vòng (CPE) hoặc sacarit bị khử (RSE), dẫn xuất thu được từ 35 đến 100% nhóm hydroxyl trong polyol hoặc sacarit này bị este hóa hoặc ete hóa. Các dẫn xuất có hai hoặc nhiều nhóm este hoặc ete độc lập gắn liền với mạch C_8-C_{22} alkyl hoặc alkenyl.

Thuận lợi là, CPE hay RSE không tạo bất kỳ tinh thể nào ở 20°C . Thay vào đó nó thường tồn tại ở dạng lỏng hoặc rắn mềm như đã được định nghĩa ở 20°C .

Các chất lỏng hoặc rắn mềm (như định nghĩa ở đây) CPE hoặc RSEs phù hợp để sử dụng trong các kết quả sáng chế nằm trong khoảng từ 35 đến 100% nhóm hydroxyl của polyol mạch vòng hoặc sacarit bị khử bắt đầu được este hóa hoặc ete hóa với các nhóm CPE hoặc RSEs được yêu cầu ở trạng thái lỏng hoặc rắn mềm. Những nhóm này thường chứa mạch dài không bão hòa, có nhánh hoặc hỗn hợp.

Thông thường CPE hoặc RSEs có 3 nhóm este hoặc ete hoặc nhiều hơn hoặc hỗn hợp của chúng, ví dụ trong khoảng từ 3 đến 8, đặc biệt trong khoảng từ 3 đến 5. Thường được sử dụng nếu hai hoặc nhiều hơn các nhóm este hoặc ete của CPE hoặc RSE độc lập với nhau gắn với mạch C_8-C_{22} alkyl hoặc alkenyl. Nhóm C_8-C_{22} alkyl hoặc alkenyl có thể là mạch carbon có nhánh hoặc thẳng.

Thông thường trong khoảng từ 35 đến 85% nhóm hydroxyl, tốt nhất trong khoảng từ 40 đến 80%, thậm chí tốt hơn là trong khoảng từ 45 đến 75%, như trong khoảng từ 45 đến 70% được este hóa hoặc ete hóa.

Tốt hơn CPE hoặc RSE có chứa ít nhất 35% trieste hoặc este cao hơn, ví dụ ít nhất là 40%.

CPE hay RSE có thể có ít nhất một chuỗi gắn độc lập vào nhóm este hoặc ete có ít nhất một liên kết không no. Điều này cho thấy hiệu quả kinh tế khi chế tạo CPE hoặc RSE dạng lỏng hoặc dạng rắn mềm. Được ưu tiên nếu mạch béo chuyển hóa không no phần lớn, bắt nguồn từ, ví dụ, dầu cải, dầu hạt bông, dầu đậu tương, oleic, mỡ động vật, palmitoleic, linoleic, erucic hoặc các nguồn axit béo thực vật không no, được gắn vào các nhóm este/ete.

Những chuỗi dưới đây được gọi là các este hoặc chuỗi ete (của CPE hoặc RSE).

Các ester hoặc chuỗi ete của CPE hoặc RSE tốt hơn là chủ yếu no. CPE hoặc RSEs ưu tiên bao gồm tetratallowat sucroza, tetrapeat sucroza, tetraoleat sucroza, tetraesters sucroza của dầu đậu tương hoặc dầu hạt bông, tetraoleat cellobioza, trioleat sucroza, tripeat sucroza, pentaoleat sucroza, pentapeat sucroza, hexaoleat sucroza, hexapeat sucroza, triesters sucroza, pentaesters và hexaesters của dầu đậu tương hoặc dầu hạt bông, tiroleat glucoza, tetraoleat glucoza, xyloza trioleat, hoặc tetra sucroza, tri-, penta- hoặc este hexa- với bất kỳ hỗn hợp của các chuỗi axit béo chuyển hóa không no. CPE hoặc RSEs thường thấy nhất là những chuỗi acid béo chuyển hóa không no đơn, tức là bất kỳ chuỗi không no nào cũng đã được loại bỏ bởi sự hydro hóa một phần. Tuy nhiên một số CPE hoặc RSEs dựa trên chuỗi axit béo chuyển hóa không no, ví dụ như sucroza tetralinoleat, có thể được sử dụng cung cấp hầu hết các chuỗi không no đã được loại bỏ bởi sự hydro hóa một phần.

CPEs hoặc RSEs dạng dung dịch thường thấy nhất là bất kỳ chất nào ở trên nhưng nơi chuỗi không bão hòa được loại bỏ thông qua một phần sự hydro hóa.

