



(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)



1-0029602

(51)⁷ C11D 17/00; C11D 3/37; C11D 3/22

(13) B

(21) 1-2017-04357

(22) 26/04/2016

(86) PCT/EP2016/059321 26/04/2016

(87) WO2016/177607 A1 10/11/2016

(30) 15166143.6 01/05/2015 EP

(45) 25/10/2021 403

(43) 26/04/2018 361A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, The Netherlands

(72) FERGUSON Paul (GB); JONES Christopher Clarkson (GB).

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

(54) CHẾ PHẨM VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO VI NANG

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm chứa vi nang bao gồm tác nhân có lợi bên trong vỏ polyure, khác biệt ở chỗ, polyure có polyme lắng đọng polysacarit không ion liên kết cộng hóa trị với nó.

Ngoài ra, sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất vi nang và chế phẩm chứa viên nang này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề xuất chế phẩm chứa vi nang vỏ polyme phủ polyme lắng đọng để mang và cấp các tác nhân có lợi, và việc kết hợp chúng vào các sản phẩm tiêu dùng và phương pháp sản xuất các vi nang.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

WO07062833 (Unilever) bộc lộ trong ví dụ 2 việc liên kết polyme lắng đọng gồm hạt bồ kết (phụ gia làm dày, gồm thiên nhiên) trên viên nang polyuretan bằng phản ứng trùng hợp vinyl axetat. Yêu cầu bảo hộ 7 đề cập tới polyxyloglucan (còn được gọi là xyloglucan) làm chất liệu polysacarit không tích điện và yêu cầu bảo hộ 3 đề cập đến melamin formaldehyt làm chất liệu vỏ bao phủ.

WO08145547 (Unilever) bộc lộ quy trình gắn kết polyme lắng đọng không ion, quan trọng đối với vải dệt, vào các hạt có lõi và vỏ bọc. Ví dụ 7 tạo ra các vi nang melamin formaldehyt và rồi gắn kết polyme lắng đọng gồm hạt bồ kết với chúng bằng tiền polyme hóa melamin formaldehyt. Ví dụ 8 gắn cả polyme lắng đọng không ion xyloglucan và gồm hạt bồ kết với vi nang bằng các phản ứng trùng hợp khác nhau.

WO2012/007438 (Unilever) bộc lộ hạt chứa tác nhân có lợi bao gồm vỏ nhiều lớp trong đó lớp ngoài cùng có thể là polyure (xem trang 8 dòng 27) với polyme lắng đọng ở ngoài vỏ (điểm 4 yêu cầu bảo hộ và trang 28-30). Lớp vỏ bên trong là poly metacrylat. Trang 40 gợi ý cho thêm polyme lắng đọng sau và, nếu cần, với “isoxianat và co-monomer khác”. Ví dụ 1 là polyuretan. Polyme lắng đọng duy nhất được sử dụng là chuỗi polyme PET-POET ghép sau lên polyuretan với polyuretan (qua phản ứng ngưng tụ).

WO2012/038144 (Unilever) bộc lộ trong ví dụ 1, việc gắn kết chất tạo màng lắng đọng xyloglucan để tiền điều chế vi nang melamin formaldehyt bằng dung dịch tiền trùng hợp của melamin formaldehyt khác nữa. Chất lắng thom

mà không có enzym mananaza thì thể hiện giống như gồm hạt bồ kết. Khi mananaza có mặt, xyloglucan tác động hiệu quả hơn hẳn so với đối chứng gồm hạt bồ kết. Trong ví dụ 3, các chất tạo màng lắng được gắn bằng vinyl axetat.

US2014/0142019 (Unilever) bộc lộ hạt phân phối tác nhân có lợi chứa hydroxypropylxenluloza (HPC). Hạt phân phối tác nhân có lợi còn có thể chứa polyme không có polysacarit, tốt hơn là polyme aminoplast. Tác nhân có lợi cũng có thể chứa chất thơm.

Quy trình điều chế các hạt này tốt hơn là quy trình hai bước trong đó bước thứ nhất tạo thành hạt chứa tác nhân có lợi và bước thứ hai phủ lớp bao phủ lên viên nang gồm HPC làm polyme lắng đọng. Bước thứ nhất có thể hoặc là phản ứng trùng hợp từng bậc hoặc phản ứng trùng hợp cộng và bước thứ hai (ví dụ như gắn kết HPC) tốt hơn là phản ứng trùng hợp cộng. Các nhóm monome thích hợp cho phản ứng trùng hợp từng bậc nằm trong nhóm bao gồm melamin/ure/nhóm formaldehyt, nhóm isoxianat/diol (tốt hơn là các polyuretan) và các polyeste. Nhóm được ưu tiên là nhóm melamin/ure formaldehyt và polyuretan. Đoạn 73 và 74 hướng dẫn việc polyme lắng đọng HPC được gắn kết bằng vinyl axetat và/hoặc metyl acrylat.

Việc tạo ra bao nang (vi nang) sử dụng formaldehyt gặp phải các vấn đề do formaldehyt biến đổi và phải sử dụng chất khử formaldehyt. Điều này thêm vào việc tăng lượng hóa chất và có thể hạn chế tính linh hoạt của công thức. Gần đây, melamin formaldehyt, chất mà trong nhiều năm được ưu tiên hơn ure formaldehyt do xu hướng biến đổi formaldehyt được giảm thiểu, lại phải chịu áp lực đòi loại bỏ khỏi sản phẩm tiêu dùng do có khả năng lâu phân hủy trong môi trường. Do đó, chất tạo vỏ thay thế khác cho vi nang thơm để mang và cấp các tác nhân có lợi khác trong sản phẩm tiêu dùng được nghiên cứu. Polyuretan đã được đề xuất để thay thế nhưng phản ứng giữa các isoxynat và polyol buộc phải sử dụng thêm các chất hóa học khác nữa để khởi đầu phản ứng và chúng có thể gây ra các vấn đề nếu tiếp xúc với nhiều chất có lợi nhạy cảm. Thông thường, vỏ viên nang polyuretan phải được hoàn thiện với amin phản ứng trên lượng lớn các vị trí isoxianat không phản ứng trong vỏ polyuretan. Quy trình phức tạp này

làm cho việc sản xuất các hạt đó trở nên tốn kém ngay cả khi chất mồi (khởi đầu) phản ứng tương thích với thành phần tác nhân có lợi. Việc thêm polyme lắng đọng polysacarit không ion vào các hạt có thành phần phức tạp như vậy nhiều khả năng đòi hỏi phải sử dụng thêm các polyme, khiến hoá chất phức tạp thêm và tăng thêm chi phí.

Mong muốn là, polyme lắng đọng làm chất tạo vỏ thay thế là polyme đã được thể hiện là có lợi đối với melanin formaldehyt; ví dụ như polysacarit không ion. Để loại bỏ được melanin formaldehyt từ sản phẩm, việc gắn polyme lắng đọng này với chất liệu vỏ bao phủ không có melamin formaldehyt không thể đạt được khi sử dụng các chất tiền trùng hợp đã biết vốn thường được sử dụng cho melamin formaldehyt. Các “polyme cộng thay thế” khác được biết đến chưa bao giờ được ưu tiên ngoài phòng thí nghiệm bởi chúng làm phức tạp hóa quy trình sản xuất quá mức. Do vậy, cần phải tìm ra chất liệu vỏ phù hợp để sử dụng với polyme lắng đọng không ion có lợi và đề xuất quy trình mới để gắn kết các polyme polysacarit không ion đó với chất liệu tạo thành vỏ.

US 2012/0148644A1 (IFF) mô tả việc tổng hợp vi nang với các vỏ polyure (đoạn 180) để mang và cấp tác nhân có lợi là chất thơm. Tốt hơn là bằng trùng hợp bề mặt polyisoxianat và diamin để tạo ra polyure. Trong các ví dụ, họ bộc lộ rằng cacboxymetyl xenluloza có thể được sử dụng để tăng cường mùi hương được nhận thấy (đoạn 185). Họ cũng bộc lộ việc cho thêm polyme lắng đọng (khi bắt đầu, trong và sau khi tạo viên nang) nhưng lại là nguyên liệu cation (hoặc lưỡng tính) và không có gốc polysacarit. Merquat 100 là polyme tích nhiều cation.