Tốt hơn là 40% hoặc nhiều hơn các chuỗi axit béo có chứa một liên kết không no, tốt hơn nữa là 50% hoặc nhiều hơn, tốt hơn là 60% hoặc nhiều hơn. Trong hầu hết các trường hợp trong khoảng từ 65% đến 100%, ví dụ như trong khoảng từ 65% đến 95% có chứa một liên kết không no.

CPE được thường dùng để sử dụng trong các sáng chế. Inositol là một cyclic polyol thường thấy. Các dẫn xuất Inositol được đặc biệt ưu tiên sử dụng.

Trong bối cảnh của sáng chế này, các cyclic polyol hạn bao gồm tất cả các hình thức của sacarit. Thật vậy, sacarit được đặc biệt ưa thích để sử dụng trong sáng chế này. Monosacarit và disaccharides là sacarit ưa thích là nguồn gốc tạo thành CPE hoặc RSEs..

Ví dụ về các monosacarit bao gồm xyloza, arabinoza, galactoza, fructoza, sorboza và glucoza. Glucoza được đặc biệt ưa thích. Ví dụ về các disaccharit bao gồm maltoza, lactoza, cellobioza và sucroza. Sucroza được đặc biệt ưa thích. Một ví dụ về một đường bị khử là sorbitan.

CPE rắn lỏng hoặc mềm có thể được điều chế bằng phương pháp đã biết với những người có trình độ kỹ thuật. Chúng bao gồm các acyl hóa của các cyclic polyol hoặc đường bị khử với clorua axit; chuyển vị este của cyclic polyol hoặc giảm este axit béo chuyển hóa saccharide sử dụng một loạt các chất xúc tác; acyl hóa của các cyclic polyol hoặc đường bị khử với anhydrit và acyl hóa của các cyclic polyol axit hoặc đường bị khử với một axit béo chuyển hóa. Xem ví dụ sáng chế số US 4 386 213 và AU 14416/88 (cả P&G).

CPE hay RSE có thể có 3 hoặc nhiều hơn, tốt nhất là 4 hoặc nhiều nhóm este hoặc ete. Nếu CPE là một disaccharit nó thường được sử dụng nếu disaccharit có 3 hoặc nhiều nhóm este hoặc ete. Riêng với CPE ưu tiên là các este với một mức độ este hóa trong khoảng từ 3 đến 5, ví dụ, tri sucroza, tetra và penta este.

Trường hợp cyclic polyol là một đường bị khử có thể có lợi nếu mỗi vòng của CPE có một nhóm ete hay este, tốt nhất là ở vị trí C1. Ví dụ thích hợp của các hợp chất như vậy bao gồm các dẫn xuất methyl glucoza.

Ví dụ về CPE thích hợp gồm este của ankyl (poly) glucosit, trong este ankyl glucosit đặc biệt có một mức độ polyme hóa của 2.

Chiều dài của chuỗi không bão hòa (nếu có bão hòa) trong CPE hoặc RSE trong khoảng từ C8 đến C22, tốt hơn là trong khoảng từ C12 đến C22. Nó có thể bao gồm một hoặc nhiều chuỗi C1-C8, tuy nhiên ít được sử dụng.

C được xác định bởi thời gian nghỉ T2 NMR, thông thường trong khoảng từ 43:57 đến 0: 100, tốt nhất trong khoảng từ 40:60 đến 0: 100, chẳng hạn như, 20:80 và 0: 100. °Dạng lỏng hoặc rắn mềm của CPE hoặc RSEs mà phù hợp để sử dụng trong các sáng chế được mô tả như là chất có tỉ lệ rắn : lỏng trong khoảng từ 50 : 50 đến 0: 100 ở 20 °C. Thời gian nghỉ T2 NMR thường được sử dụng cho việc mô tả tỉ lệ rắn:lỏng trong các sản phẩm rắn mềm như chất béo và bơ thực vật. s được coi là chất lỏng. μs được coi là chất rắn và bất kỳ chế phẩm với T2 100 μs. Đối với mục đích của sáng chế hiện nay, bất kỳ chế phẩm của tín hiệu T2 dưới 100

Đối với CPE và RSEs, các tiền tố (ví dụ như tetra và penta) chỉ cho thấy mức độ trung bình của este hóa. Các hợp chất tồn tại như là hỗn hợp của các chất khác nhau, từ các monoeste đến este este hóa hoàn toàn. Đó là mức độ trung bình của este hóa được sử dụng trong tài liệu này để xác định CPE và RSEs.

Các HLB của CPE hoặc RSE thông thường giữa 1 và 3.

Hiện nay, các CPE hoặc RSE thường thấy trong các chế phẩm chứa một lượng trong khoảng từ 0,5 đến 50% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 1 đến 30% trọng lượng, chẳng hạn như 2-25%, ví dụ: 2-20%.

CPE và RSEs được sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế bao gồm tetraoleat sucroza, pentaerucat sucroza, tetraerucat sucroza và pentaoleat sucroza.

Chất đồng làm mềm và chất tạo phức béo

Chất đồng làm mềm có thể được sử dụng. Khi sử dụng, chúng thường xuất hiện vào khoảng 0.1 đến 20% trọng lượng và đặc biệt là ở trong khoảng từ 0,3 đến 10% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm. Chất đồng làm mềm thích hợp bao gồm các este béo, và N-oxit béo. Este béo có thể được sử dụng bao

gồm monoeste béo, chẳng hạn như glyxerol monostearat, este đường béo, như được bộc lộ trong tài liệu sáng chế số WO 01/46361 (Unilever).

Các chế phẩm được sử dụng trong sáng chế có thể chứa một chất tạo phức béo.

Đặc biệt là các chất tạo phức béo thích hợp bao gồm rượu béo và axit béo. Trong số này, rượu béo được ưa thích nhất.

Chất tạo phức béo có thể được sử dụng để cải thiện profil độ nhớt của chế phẩm.

Axit béo được ưu tiên bao gồm axit béo mỡ cứng (có sẵn dưới tên thương mại Pristerene TM, ex Uniqema). Rượu béo được ưu tiên bao gồm rượu mỡ cứng (có sẵn dưới các tên thương mại Stenol TM và Hydrenol TM, ex Cognis và Laurex TM CS, ex Albright và Wilson).

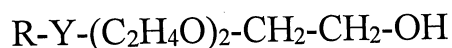
Chất tạo phức béo có thể có mặt với lượng lớn hơn trong khoảng từ 0,3 đến 5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm. Các chất béo có thể có mặt với lượng trong khoảng từ 0,4 đến 4% trọng lượng. Tỷ lệ trọng lượng của các chế phẩm mono-este của chất làm mềm vải amoni bậc bốn với chất tạo phức béo có thể trong khoảng từ 5:1 đến 1:5, tốt hơn là trong khoảng từ 4:1 đến 1:4, tốt nhất là trong khoảng từ 3:1 đến 1:3, ví dụ trong khoảng từ 2:1 đến 1:2.

Chất hoạt động bề mặt không ion

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa thêm một chất hoạt động bề mặt không ion. Thông thường với mục đích ổn định chế phẩm. Chúng đặc biệt thích hợp cho chế phẩm chứa các hợp chất amoni bậc bốn được làm cứng.

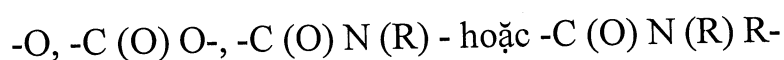
Chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp bao gồm các sản phẩm bổ sung của etylen oxit với rượu béo, axit béo và amin béo. Bất kỳ chất được alkoxyl hoá của các loại đặc biệt được mô tả sau đây có thể được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt không ion.

Chất hoạt động bề mặt thích hợp về cơ bản hòa tan trong nước đều có công thức chung:



Trong đó R được chọn từ nhóm acyl hydrocarbyl và/hoặc alkyl sơ cấp, thứ cấp và phân nhánh (khi $Y = C(O)O$, $R \neq$ nhóm acyl hydrocarbyl); nhóm hydrocarbyl alkenyl sơ cấp, thứ cấp và phân nhánh; và, nhóm hydrocarbyl phenolic được thể alkenyl sơ cấp, thứ cấp và phân nhánh; nhóm hydrocarbyl có chiều dài chuỗi từ 8 đến 25, tốt hơn là trong khoảng từ 10 đến 20, ví dụ trong khoảng từ 14 đến 18 nguyên tử cacbon.

Trong công thức chung của hoạt chất etoxylat không ion, Y thường là:



Trong đó R có ý nghĩa như ở trên hoặc có thể là hydro; và Z là ít nhất khoảng 8, tốt hơn ít nhất là khoảng 10 hoặc 11.

Tốt hơn là các chất hoạt động bề mặt không ion có HLB trong khoảng từ 7 đến 20, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 10 đến 18, ví dụ trong khoảng từ 12 đến 16. Genapol™ C200 (Clariant) dựa trên chuỗi dừa và nhóm 20 EO là một ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp.