US 2013/330292 (IFF) mô tả các viên nang polyure, chứa tùy ý chất trợ lắng. Vỏ viên nang được cho rằng phù hợp với sản phẩm tiêu dùng. Chất trợ lắng tích và không tích điện đã được nhắc tới, chúng có thể được tùy chọn gắn kết qua liên kết cộng hóa trị. Các polysacarit được đề cập như chất trợ lắng có thể dùng. Trong các phương án được ưu tiên, trong đó vỏ viên nang được bao gồm trong sản phẩm tiêu dùng như là dầu xả, không chất trợ lắng nào được sử dụng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo sáng chế này, vi nang được đề xuất chứa chế phẩm bao gồm chất hoạt động bề mặt hoặc nguyên liệu cation và ít nhất 0,01% trọng lượng vi nang chứa tác nhân có lợi bên trong vỏ polyure được đặc trưng trong đó vỏ polyure có polyme lắng đọng polysacarit không ion được liên kết cộng hóa trị với nó. Các polyme lắng đọng không ion được biết đến cung cấp khả năng lắng tăng cường trên chất xenluloza cho các loại chất vỏ khác. Khi được gắn kết với polyure, các tác giả sáng chế bất ngờ nhận ra rằng so sánh với khi gắn kết với vi nang của tình trạng kỹ thuật, chúng tạo ra ít kết tụ cho vi nang hơn và khả năng cho các vi nang duy trì phân tán tốt hơn trong các sản phẩm chứa chất hoạt động bề mặt..

Tốt hơn là, polyme lắng đọng được chọn từ nhóm bao gồm mannan, glucan, glucomannan, xyloglucan, hydroxyalkyl xenluloza, dextran, galactomannan và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nữa là, polyme lắng đọng là xyloglucan, galactomanannan, dextran hoặc hydroxypropyl xenluloza và tốt nhất là xyloglucan hoặc hydroxypropyl xenluloza.

Polysacarit không ion được ưu tiên là những chất với trọng lượng phân tử M_w vượt quá 40 kDa.

Tỷ lệ trọng lượng giữa polyme lắng đọng với vỏ polyure tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:500 đến 1:2 vì tỷ lệ này đạt được các lợi ích bất ngờ ghi nhận ở trên. Hiệu quả sáng chế có thể thu được một cách thuận lợi với mức kết hợp từ 1:500 đến 1:10, ngay cả từ 1:400 đến 1:20, giữa polyme lắng đọng với vỏ polyure.

Tốt hơn là, vi nang chứa chất lõi với lượng ít nhất là 50% trọng lượng, tốt hơn là hơn 80% trọng lượng, bao gồm tác nhân có lợi, và vỏ polyure với lượng từ 1 đến 30% trọng lượng. Tốt hơn là, vỏ cấu thành lên đến 10% trọng lượng của vi nang. Trọng lượng của vỏ được điều chỉnh theo các chuyên gia trong lĩnh vực để điều chỉnh phù hợp với tính vỡ của vi nang và để giữ các chất bên trong một cách hiệu quả. Lượng tác nhân có lợi được tính theo % trọng lượng tổng tốt hơn là ít nhất 10% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 20% trọng lượng, thậm chí

tốt hơn nữa là ít nhất 30% trọng lượng và tốt nhất là ít nhất 40% trọng lượng hoặc thậm chí ít nhất 50% trọng lượng.

Lượng polyme lắng đọng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10%, tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 5% trọng lượng, dựa trên trọng lượng vi nang.

Polyure có thể được tạo ra thuận lợi bằng phản ứng của poly-isoxianat và diamin. Poly chức năng của isoxianat được cho là đem lại đủ vị trí phản ứng isoxianat tự do để liên kết cộng hóa trị xảy ra dễ dàng.

Tốt hơn là, chế phẩm chứa vi nang là chế phẩm tẩy giặt và chế phẩm còn chứa chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất là 5% trọng lượng.

Ngoài ra, chế phẩm chứa vi nang là chế phẩm làm sạch da hoặc chế phẩm dầu gội và chế phẩm còn chứa chất hoạt động bề mặt với lượng ít nhất là 2% trọng lượng.

Ngoài ra, chế phẩm chứa vi nang là chế phẩm dầu xả và chế phẩm còn chứa nguyên liệu cation với lượng ít nhất là 1% trọng lượng.

Chế phẩm chứa vi nang tốt hơn là các sản phẩm tiêu dùng và theo thị hiếu của người tiêu dùng và che giấu mùi hương từ các chất khác, chế phẩm tốt hơn là còn chứa ít nhất 0,1% trọng lượng chất thơm cộng thêm với chất hoạt động bề mặt hoặc nguyên liệu cation.

Thêm vào đó, theo như sáng chế này, đề xuất phương pháp tạo ra vi nang, nhằm sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế, chứa tác nhân có lợi bên trong vỏ polyure mà có polyme lắng đọng polysacarit không ion liên kết cộng hóa trị với nó, trong đó polysacarit không ion được thêm vào ít nhất 15 phút sau khi bắt đầu điều chế polyure.

Mô tả chi tiết sáng chế

Polyme lắng đọng polysacarit không ion

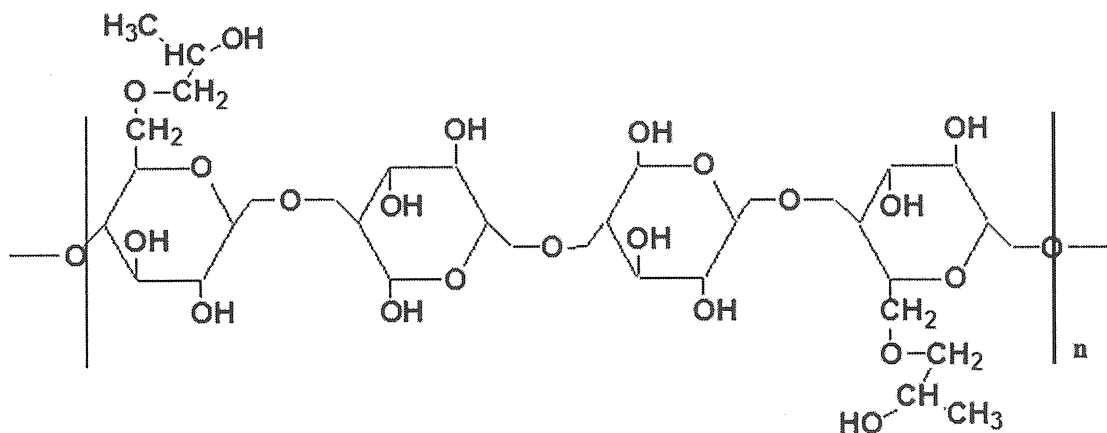
Các polyme lắng đọng polysacarit không ion được ưu tiên lựa chọn từ nhóm bao gồm: gồm me (tốt hơn là chứa các polyme xyloglucan), gồmguar, gồm hạt bò kết (tốt hơn là bao gồm các polyme galactomannan), và các cao su công nghiệp và polyme khác bao gồm, nhưng không hạn chế, trong số Tara, cỏ

cà ri, lô hội, hạt Chia, hạt lanh, hạt Psyllium, hạt Mộc qua, xanthan, gellan, welan, rhamnan, dextran, curdlan, pullulan, scleroglucan, schizophyllan, chitin, hydroxyalkyl xenluloza, arabinan (tốt hơn là từ củ cải đường), arabinan phân nhánh (tốt hơn là từ củ cải đường), arabinoxylan (tốt hơn là từ lúa mạch đen và lúa mạch), galactan (tốt hơn là từ hoa lupin and khoai tây), pectic galactan (tốt hơn là từ khoai tây), galactomannan (tốt hơn là từ cây carob, và bao gồm cả độ nhớt cao và thấp), glucomannan, lichenan (tốt hơn là từ rêu iceland), mannan (tốt hơn là từ quả dừa ngà), pachyman, rhamnogalacturonan, cao su, agar, alginat, carrageenan, chitosan, clavan, axit hyaluronic, heparin, inulin, cellodextrins, xenluloza, dẫn xuất xenluloza và hỗn hợp của chúng.

Các polysacarit không ion không có khả năng thủy phân được ưu tiên nhất. Polysacarit tốt hơn là có liên kết khung β -1,4. Tuy nhiên, dextran không có khung như vậy, cũng được ưu tiên.