Nếu hiện nay, các chất hoạt động bề mặt không ion có mặt với lượng trong khoảng từ 0,01 đến 10% trọng lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Các thành phần tùy chọn khác

Chế phẩm để sử dụng trong sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều thành phần khác. Các thành phần này bao gồm các chất bảo quản (ví dụ như chất diệt khuẩn), các chất đệm pH, chất mang hương liệu, hydrotropes, các chất chống tái lắng đọng, chất giải phóng chất bẩn, chất đa điện phân, thuốc chống co lại, các chất chống nhăn, chống oxy hóa, chống nắng, chất chống ăn mòn, chất treo, các chất chống tĩnh điện, trợ ủi, silicon, chất chống tạo bọt, chất màu, thuốc nhuộm màu, pearlisers và/hoặc opacifiers, các loại dầu tự nhiên/chất chiết xuất, hỗ trợ chế biến, ví dụ như điện, chất vệ sinh, ví dụ như chống vi khuẩn và kháng nấm, chất làm đặc và các chất có lợi cho da.

Các chế phẩm làm mềm vải cũng có thể bao gồm chất điều chỉnh độ nhớt. Chất điều chỉnh độ nhớt phù hợp được bộc lộ, ví dụ, trong sáng chế số WO 02/081611, US 2004/0214736,

Tài liệu sáng chế số US 6827795, EP 0501714, US 2003/0104964, EP 0385749 EP 331.237 và EP2373774.

Dạng sản phẩm

Các chế phẩm được sử dụng trong các sáng chế thường là chế phẩm làm mềm được bổ sung khi rửa.

Các chế phẩm có độ pH dao động trong khoảng từ 1,8 đến 6, tốt hơn là trong khoảng từ 2,0 đến 4,5, tốt nhất là trong khoảng từ 2,1 đến 2,8. Các chế phẩm được sử dụng trong các sáng chế có thể chứa chất điều chỉnh pH như axit clohydric hoặc axit lactic.

Chế phẩm của sáng chế thông thường ở dạng lỏng. Các chế phẩm có thể là dung dịch cô đặc để pha loãng trong dung môi, bao gồm cả nước, trước khi sử dụng. Chế phẩm cũng có thể ở dạng sẵn sàng sử dụng. Chế phẩm có thể được cung cấp ở dạng dung dịch chứa nước sẵn sàng sử dụng. Pha nước có thể bao gồm các chất tan trong nước, chẳng hạn như muối khoáng hoặc rượu chuỗi ngắn (C₁₋₄).

Chế phẩm thông thường sử dụng trong chu kỳ giữ của quy trình giặt các sản phẩm dệt tại nhà, nơi mà, nó có thể được bổ sung trực tiếp ở dạng không tan vào máy giặt, ví dụ thông qua ngăn kéo hoặc, đối với loại máy giặt cửa trên, được cho trực tiếp vào trống giặt. Ngoài ra, nó có thể được pha loãng trước khi sử dụng. Các chế phẩm cũng có thể được sử dụng trong một hoạt động giặt rửa tay trong nước. Nó cũng có thể cho các chế phẩm của sáng chế được sử dụng trong các hoạt động giặt ủi công nghiệp, ví dụ như một chất hoàn thiện để làm mềm quần áo mới trước khi bán cho người tiêu dùng.

Điều chế

Chế phẩm được sử dụng trong các sáng chế có thể được điều chế bằng bất kỳ phương pháp nào phù hợp cho việc điều chế hệ phân tán, nhũ hoá.

Một phương pháp liên quan đến việc tạo ra tiền hỗn hợp nóng chảy của các hoạt chất được thêm vào nước ở nhiệt độ cao. Nước bổ sung có thể được thêm vào để có được nồng độ hoạt chất mong muốn. Các tiền hỗn hợp sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ môi trường xung quanh. Khi cần thiết, một số thành phần phụ như chất điện giải, chất tạo màu, v.v. có thể được thêm hoặc định lượng sau đó vào nước ở phần thích hợp của quá trình điều chế. Một phương pháp thứ hai liên quan đến sự hình thành của các sản phẩm bởi sự chuyển pha của nước trong nhũ tương hydrocarbon, trong đó chất cation là hoặc một phần của pha hydrocarbon hoặc thêm vào dưới dạng trước phân tán riêng biệt. Hương liệu được bao nang có thể được định lượng sau đây, ví dụ ở dạng huyền phù đặc chứa nước, hoặc dưới dạng huyền phù đặc được pha loãng; hoặc có thể được thêm vào pha chứa nước trước khi kết hợp với vật liệu nóng chảy.

Ví dụ

Các phương án của sáng chế sẽ được minh họa bằng các ví dụ không hạn chế sau đây. Các phương án biến đổi khác là rõ ràng với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ của sáng chế được đánh số. Ví dụ so sánh được thể hiện bằng chữ cái.

Trừ khi có quy định khác, lượng của các thành phần được thể hiện dưới dạng tỷ lệ phần trăm của tổng trọng lượng của các chế phẩm.

Ví dụ 1: Điều chế các viên nang loại 1 và loại 2

Các bước sau đây được sử dụng để chuẩn bị viên nang được sử dụng trong ví dụ sau: -

Hương liệu được trộn lẫn với NEOBEE-M5 và dung dịch etylen urê 40% do đó tạo thành chế phẩm thơm/dung môi. Các viên nang không phủ đã được chuẩn bị bằng cách tạo ra vỏ polyme để bao nang giọt nhỏ chế phẩm thơm/dung môi. Để tạo ra huyền phù viên nang, một copolyme polyacrylamit/acrylat

(ALCAPSOL 200) được phân tán trong nước cùng với chất liên kết ngangmelamin được metyl hóa imino cao (CYMEL 385, CYTEC Industries, Bỉ). Thành phần viên nang được cho phản ứng trong điều kiện có tính axit. Chế phẩm thơm/dung môi sau đó đã được bổ sung vào dung dịch và những giọt nhỏ có kích thước mong muốn đạt được bằng cách đồng nhất cắt cao.

Chế phẩm chứa vi nang tạo thành được thể hiện trong Bảng 2 dưới đây.

Bảng 2: chế phẩm chứa vi nang lõi và vỏ được điều chế như mô tả ở trên.

Chế phẩm	Trọng lượng %
Lõi	
Hương liệu	28
NEOBEE-M5	7
Dung dịch Ure Etylen 40%	5,7
Vỏ	
ALCAPSOL 200	5,7
3.1% CYMEL 385	3,1

Trong phương pháp này, hai loại viên nang khác nhau được sản xuất, loại 1 và loại 2, mà khác ở chế phẩm thơm (như thể hiện trong bảng 3) và cũng như nhiệt độ xử lý: Loại 1 được xử lý trong 1 giờ ở 125°C và loại 2 đã được xử lý trong 1 giờ ở 80°C. Viên nang được bào chế như mô tả ở trên được tóm tắt trong Bảng 1.

Bảng 3: chế phẩm chứa hương liệu được sử dụng để bào chế vi nang loại 1 và loại 2.

Vi nang	Hương liệu Tên thương mại	Dầu với áp suất hơi bão hòa cao ở 23°C (> 0,01 mm Hg) % trọng lượng	Dầu với áp suất hơi bão hòa thấp ở 23°C (<0,01 mm Hg) % trọng lượng
---------	------------------------------	---	---

Loại 1	Jillz *	81%	18%
Loại 2	Greenfields*	53%	46%

* Hương liệu thương mại từ International Flavors & Fragrances Inc.

Vi nang loại 1 và loại 2 đã có thời gian xử lý khác nhau và dầu thành phần hương liệu khác nhau.

Ví dụ 2: Điều chế chế phẩm làm mềm vải 1-3 chứa vi nang loại 1 và loại 2 và chế phẩm so sánh A và B, chỉ chứa một vi nang đơn

Trong ví dụ này, chế phẩm dưỡng vải mẫu không chứa hương liệu có chứa khoảng 20% chất hoạt động bề mặt cation bậc bốn được sử dụng dưới dạng chất nền. Cả hai vi nang loại 1 và loại 2 có vỏ được tiếp xúc với copolyme acrylamit-acrylic axit liên kết ngang với nhựa melamin-formaldehyt, như được mô tả trong ví dụ 1, được trộn với chế phẩm dưỡng vải mẫu riêng biệt bằng cách sử dụng thiết bị khuấy phía trên ở tốc độ 300 vòng/phút (rpm) cho đến khi đồng nhất. Bằng cách này, năm chế phẩm dưỡng vải, được xác định ở đây bao gồm chế phẩm dưỡng vải 1-3 và A và B, được điều chế. Năm chế phẩm dưỡng vải này được liệt kê trong Bảng 4.

Bảng 4: Chế phẩm dưỡng vải 1-3, A và B, có chứa vi nang loại 1 và/hoặc loại 2.

Hàng mẫu	Vi nang loại 1 (% trọng lượng hương liệu được bao nang)	Vi nang loại 2 (% trọng lượng hương liệu được bao nang)
A	0	0,9
1	0,3	0,6
2	0,45	0,45
3.	0,6	0,3
B	0,9	0

Các mẫu chế phẩm dưỡng vải được bảo quản ở 5°C hoặc 37°C trong 4, 6 và 8 tuần.

Ví dụ 3: Hiệu quả về mặt cảm giác của chế phẩm dưỡng vải 1-3, A và B.