Tốt hơn là, polysacarit là xenluloza, dẫn xuất xenluloza, hoặc một polysacarit liên kết β -1,4 khác có ái lực với xenluloza, tốt hơn là mannan, glucan, glucomannan, xyloglucan, galactomannan và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nữa là, polysacarit được chọn từ nhóm gồm xyloglucan và hydroxypropyl xenluloza. Galactomannan thường là từ Gôm hạt bồ kết và/hoặc guar.

Polysacarit không ion được ưu tiên cao là Hydroxypropyl xenluloza với trọng lượng phân tử vượt quá 40 kDa. Hydroxypropyl xenluloza (HPC) có cấu trúc lặp lại được thể hiện bằng các công thức tổng quát dưới đây:



Đặc biệt là, các kết quả tốt có thể đạt được khi HPC có độ nhớt trong 2% trọng lượng dung dịch nước từ 1000 đến 4000 mPa.s. Việc đo độ nhớt được thực hiện bằng cách sử dụng máy đo độ nhớt Brookfield, con quay #3, @30 vòng/phút. Chất có độ nhớt thấp hơn được đo bằng cách sử dụng con quay #2, @60 vòng/phút.

HPC là ete xenluloza, trong đó một số nhóm hydroxyl trong các đơn vị glucoza lặp lại đã được hydroxy-propyl hóa hình thành nên các nhóm -OCH₂CH(OH)CH₃ sử dụng propylen oxit. Số lượng trung bình các nhóm hydroxyl được thế trên mỗi đơn vị glucoza được gọi là chuẩn độ thay thế (DS). Thế hoàn toàn sẽ đem lại DS bằng 3. Tuy nhiên, do chính nhóm hydroxy-propyl chứa nhóm hydroxyl, chất này cũng có thể được ete hóa trong quá trình điều chế HPC. Khi điều này xảy ra, số mol của các nhóm hydroxy-propyl trên mỗi vòng glucoza, các mol thay thế (MS), có thể cao hơn 3.

Phần lớn (thường là khoảng 75% đối với DS bằng 3) khối lượng của HPC được tìm thấy trong các nhóm thay thế hơn là khung.

Thêm vào đó, các polysacarit không ion được lựa chọn từ nhóm gồm: hydroxy-propyl metyl xenluloza, hydroxy-etyl metyl xenluloza, guar hydroxy-propyl, hydroxy-etyl etyl xenluloza và metyl xenluloza có thể được sử dụng.

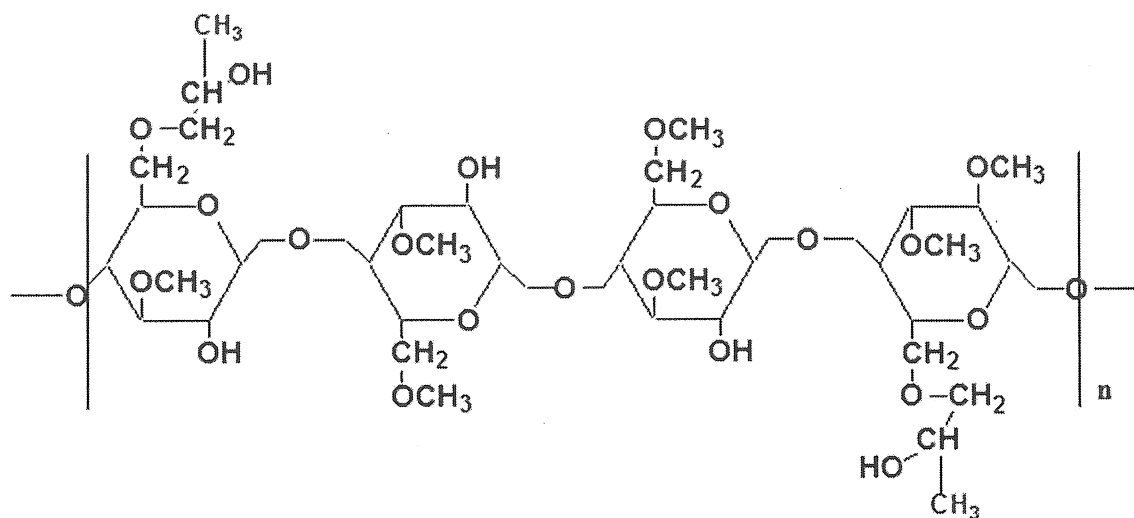
Khoảng cách vòng của các polyme liên kết β-1,4 này sao cho mỗi vòng tròn thay thế của polyme được bố trí tốt để cho phép tương tác giả liên kết hydro với các mây electron pi của các vòng phthalat trong polyeste. Hơn nữa, các polyme này có sự cân bằng giữa tính ưa nước và kỵ nước, có nghĩa là chúng có thể tương tác với loại vải mà không kỵ nước đến mức không hòa tan. Các polysacarit được biến đổi không ion khác, ví dụ như hydroxyl-etyl xenluloza, không có các đặc tính chuẩn và thể hiện hiệu quả kém như các chất trợ polyme lắng đọng, đặc biệt là trên polyeste.

Trong các ete của xenlulo, trong đó một số nhóm hydroxyl trong các đơn vị glucoza lặp lại đã được hydroxy-alkyl hóa, số lượng trung bình các nhóm hydroxyl được thế trên một đơn vị glucoza được gọi là chuẩn độ thay thế (DS). Thế hoàn toàn sẽ cung cấp một DS bằng 3. Tuy nhiên, nếu chính nhóm thế chứa

nhóm hydroxyl, chúng cũng có thể được ete hóa. Khi ete hóa xảy ra, số mol của các nhóm thế trên mỗi vòng glucoza, các mol thay thế (MS), có thể cao hơn 3.

Một số nhóm -OH (tại vị trí chúng có mặt) trong nhóm bên hydroxyl-alkyl có thể được thay thế bằng các alkyl ete. Thông thường, chúng là các C_1 - C_{20} alkyl ete, và trong các trường hợp cụ thể có thể là C_{16} - C_{22} ete. Chuỗi alkyl được ưu tiên nhất là stearyl.

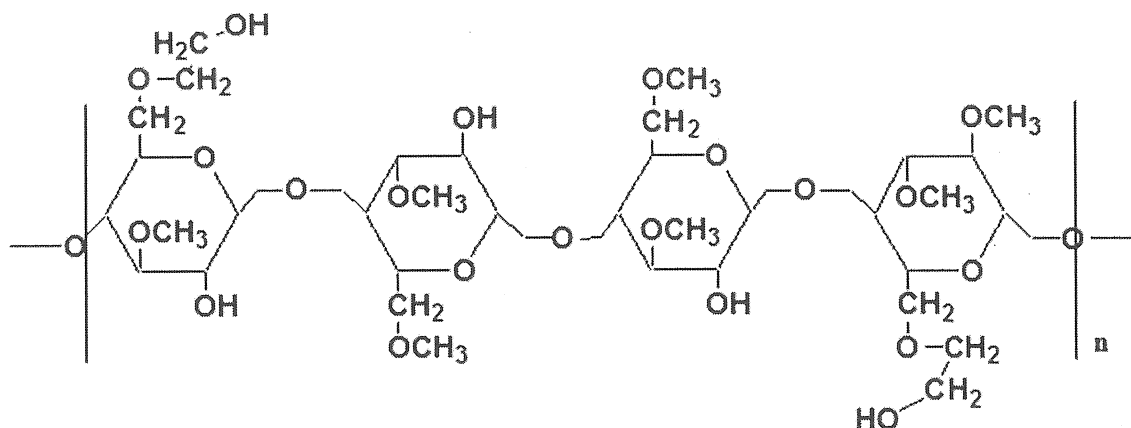
Hydroxy-propyl methyl xenluloza (HPMC), có cấu trúc lặp lại được thể hiện bằng các công thức tổng quát dưới đây:



Vì các nhóm thế hydroxypropoxy có thể được gắn kết với nhau trên các chuỗi bên, chuẩn độ thay thế cho HPMC có thể cao hơn 3.