Hiệu quả về mặt cảm giác của chế phẩm dưỡng vải được thử nghiệm bằng cách sử dụng phương pháp sau đây:

Chế phẩm dưỡng vải 1-3, A và B (20 gram cho mỗi mẫu) được đưa vào máy giặt cửa trước Miele Professional PW6055 Plus trong chu kỳ rửa của nó để dưỡng tám khăn tay, trong tổng trọng lượng xấp xỉ 2200 gam bao gồm nệm theo mẻ. Sau khi rửa, khăn ướt được đánh giá bởi một hội đồng đánh giá cảm giác gồm 16 người sử dụng kỹ thuật Scale Label Magnitude (LMS) từ 0 đến 99, trong đó 3 là "hầu như không thể phát hiện được", 7 là "yếu", 16 là "vừa phải" và 32 là "mạnh". Điểm cảm giác được ghi lại. Một bộ tám khăn từ bước rửa thứ hai đã được lót khô trong 24 giờ tiếp theo là đánh giá cảm giác trong tám khăn. Do đó tám khăn khô được chọn đã được đánh giá bởi một hội đồng gồm 16 người sử dụng LMS.

Điểm cảm giác được ghi nhận trước và sau mỗi trong tám khăn lựa chọn ngẫu nhiên chứa trong một túi polyetylen riêng biệt được ký cọ bằng tay. Mỗi bài kiểm tra bao gồm chà xát chà xát khăn năm lần, 2 giây cho mỗi khoảng thời gian, với tổng thời gian chà xát là 10 giây. Các điểm cường độ tuyệt đối thu được từ hội đồng đánh giá khiến cảm giác được thể hiện trong Bảng 5.

Bảng 5: cường độ hương thơm trên vải được xử lý với chế phẩm dưỡng vải 1-3, A và B, ít ẩm ướt, trước khi chà xát và giai đoạn sau chà xát, sau bảo quản ở 5°C trong 4 tuần, và 37°C cho 4 đến 8 tuần.

Hàng mẫu	5°C (4 tuần)			37°C (4 tuần)			37°C (8 tuần)		
	m	Sau khi chà xát	Trước khi chà xát	m	Sau khi chà xát	Trước khi chà xát	m	Sau khi chà xát	Trước khi chà xát

		(khô)	(khô)		(khô)	(khô)		(khô)	(khô)
A	15,4	13,7	17,0	16,8	9,7	10,2	16,7	8,1	7,9
1	14,4	13,2	20,1	15,5	9,7	15,5	15,8	8,2	8,8
2	15,8	13,5	20,3	12,4	10,6	16,5	14,8	8,8	13,3
3	13,9	12,5	20,6	13,4	10,3	18,5	13,7	8,9	15,3
B	12,9	8,4	25,3	14,5	13,9	22,7	19,0	9,2	18,7

Các viên nang lý tưởng sẽ có profil giải phóng tuyến tính trên ba giai đoạn (ẩm ướt, trước và sau chà xát), do đó cung cấp một lợi ích hương thơm thường xuyên hơn đến người tiêu dùng.

Sau 4 tuần tại 5°C, kiểm soát chế phẩm dưỡng vải A, chỉ chứa vi nang loại 2, đã cho số điểm cao nhất về ẩm ướt và khô trước khi chà xát. Tuy nhiên, sau khi bảo quản ở 37°C, điểm số trước và sau khi chà xát đã giảm đi đáng kể.

Kiểm soát chế phẩm B, chỉ chứa viên nang loại 1 cho các điểm số hương liệu cao nhất ở thời điểm sau chà xát, nhưng điểm số kém trước khi chà xát, kết quả là sự giải phóng tuyến tính kém qua ba giai đoạn.

Chế phẩm dưỡng vải 1-3, theo sáng chế, bao gồm một hỗn hợp của viên nang loại 1 và loại 2, cho điểm tốt ở các giai đoạn ẩm ướt và sau chà xát và tuyến tính cao hơn nhiều trên tất cả ba giai đoạn, đặc biệt là về sự lão hóa dưới điều kiện lưu trữ kéo dài.

Ví dụ 4: Điều chế chế phẩm dưỡng vải 4 và 5 theo sáng chế, và ví dụ so sánh C và D

Chế phẩm dưỡng vải thương mại có tên Blue Skies (chứa vi nang hương liệu và dầu tự do) được chỉ định là ví dụ so sánh C.

Chế phẩm dưỡng vải thứ hai, có sẵn trên thị trường với tên Ruby Lenor Jasmine (có chứa vi nang hương liệu và dầu tự do) được chỉ định là ví dụ so sánh D.

Hai chế phẩm dưỡng vải, theo sáng chế, có chứa vi nang hương liệu loại 1 và loại 2, dầu tự do được điều chế như mô tả dưới đây. Chúng được chỉ định là chế phẩm dưỡng vải 4 và 5.

Chế phẩm 4 và 5 đã được tạo ra bằng cách bổ sung vật liệu nóng chảy bao gồm hoạt chất làm mềm vải (TEAQ) vào pha chứa nước được gia nhiệt (ở khoảng 40-60°C) bao gồm chất phụ, viên nang hương liệu, axit và chất chống tạo bọt. Một tỷ lệ CaCl_2 được thêm vào nước trước khi thêm vật liệu nóng chảy vào nước, và CaCl_2 còn lại được bổ sung sau khi bổ sung vật liệu nóng chảy. Hương liệu dầu tự do sau đó đã được bổ sung khi làm mát.

Bảng 6: Các chế phẩm dưỡng vải 4 và 5

Chế phẩm	Lượng (% trọng lượng hương liệu được bao nang)	
	Chế phẩm 4	Chế phẩm 5
TEAQ1	20	20
Chống tạo bọt 2	0,02	0,02
Axit hydrocloric	0,03	0,03
CaCl_2	0,21	0,21
Hương V	1,04	-
Hương W	-	1,31
⁵ Viên nang Loại 2, hương liệu Z	0,35	0,325
⁴ Viên nang Loại 1, hương liệu X	0,35	-
⁴ Viên nang Loại 1, hương liệu Y	-	0,325

Nước và chất phụ ³	Cân bằng	Cân bằng
-------------------------------	----------	----------

1 Hoạt chất làm mềm - Palm trên cơ sở TEA Quat mềm ; ví dụ: Stepan

2 Bao gồm silicon; ví dụ Basildon

3 Chất bảo quản, cô lập

4 Viên nang Loại 1 = được xử lý trong 1 giờ ở 125°C

5 Viên nang Loại 2 = được xử lý trong 1 giờ ở 80°C

Ví dụ 5: Hiệu quả về mặt cảm giác của chế phẩm dưỡng vải 4 và 5 theo sáng chế, và ví dụ so sánh C và D

Hiệu quả về mặt cảm giác của chế phẩm dưỡng vải 4 và 5 theo sáng chế, và ví dụ so sánh C và D được đánh giá bởi người tiêu dùng trong một thử nghiệm trong nhà, ở các giai đoạn khác nhau trong quá trình giặt. Các thử nghiệm liên quan đến 90 người tiêu dùng mỗi sản phẩm trong khoảng thời gian 2 tuần.

Hiệu suất được đánh giá bằng thư có sử dụng câu hỏi, bao gồm những câu dưới đây: -

"Bạn nghĩ gì về độ mạnh của hương liệu ở giai đoạn sau của quá trình giặt? Khi ngửi từ chai; khi lấy đồ giặt ướt ra khỏi máy giặt; trong không khí khi sấy; trong khi là quần áo; đồ khô trong khi lưu trữ; và khi mặc quần áo lần đầu tiên sau khi giặt. "

Trả lời: quá yếu / hơi quá yếu / vừa phải / hơi quá mạnh / quá mạnh.

Các kết quả phân tích này được thể hiện trong Bảng 7.

Bảng 7: Tỷ lệ phần trăm của người tiêu dùng đánh giá độ mạnh của hương thơm là "vừa phải" đối với đồ giặt được xử lý bằng chế phẩm 4 và chế phẩm so sánh C.

Giai đoạn của quá trình giặt	Tỷ lệ phần trăm người tiêu dùng đánh giá độ mạnh của hương thơm là "vừa phải"			
	C	4	D	5

Khi ngửi từ chai	78	83	80	83
Khi lấy đồ giặt ướt ra khỏi máy giặt	83	92	84	86
Trong không khí khi sấy khô	81	93	78	82
Trong khi là	80	88	72	80
Trên đồ khô trong khi lưu trữ	76	88	70	79
Khi mặc quần áo cho lần đầu tiên sau khi giặt	77	90	71	81

Thấy rằng chế phẩm 4 cung cấp tổng lượng thấp hơn của dầu hương liệu (dầu tự do + được bao nang) mỗi liều lượng khuyến cáo, so với C, nhưng cung cấp tốt hơn điểm "vừa phải" ở tất cả các giai đoạn.

Tương tự như vậy, chế phẩm 5 cung cấp tổng lượng thấp hơn của dầu hương liệu (dầu tự do + được bao nang) mỗi liều lượng khuyến cáo, so với D, nhưng cung cấp tốt hơn điểm "vừa phải" ở tất cả các giai đoạn.