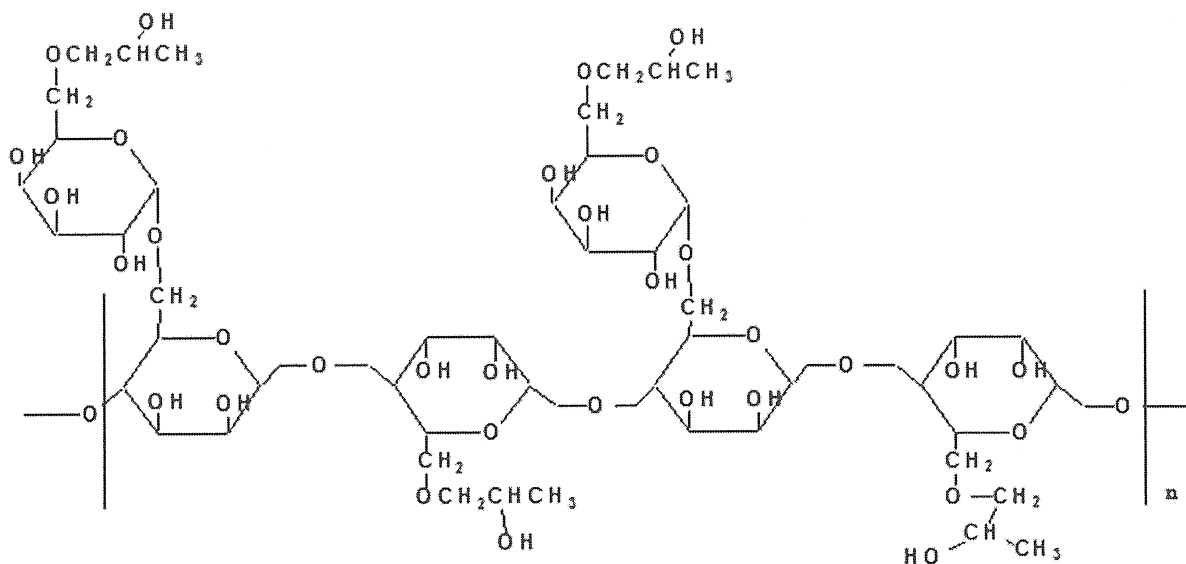
Trong các dẫn chất hữu ích của HPMC "Sangelose", một số nhóm -OH trong nhóm bên hydroxyl-propyl được thay thế bằng các alkyl ete. Thông thường, chúng là các C_1 - C_{20} alkyl ete, và trong các trường hợp cụ thể có thể là các C_{16} - C_{22} ete. Chuỗi alkyl được ưu tiên nhất là stearyl.

Hydroxy-etyl methyl xenluloza (HEMC), có cấu trúc lặp lại được thể hiện bằng các công thức tổng quát dưới đây:



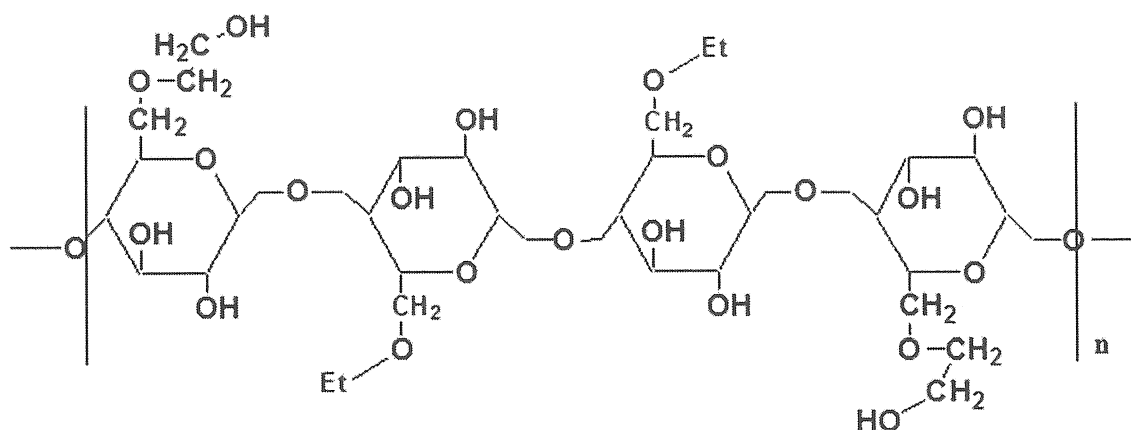
Vì các chất thế etoxy có thể được gắn kết với nhau trên các chuỗi bên, chuẩn độ thay thế có thể cao hơn 3.

Hydroxy-propyl guar (HPG), có cấu trúc lặp lại được thể hiện bằng các công thức tổng quát dưới đây:



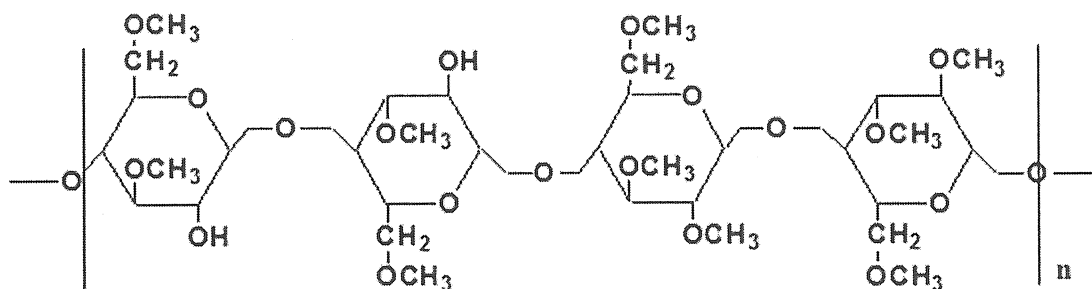
Vì các nhóm thế hydroxypropoxy có thể được gắn kết với nhau trên các chuỗi bên, chuẩn độ thay thế trong HPG có thể cao hơn 3.

Hydroxy-ethyl etyl xenluloza (HEEC), có cấu trúc lặp lại được thể hiện bằng các công thức tổng quát dưới đây:



HEEC ít được ưu tiên hơn các chất hỗ trợ mang và cấp polysacarit không ion khác được trình bày ở đây.

Metyl xenluloza (ME), có cấu trúc lặp lại được thể hiện bằng các công thức tổng quát dưới đây:



Mức tối đa trên lý thuyết của chuẩn độ thay thế (DS) là 3,0. Tuy nhiên, giá trị thường thấy hơn là 1,3 đến 2,6.

Đặc biệt là, các kết quả tốt có thể thu được khi polyme lắng đọng là chất có độ nhớt trong 2% trọng lượng dung dịch nước hơn 1000 mPa.s. Việc đo độ nhớt được thực hiện bằng cách sử dụng máy đo độ nhớt Brookfield, con quay #3, @30 vòng/phút. Chất có độ nhớt thấp được đo bằng cách sử dụng con quay #2, @60 vòng/phút.

Tốt hơn là, polyme lắng đọng polysacarit không ion có trọng lượng phân tử trên 50 kDa và tốt hơn nữa là trên 140 kDa, tốt nhất là trên 500 kDa. Khi trọng lượng phân tử tăng thì hiệu suất của polyme lắng đọng thường tăng lên.

DS thường nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3, tốt hơn nữa là trên 1,5 đến 3, tốt nhất là có thể từ 2,0 đến 3,0.

Giá trị MS thông thường cho chất polyme lắng đọng là từ 1,5 đến 6,5. Tốt hơn là, MS nằm trong khoảng từ 2,8 đến 4,0, tốt hơn nữa là trên 3,0, tốt nhất là từ 3,2 đến 3,8.

Tốt hơn là, polyme lắng đọng có mặt ở các mức độ nhờ vậy mà tỷ lệ, chất polyme: chất rắn dạng hạt, nằm trong khoảng từ 1:500 đến 3:1, tốt hơn nữa là từ 1:500 đến 1:2 và tốt nhất là từ 1:200 đến 1:2.

Polyure

Polyure được tạo thành từ diisoxianat hoặc polyisoxianat với diamine hoặc các polyamine. Thông thường, để tạo ra vi nang, phần cyanat có mặt trong pha phân tán (dầu) và phần amin có trong pha liên tục (nước). Các vỏ tạo ra qua phản ứng trùng hợp bề mặt tại pha bề mặt tiếp xúc. Phản ứng này và việc sản xuất các vi nang vỏ polyure được biết đến và được hiểu bởi các chuyên gia và sáng chế này có thể được áp dụng cho bất kỳ loại vi nang polyure nào.

Khi chất diisoxianat được sử dụng, nó có thể là chất béo mạch thẳng, mạch vòng hoặc thơm.

Các polyisoxianat thơm thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn, trong số 2,4 và 2,6-toluen diisoxianat, naphthalen diisoxianat, diphenyl metan diisoxianat và triphenyl metan-p, p'p "- trityl triisoxianat, polymetylen polyphenylen isoxianat, 2, 4,4'-diphenylete triisoxianat, 3,3'-dimetyl-4,4'-diphenyl diisoxianat, 3,3'-dimetoxi-4,4'diphenyl diisoxianat, và 4,4'4"-triphenylmetan triisoxianat.

Các polyisoxianat béo thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn, trong số dicycloxylmetan 4,4' -diisoxianat, hexametylen-1,6-diisoxianat, isophoron diisoxianat, trimetyl-hexametylen diisoxianat, trime hexametylenel, 6-diisoxianat, trime isophoron diisoxianat, 1, 4 -xyclohexan diisoxianat, ure

hexametylen diisoxianat, trimetylen diisoxyanat, propylen-1, 2-diisoxianat và các butylen-1,2-diisoxianat và các hỗn hợp của chúng.

Các diamin thích hợp có thể bao gồm các amin như etylen diamin (EDA), phenylen diamin, toluen diamin, hexametylen diamin, dietylentriamin, tetraetylen pentaamin, pentametylen hexamin, 1,6-hexan diamin, metylen tetramin, 2,4- diamino-6-metyl- 1,3,5 triazin 1,2-diaminoxyclohexan, 4,4'-diamino-diphenylmetan, 1,5-diaminonaphtalen, 2,4,4'-triaminodiphenylete, bis (hexa-metylentriamin), 1,4,5,8 - tatraaminoanthraquinon, isophoron diamin, diamino propan và diaminobutan, và hỗn hợp của chúng. Các polyme amin cũng có thể được sử dụng, ví dụ Jeffamines (polyete amin) và poly (etylenimin).

Muối polyamin hoặc polyamin hoặc muối amin hoặc dimain hòa tan trong nước được ưu tiên hơn vì amin thường có mặt trong pha nước. Hợp chất của các Polyisoxianat và diamin được ưu tiên hơn bởi vì đa chức năng cho phép các cấu trúc được liên kết lưới và có chất đa chức năng số nhiều trong pha phân tán giảm cơ hội liên kết tạo thành giữa các hạt liên kề và kết quả tạo thành nhóm.

Các chất phù hợp khác được bộc lộ, ví dụ như trong US2014/0017287. Các công nghệ vỏ bọc gốc isoxianat cũng được bộc lộ trong WO 2004/054362; EP 0 148149; EP 0 017 409; US 4,417,916, US 4,124,526, US 6,566,306, US 6,730,635, WO 90/08468, WO 92/13450, US 4,681, 806, US 4,285,720, US 6,340,653 và EP 2673078.

Tác nhân có lợi

Tác nhân có lợi là chất mà khi lắng đọng trên chất nền cung cấp một số tác dụng mong muốn trên chất nền đó. Nhờ vậy, vi nang có sự lựa chọn lớn về các chất. Vì các bao polyure được tạo ra bởi quá trình trùng hợp bề mặt từ dầu trong nhũ tương dạng lỏng, tác nhân có lợi nói chung là một chất kỵ nước có thể trộn với pha dầu hoặc tạo thành pha dầu.

Các tác nhân có lợi bao gồm chất hương liệu thô (cũng được gọi là hương liệu từ đây), dầu silicon, sáp ong, các hydrocacbon, axit béo cao, các tinh dầu, lipid, chất làm mát da, vitamin, kem chống nắng, các chất chống oxy hoá, chất kiểm soát mùi, các chất làm mềm da, các chất đuổi sâu bọ, chất nhuộm màu,

chất chelat hóa, chất làm sạch môi trường, chất kiểm soát vi khuẩn, chất chăm sóc da, hoạt chất tự nhiên, chất hoạt tính kháng khuẩn, chất bảo quản, chất đầu dò, (ví dụ mentol), các chất nhuộm da nâu (ví dụ: dihydroxyaxeton), kem dưỡng ẩm (ví dụ dầu hướng dương và mỡ bôi), chất chống lão hóa, thuốc chống viêm, các chất dưỡng da, chất làm sáng da và các hỗn hợp của chúng.

Các tác nhân có lợi ưu tiên là hương liệu, các chất chống lão hóa, các chất chống vi sinh vật, các chất chống vi khuẩn, các chất chống nấm, chất bôi trơn và các thuốc nhuộm bóng. Các tác nhân có lợi khác có thể dùng bao gồm: chất chống oxy hóa, vitamin, chất hoạt tính chống viêm, chất làm sáng da, các chất dưỡng da, ví dụ axit 12-hydroxy stearic, dầu, chất đuổi côn trùng và kem chống nắng. Chúng được mô tả chi tiết trong tài liệu. Ví dụ: WO13/026657 và WO12/022736.

Chất tùy chọn trong vi nang (bao gồm cả vỏ bọc).

Isoxianat phải được hòa tan trong bất kỳ chất có thể tạo thành lõi vi nang, vì vậy, các chất bổ sung có thể cần thiết nếu các tác nhân có lợi không hòa tan isoxianat.

Các vi nang có thể nhờ đó tùy chọn chứa dầu vận chuyển (còn được gọi là chất pha loãng từ đây). Việc dầu nào thích hợp cho sử dụng với một chế phẩm có ích nhất định sẽ rõ ràng đối với chuyên gia. Dầu vận chuyển là chất kỵ nước có thể trộn trong các tác nhân có lợi được sử dụng trong sáng chế này. Dầu thích hợp là những chất có ái lực phù hợp đối với tác nhân có lợi. Các chất thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn, trong số dầu triglyxerit, mono và diglyxerit, dầu khoáng, dầu silicon, dietyl phthalat, polyalpha olefin, dầu thầu dầu và isopropyl myristat. Tốt hơn là, dầu là dầu triglyxerit, tốt nhất là dầu triglyxerit capric/caprylic.

Nhiều chất nhũ tương được biết đến để sử dụng trong trùng hợp nhũ tương. Các chất nhũ tương thích hợp để sử dụng trong quá trình trùng hợp có thể bao gồm, nhưng không giới hạn, trong số các chất hoạt động bề mặt không ion như polyvinylpyrrolidon (PVP), polyolen glycol sorbitan monolaurat (Tween 20), polyetylen glycol sorbitan monopalmitat (Tween 40), polyuretanol glycol

sorbitan monooleat Tween 80), rượu polyvinyl (PVA) và poly (etoxyl) nonyl phenol, copolyme etylen maleic anhydrit (EMA), Easy-Sperse TM (từ ISP Technologies Inc.), các chất hoạt động bề mặt ion như muối axit polyacrylic đã được trung hòa một phần như natri hoặc kali polyacrylat hoặc natri hoặc kali polymetacrylat. Brij TM -35, Hypermer TM A 60, hoặc natri lignosulphat, và các hỗn hợp của chúng.

Chất nhũ tương cũng có thể bao gồm, copolyme acrylic axit-alkyl acrylat, poly (axit acrylic), este béo polyoxyalkilen sorbitan, anhydrit co-cacboxy polyalkilen, các polyalkylen co-maleic anhydrit, poly (metyl vinyl etyl-co-maleic anhydrit), poly(propylen-co-maleic anhydrit), poly(butadien-co-maleic anhydrit), poly (vinyl axetat-co-maleic anhydrit), các rượu polyvinyl, polyalkylen glycol, polyoxyalkylen glycol, và hỗn hợp của chúng.

Các chất nhũ tương được ưu tiên là các etoxylat cồn béo (đặc biệt là loại Brij TM), muối của ete sulphat (bao gồm cả SLES), alkyl và alkaryl sulphonat và sulphat (gồm LAS và SDS) và các muối cation bậc bốn (bao gồm cả CTAC và CTAB).

Thông thường, đồng chất hoạt động bề mặt sẽ có mặt trong pha phân tán và trong hạt thu được. Đồng chất hoạt động bề mặt thông thường để sử dụng trong sáng chế này bao gồm hexadecan, rượu xetyl, lauroyl peroxit, n-dodecyl mecaptan, metacrylat dodecyl, metacrylat stearyl, polystyren, polydecen, dầu khoáng, isopropyl myristat, C₁₂-C₁₅ alkyl benzoat và polymetyl metacrylat.