Ví dụ 6: Hiệu quả kỹ thuật của chế phẩm dưỡng vải 4 và C

Các tính năng kỹ thuật của chế phẩm dưỡng vải 4 và C được đo ở các giai đoạn khác nhau trong quá trình giặt trong thử nghiệm trong nhà với các chuyên gia đã được đào tạo. 34 chuyên gia đã đánh giá mỗi trong số 2 sản phẩm trong 3 lần giặt, sử dụng liều lượng xác định của sản phẩm với đồ giặt bình thường của họ, ghi cường độ hương thơm ở các giai đoạn quan trọng sau khi giặt. Cường độ hương thơm đã được ghi trên quy mô 0 ("không có hương thơm") đến 100 ("hương thơm rất mạnh mẽ").

Bảng 8: Điểm cường độ hương thơm đối với đồ giặt được xử lý với chế phẩm 4 và chế phẩm so sánh C ở các giai đoạn khác nhau của quá trình giặt.

Điểm đánh giá	Điểm cường độ hương thơm (0-100)	
	Comfort Blue Skies (C) (35ml)	Chế phẩm mẫu 4 (20ml)
Lấy từ máy giặt	27,6	35,6
Gói đồ giặt ướt	30,3	38,1
Treo trên móc	28,0	34,8
Đề trong phòng	43,0	49,5

Chế phẩm 4 phân phối ra tổng lượng thấp hơn của dầu hương liệu (dầu tự do + được bao nang) trên mỗi liều lượng khuyến cáo, còn cung cấp cường độ hương thơm mạnh tại điểm đánh giá được cho là yếu trước đây để tạo ra được profil giải phóng tuyến tính hơn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm dưỡng vải bao gồm:

- (a) hoạt chất dưỡng vải chiếm ít nhất 8% trọng lượng chế phẩm dưỡng vải;
- (b) viên nang thứ nhất có chứa hoạt chất, trong đó viên nang thứ nhất bao gồm vỏ polyme được xử lý và lõi; và
- (c) viên nang thứ hai có chứa hoạt chất, trong đó viên nang thứ hai này bao gồm vỏ polyme được xử lý và lõi;

trong đó viên nang thứ nhất và thứ hai khác nhau về tính chất do vỏ polyme của chúng được tạo ra bằng cách sử dụng cùng một loại polyme và khác nhau ở nhiệt độ xử lý, thời gian xử lý, hoặc kết hợp cả hai.

2. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1, trong đó hoạt chất của viên nang thứ nhất và thứ hai giống nhau.

3. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1, trong đó hoạt chất của viên nang thứ nhất và viên nang thứ hai khác nhau.

4. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó hoạt chất trong viên nang thứ nhất hoặc thứ hai là hương liệu.

5. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó viên nang thứ nhất được xử lý ở nhiệt độ trên 120°C.

6. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó viên nang thứ hai được xử lý ở nhiệt độ trên 80°C.

7. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó viên nang thứ nhất được xử lý trong khoảng từ 2 đến 4 giờ.

8. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó viên nang thứ hai được xử lý trong khoảng từ 1 đến 2 giờ.

9. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó viên nang thứ nhất và viên nang thứ hai có tỷ lệ 1:1.

10. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó viên nang thứ nhất:

- (i) có chứa hương liệu dưới dạng hoạt chất, trong đó khoảng 50 đến 100% trọng lượng hương liệu có áp suất hơi bão hoà ở 23°C lớn hơn 0,01 mmHg, và
- (ii) được xử lý ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn 100°C trong vòng ít nhất 2 giờ;
- (iii) và viên nang thứ hai chứa hương liệu dưới dạng hoạt chất, trong đó khoảng từ 20 đến 100% trọng lượng hương liệu có áp suất hơi bão hoà ở 23°C lớn hơn hoặc bằng 0,01 mm Hg, và
- (iv) được xử lý ở nhiệt độ dưới 100°C trong ít hơn 2 giờ.

11. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó hoạt chất của viên nang thứ nhất hoặc thứ hai bao gồm chất chống tạo mùi khó chịu.

12. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên còn bao gồm viên nang thứ ba, thứ tư, thứ năm, thứ sáu và thứ bảy.

13. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ trong các điểm nêu trên, trong đó hoạt chất của chế phẩm dưỡng vải là hoạt chất amoni bậc bốn liên kết với este.

14. Phương pháp xử lý vải bằng cách cho vải tiếp xúc với dung dịch phân tán chứa nước gồm các chế phẩm theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 13 trong quy trình giặt.