Các đồng chất hoạt động bề mặt được ưu tiên bao gồm hexadecan, polydecen và isristopropyl myristat.

Xem % trọng lượng của pha dầu là tổng, đồng chất hoạt động bề mặt thường nằm trong khoảng từ 0 đến 20% trọng lượng, tốt hơn là từ 1 đến 15% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 2 đến 12,5% trọng lượng.

Trong tình trạng kỹ thuật, các chuyên gia đề xuất rằng các vỏ bọc polyure tinh khiết không có ích do khả năng bị rò rỉ vốn có của chúng. Việc đưa các chất như cacboxymetyl xenluloza vào vỏ bọc được hướng dẫn vì có các vỏ bọc phức tạp hơn được làm từ hỗn hợp polyure và các polyme khác. Trong sáng chế này,

thuận lợi hơn cho vỏ bọc viên nang nếu ít nhất 95% và tốt hơn là 100% polyure. Sự rò rỉ của viên nang có thể được điều chỉnh bởi độ dày của vỏ bọc và sự lựa chọn của amin và isoxianat. Đối với một số ứng dụng, ví dụ như giặt ủi, cần có một số tác nhân có lợi rò rỉ từ viên nang trước khi nó vỡ. Khi tác nhân có lợi là chất thơm, điều này có thể làm tăng nhận thức về độ tươi khi tẩy giặt vẫn còn ướt.

Kích thước của vi nang

Nói chung, các vi nang sẽ có đường kính trung bình từ khoảng 0,001 đến khoảng 1000 micron, tốt hơn từ khoảng 1 đến khoảng 500 micron, tốt hơn nữa là từ khoảng 5 đến khoảng 100 micron, và thậm chí tốt hơn nữa là từ khoảng 10 đến khoảng 50 micron. Các kích thước này có thể đóng vai trò quan trọng trong khả năng kiểm soát ứng dụng của thành phần viên nang trong thực tiễn của sáng chế này. Phạm vi kích thước của vi nang rộng nhất trong bất kỳ điều kiện nào sẽ là từ khoảng 0,001 đến khoảng 1000 micron và giới hạn kích thước phun dễ dàng hơn có thể từ khoảng 10 đến khoảng 50 micron.

Mong muốn là, huyền phù của các vi nang để giữ chất phân tán, ngoài ra, để ngăn ngừa nhiễm khuẩn, các thành phần vi nang cũng cần chứa chất bảo quản. Chất bảo quản có thể được chứa trong chất lõi và/hoặc trong chất vận chuyển chứa nước.

Ứng dụng của các vỏ vi nang và các chế phẩm phù hợp

Các chế phẩm để sử dụng trong sáng chế này có thể chứa một hoặc nhiều thành phần khác ngoài các vi nang polyure với polyme lỏng động polysacarit không ion. Chúng có thể chứa các loại vi nang khác hoặc các vi nang tương tự với tác nhân có lợi bên trong.

Ngoài mọi công thức chất thơm có thể chứa được trong các vi nang, chế phẩm bao gồm các vi nang trong sáng chế này cũng có thể chứa chất thơm tự do.

Các chế phẩm đã điều chế bao gồm các hạt của sáng chế này có thể chứa hợp chất hoạt tính bề mặt (chất hoạt động bề mặt) có thể được lựa chọn từ các chất hoạt động bề mặt xà phòng hoặc không xà phòng anion, cation, không ion, lưỡng tính và obitterionic và hỗn hợp của chúng. Nhiều hợp chất hoạt động bề

mặt thích hợp đã được biết đến và đã được mô tả đầy đủ trong tài liệu, ví dụ như trong "Surface-Active Agents and Detergents", Tập I và II, bởi Schwartz, Perry and Berch. Các hợp chất hoạt tính bề mặt ưu tiên có thể được sử dụng là các hợp chất xà phòng tổng hợp và không xà phòng anion, không ion.

Tùy thuộc vào mục đích sử dụng cuối cùng của chế phẩm chứa các vi nang, các chất khác, thường thấy trong các chế phẩm đó, có thể được sử dụng như thường lệ. Ngoại lệ quan trọng đó là xenluloza tự do tốt hơn là không có mặt trong chế phẩm, trừ khi nó bị làm mất hoạt tính. Mannanase cũng cần tránh được sử dụng.

Các thành phần như vậy bao gồm chất bảo quản (ví dụ như chất diệt khuẩn), các chất đệm nồng độ pH, chất vận chuyển hương liệu, các chất chống lắng đọng, các chất giải phóng vết bẩn, các chất đa điện phân, các chất chống co, các chất chống nhăn, chất chống oxy hóa, kem chống nắng, các chất chống ăn mòn, các chất truyền nếp, chất khử tĩnh điện, chất làm trắng và/hoặc chất làm mờ, dầu chiết xuất/tự nhiên, chất hỗ trợ xử lý, như các chất điện phân, chất làm sạch. ví dụ như chất chống vi khuẩn, chất chống nấm, chất làm đặc, các tác nhân có lợi cho da, chất tạo màu, chất làm trắng, chất làm sáng quang học, chất huyền phù vết bẩn, enzym làm sạch, các chất tẩy trắng tương thích (đặc biệt là các hợp chất peroxit và các hợp chất phóng thích clo hoạt tính), các chất kiểm soát gel, các chất ổn định băng đông, chất diệt khuẩn, chất bảo quản (ví dụ 1,2-benzisothiazolin-3-on), các hydrotrope, chất thơm và hỗn hợp của chúng.

Các chế phẩm để sử dụng trong sáng chế cũng có thể chứa các chất điều chỉnh nồng độ pH như axit clohidric hoặc axit lactic.

Các sản phẩm cuối cùng của chế phẩm trong sáng chế này có thể ở bất kỳ dạng vật lý thích hợp nào, ví dụ như chất rắn như thanh rắn, chất keo; hoặc chất lỏng hoặc gel, tốt hơn là, chất lỏng từ nước.

Các chất tẩy giặt, các chế phẩm làm sạch da và dầu xả là các chế phẩm được ưu tiên để sử dụng chứa các vi nang.

Các vi nang thường được chứa trong các chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,01% đến 10%, tốt hơn là từ 0,5% đến 7%, tốt nhất là từ 0,5% đến 5% tính theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm.

Sáng chế sẽ được tiếp tục mô tả với các ví dụ không giới hạn sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 - Tổng hợp vi nang polyure với xyloglucan được thêm tại các thời điểm thêm khác nhau.

Một số vi nang polyure đã được tổng hợp, nhờ đó các polyme lỏng động lỏng xyloglucan đã được thêm vào tại các thời điểm thêm khác nhau, một lần khi quá trình tạo bao nang bắt đầu. Các chất yêu cầu đã được trình bày trong Bảng 1 và các chi tiết về chế phẩm đã được trình bày trong Bảng 2.

Bảng 1:

Chất	Nhà cung cấp	% Hoạt tính
Benzyl Axetat	Aldrich	>99%
Hostasol Yellow 3G	Clariant	100%
Poly(metylen(polyphenyl)isoxianat)	Polysciences	100% hoạt tính (30% Isoxianat)
LAS (Alkyl Benzen Sulphonat mạch thẳng, muối natri)	Petrelabs	90%
Hexametylen Diamin	Aldrich	98%
Xyloglucan	DSP Gokyo Food and Chem. Co.	100%

Bảng 2:

Chất rắn dạng hạt (%) =	15
% BA (trên chất rắn) =	89,6
% Hostasol (trên pha dầu) =	0,02
% PMPHI (trên chất rắn) =	7,2

% HMDA (trên chất rắn) =	3,2
Tổng trọng lượng (g) =	200
% XG (trên chất rắn) =	2,0

Các vi nang được tạo ra bằng cách tổng hợp sau đây:

1) 0,0054 g Hostasol yellow 3G và 2,2 g poly(metylen(polyphenyl) isoxianat) đã được hòa tan trong 26,9g benzyl axetat (pha dầu).

2) 0,77 g LAS (alkyl alkyl benzen sulphonat mạch thẳng) được hòa tan trong 100 ml nước khử ion bằng cách khuấy trong 30 phút (pha nước).

3) Dung dịch 1% trọng lượng xyloglucan (XG) được điều chế riêng bằng cách đồng nhất (8000 vòng/phút) 5 g XG trong 495 g nước cất đun sôi trong 5 phút và để nguội trước khi sử dụng.

4) Các pha dầu và nước được trộn lẫn và nhũ tương hoá bằng cách sử dụng máy đồng hóa (5000 vòng/phút) trong 2 phút (cẩn thận để tránh tạo bọt quá mức).

5) Hỗn hợp này được khuấy liên tục bằng cách sử dụng máy khuấy đĩa (200 vòng/phút).

6) Nước để điều chỉnh chất rắn được thêm vào (64,2 g đối với mẫu XG tự do và 4,2 g đối với tất cả các mẫu chứa XG).

7) Sau đó, 0,96 g hexametylen diamin hòa tan trong 5 g nước khử ion được thêm vào từng giọt.

8) Nhiều mẫu đã được điều chế, trong đó có một mẫu không được thêm dung dịch XG (đối chứng) và các mẫu khác, trong đó thêm 60 g dung dịch XG 1 % trọng lượng sau 7, 15, 30, 45 hoặc 60 phút.

9) Xử lý polyure được cho phép tiến hành ở nhiệt độ phòng trong ít nhất 3 giờ.

Ví dụ 2 - Đánh giá sự lắng đọng khi hút cận huỳnh quang

1) Điều chế của dung dịch gốc tẩy giặt

Dung dịch gốc tẩy giặt cô đặc (10X) được điều chế bằng cách sử dụng các chất trong Bảng 3.

Bảng 3

Thành phần	Hoạt tính (%)	Trọng lượng (g)
LAS (Alkyl Benzen Sulphonat mạch thẳng, muối natri)	90,0%	5,5
Neodol 25-7	100,0%	5,0
Na ₂ CO ₃	100,0%	7,55
NaHCO ₃	100,0%	2,42
Nước khử ion	N/A	979,5

2) Điều chế nước tẩy giặt:

Dung dịch gốc nước tẩy giặt (10 ml) và nước khử ion (90 ml) đã được thêm vào chai nhựa 125 ml. Điều này giúp cho 100 ml nước tẩy giặt được đậm đến nồng độ pH 10,5 và chứa chất hoạt động bề mặt 1 g/l (50:50 LAS: Neodol 25-7).

3) Tẩy giặt mô phỏng:

0,005 g (50 ppm trên nước tẩy giặt) của các vi nang đã được thêm vào chai nhựa chứa nước tẩy giặt và khuấy nhẹ để đảm bảo trộn lẫn. (Việc tẩy giặt được làm giống hệt cho mỗi mẫu và cho kết quả trung bình). Ước tính 5 ml được lấy ra từ mỗi mẫu và huỳnh quang (kích thích = 450 nm, phát xạ = 515, chiều rộng khe = 15) được đo trong chậu thủy tinh 1 cm bằng thiết bị đo huỳnh quang (Perkin Elmer LS50). Giá trị huỳnh quang này tượng trưng cho 100% hạt trong dung dịch giặt trước khi tiến hành quá trình tẩy giặt mô phỏng.

Vùng của miếng vải cotton không được phát huỳnh quang có kích thước 20 cm x 20 cm được đặt vào mỗi chai nhựa có chứa dung dịch rửa và các vi nang và đóng kín chai lại.

Các chai được khuấy ở 40°C và 150 vòng/phút bằng cách sử dụng thiết bị lắc nước (Haake SWB25) trong 45 phút để mô phỏng quá trình tẩy giặt chính.

Các miếng vải đã được lấy ra và vắt bằng tay và ước tính 5 ml nước tẩy giặt còn lại được lấy và đo được huỳnh quang (như trước). Từ phép nội suy của đường cong hiệu chỉnh nồng độ so với đường cong hiệu chỉnh huỳnh quang, nồng độ của các vi nang vẫn duy trì trong dung dịch sau khi tẩy giặt có thể được xác định và do đó tỷ lệ lắng đọng (lắng giặt) trên vải xác định bởi sự khác biệt.

Các chai nhựa sau đó được rửa sạch hoàn toàn và vải "được vắt" cho lại vào chai và 100 ml nước khử ion được thêm vào và các chai được đóng lại. Sau đó, chai được khuấy (150 vòng/phút) trên bề mặt nước trong 10 phút ở nhiệt độ môi trường xung quanh (xấp xỉ 20°C) để mô phỏng quy trình rửa. Các miếng vải sau đó đã được lấy ra và vắt bằng tay. Ước tính 5 ml dung dịch rửa được lấy ra và huỳnh quang được xác định như trước. Một lần nữa, phép nội suy của đồ thị hiệu chuẩn cho phép nồng độ vi nang được loại bỏ ra khỏi vải trong quá trình rửa để được xác định và, bằng cách trừ đi từ mức độ lắng đọng sau lần tẩy giặt chính, tỷ lệ lắng đọng tổng thể được xác định.

Tỷ lệ lắng đọng (sau lần tẩy giặt chính và rửa) đối với các mẫu được điều chế trong Ví dụ 1) được thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4

	Lần tẩy giặt chính		Sau khi rửa	
	Độ lắng (%)	SD	Độ lắng (%)	SD
Thời điểm thêm Polyure - XG				
Kiểm soát (Không XG)	58,4	5,0	44,5	5,6
Sau 7 phút	69,9	5,3	46,4	13,2
Sau 15 phút	83,1	3,0	72,6	0,1
Sau 30 phút	79,9	1,9	69,5	3,1
Sau 45 phút	86,3	4,4	73,3	1,2
Sau 60 phút	85,3	1,1	69,0	2,8

Kết quả cho thấy lắng đọng được tăng cường bởi sự gắn kết của xyloglucan và để cho sự lắng đọng tối đa, xyloglucan không nên được thêm vào cho đến khi phản ứng được 15 phút. Sau khoảng thời gian này, có thể thêm vào trong vòng một giờ mà không gây tổn hại đến hiệu suất lắng đọng.

Ví dụ 3 - So sánh tổng hợp của vi nang melamin formaldehyt

Ví dụ so sánh được điều chế tại các mức độ chế phẩm tương đương và thêm xyloglucan thêm tại thời điểm 15 phút khi hình thành bao siêu nhỏ đã được tiến hành, với sự khác biệt là melamin formaldehyt được sử dụng làm vật liệu vỏ (thay vì polyure) và phản ứng được tiến hành ở 75°C trong 3 giờ. Các chi tiết về chế phẩm được trình bày trong Bảng 5 và các chất được sử dụng trong Bảng 6.

Bảng 5

Chất rắn dạng hạt (%)	15,0
Benzyl Axetat (% trên chất rắn)	89,6
Hostasol (% trên pha dầu)	0,02
Melamin Formaldehyt (% trên chất rắn)	10,4
Xyloglucan (% trên chất rắn)	2,0
Tổng trọng lượng (g)	200

Bảng 6

Chất	Nhà cung cấp	% Hoạt tính
Melamin	Aldrich	100%
Dung dịch Formaldehyt (Formalin)	Aldrich	37,0%
Benzyl Axetat	Aldrich	>99%
Natri clorua	Aldrich	>99%
Xyloglucan	DSP Gokyo Food and Chem. Co.	100%

Axit formic	Aldrich	>96%
Natri Cacbonat	Aldrich	>99%

Tổng hợp:

Tổng hợp tiền trùng hợp Melamin Formaldehyt

1) Đối với bình phản ứng 250 ml đã được thêm 19,5g formalin (formaldehyt lỏng với lượng là 37% trọng lượng) và 44 g nước.

2) Độ pH của dung dịch được điều chỉnh đến 8,9 bằng cách sử dụng dung dịch nước cacbonat natri với lượng là 5% trọng lượng.

3) 10g melamin và 0,6g natri clorua đã được thêm vào và hỗn hợp được khuấy ở 200 vòng/phút bằng cách sử dụng máy khuấy đĩa.

4) Hỗn hợp đã được làm nóng đến 62°C và khuấy tiếp tục cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt (thường là 1 giờ). Dung dịch này chứa trimetylol melamin với lượng là 23,2% trọng lượng và từ đây sẽ được gọi là chất tiền trùng hợp (1).

Xyloglucan ghép tổng hợp vi nang Melamin Formaldehyt

Một số lượng vi nang được ghép xyloglucan chứa xyloglucan với lượng từ 2,1 hoặc 0,5% (trên trọng lượng hạt). Các trọng lượng được trình bày ở Bảng 7.

Bảng 7

Chất	2% XG	1% XG	0,5% XG
Chất tiền trùng hợp (1)	13,4	13,4	13,4
Benzyl Axetat	26,9	26,9	26,9
Hostasol Yellow 3G	0,0054	0,0054	0,0054
Nước	99,7	129,7	144,7
1% Dung dịch Xyloglucan	60,0	30,0	15,0

Dung dịch xyloglucan được điều chế bằng cách hòa tan 2 g xyloglucan trong 198 g nước đun sôi, sử dụng máy đồng hóa ở 8000 vòng/phút trong 5 phút và để nguội trước khi sử dụng.

- 1) Nước được thêm vào bình phản ứng 250 ml và nung nóng đến 75°C.
- 2) Chất tiền trùng hợp (1) sau đó được thêm vào, và độ pH đã được điều chỉnh tới 4,1 bằng cách sử dụng axit formic với lượng là 10% trọng lượng.
- 3) Sau khoảng 1 phút, dung dịch trở nên đục.
- 4) Máy đồng hóa (tại 8000 vòng/phút) sau đó được sử dụng để khuấy hỗn hợp trong khi từ từ thêm benzyl axetat trong hơn xấp xỉ 30 giây.
- 5) Hỗn hợp được khuấy trong chế độ cắt này thêm 2 phút.
- 6) Các bình phản ứng sau đó được đóng kín lại và được nung nóng với máy khuấy đĩa (300 vòng/phút) ở 75°C.
- 7) Dung dịch xyloglucan được thêm vào sau 15 phút.
- 8) Phản ứng này được tiếp tục trong tổng cộng 3 giờ.
- 9) Hỗn hợp đã được làm mát và điều chỉnh đến độ pH 7 sử dụng natri cacbonat với lượng là 5% trọng lượng.

Sự phân tán cuối cùng là chất rắn dạng hạt với lượng là 15%, bao gồm vỏ MF với lượng khoảng 10% và Benetyl axetat với lượng khoảng 90%, với XG với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 0,5% (trên các chất rắn dạng hạt) được gắn kết.

Ví dụ 4 - So sánh kích thước hạt của polyure ghép Xyloglucan và các vi nang Formaldehyt Melamin

Kích thước hạt cho cả hai vi nang polyure (PU) và melamin formaldehyt (MF) được tổng hợp đã được đo (sử dụng thiết bị Malvern Mastersizer 2000). Các kết quả được trình bày trong Bảng 8.

Bảng 8

	Kích thước hạt	d(0,5) micron
Nồng độ XG (%)	PU	MF

2	15,6	139,1
1	14,9	20,7
0,5	14,9	17,3

Cách tổng hợp PU tạo ra các hạt nhỏ hơn và cho phép kết hợp các mức XG cao hơn mà không gây ra sự kết tụ và tăng kích thước hạt.

Ví dụ 5 - So sánh độ ổn định của chất lỏng tẩy giặt của vi nang Polyure ghép Xyloglucan và Formaldehyt Melamin

Độ ổn định của các vi nang PU và MF như được sử dụng trong ví dụ 4 được so sánh trong chất tẩy giặt dạng lỏng không có cấu trúc với chế phẩm trong Bảng 9 (1% trọng lượng của các vi nang được thêm vào).

Bảng 9:

Chất	% trọng lượng
Monopropylen Glycol	11
Glyxerol	5
Monoetanolamin	7
Trietanolamin	2,5
Axit xitric	3,9
Neodol 25-7	4,6
LAS Axit	8,8
Prifac 5908	3
Dequest 2010	1,5
SLES 3EO	6,8
EPEI (Sokalan HP 20)	3
Acusol OP301	0,1
Natri sulfit	0,25
Nước	Đến 100%

Việc gắn kết polysacarit không ion vào vi nang được dự tính rằng ổn định sự phân tán của các hạt một chút. Đáng ngạc nhiên là, polyme lắng đọng giống vậy khi được thêm vào các vi nang polyure cho thấy huyền phù ổn định rõ ràng hơn nhiều của các hạt sau 3 ngày, trong khi các bao melamin formaldehyt tương ứng với cùng mức độ với cùng polyme lắng đọng được gắn kết rõ ràng từ chất tẩy rửa nhiều hơn trong cùng thời gian.

Ví dụ 6 - Tổng hợp của vi nang Polyure chất thơm hoàn chỉnh với Xenluloza gắn Hydroxypropyl.

Ví dụ này cho biết chi tiết việc sản xuất hydroxypropyl xenluloza (HPC) ghép với bao nang polyure chứa chất thơm mẫu (chứ không chỉ benzyl axetat) và mức độ hydroxyl propylen xenluloza thấp (0,3% đối với trọng lượng bao nang). Các chất liệu được sử dụng tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ chất thơm AKK thay thế benzyl axetat, 5% dung dịch nước rượu polyvinyl thay thế 0,5% dung dịch LAS và 1% dung dịch nước hydroxyl propyl xenluloza thay thế 1% dung dịch XG. Thông tin chi tiết mới về chất được đưa ra trong Bảng 1 và các chi tiết về chế phẩm được trình bày trong Bảng 2.

Bảng 10

Chất	Nhà cung cấp	% Hoạt tính
Chất thơm AKK	Aldrich (cho các thành phẩm) – Xem Bảng 11 để biết chế phẩm	100%
Rượu Polyvinyl (Mowiol 18-88)	Aldrich	100%
Hydroxypropyl Xenluloza (MW = 370K)	Aldrich	100%

Bảng 11 (Chế phẩm chất thơm AKK)

Trọng lượng	Thành phần	CAS
-------------	------------	-----

%		
6,66	Manzanat	39255-32-8
6,66	Aldehyt C8	124-13-0
6,66	Tetra hydro linalol	78-69-3
6,66	Benzyl axetat	140-11-4
6,66	Linalyl axetat	115-95-7
11,7	OTBCA	88-41-5
1,66	Damascone, delta	57378-68-4
6,66	Aldehyt c12	112-54-9
6,66	Verdyl axetat	5413-60-5
6,66	Ionone beta	14901-07-6
6,66	Bangalol	28219-61-6
6,66	Iso E super (OTNE)	54464-57-2
6,66	Hexyl xinnamic aldehyt	101-86-0
6,66	Xyclopentadecanolide	106-02-5
6,66	Phenyl etyl 2-phenylaxetat	102-20-5

Trọng lượng và quy trình giống trong Ví dụ 1. Dung dịch HPC được thêm vào 15 phút sau khi phản ứng bắt đầu.

Sự phân tán cuối cùng là chất rắn dạng hạt với lượng là 10%, bao gồm vỏ PU với lượng khoảng 10% và chất thơm AKK với lượng 90%, với HPC với lượng 0,3% (trên các chất rắn dạng hạt) được gắn kết.

Ví dụ 7 - Tổng hợp của đóng bao melamin formaldehyt chất thơm hoàn chỉnh với xenluloza được gắn hydroxypropyl.

Ví dụ so sánh được điều chế với các chế phẩm tương đương và thời điểm thêm HPC là 15 phút khi hình thành các vi nang đã được tiến hành. Ví dụ so sánh này sử dụng vỏ MF chứ không phải polyure. Các chất được sử dụng tương

tự như các chất chi tiết trong Ví dụ 3, ngoại trừ chất thơm AKK thay thế benzyl axetat và 1% dung dịch nước xenluloza hydroxypropyl thay thế 1% dung dịch XG. Chi tiết chất mới được trình bày trong các Bảng 10 và 11.

Trọng lượng và quy trình tương tự như trong ví dụ 3.

Sự phân tán cuối cùng là 10% chất rắn dạng hạt, bao gồm khoảng 10% vỏ viên nang MF và 90% chất thơm AKK, với 0,3% HPC (trên các chất rắn dạng hạt) được gắn vào.

Ví dụ 8 - So sánh độ ổn định của chất lỏng tẩy giặt của vi nang HPC ghép Polyure và vi nang melamin formaldehyt.

Sự ổn định của các vi nang PU và MF được mô tả trong các ví dụ 6 và 7 được so sánh trong chất tẩy giặt lỏng phi cấu trúc. Các mức độ và quy trình tương tự với các mức và quy trình chi tiết trong ví dụ 5.

Sự khác biệt rõ ràng về sự ổn định đã được quan sát sau ba ngày:

Đóng bao MF đã phân tách pha hoàn toàn có lớp kem phía trên của dung dịch, trong khi đó với biến thể polyure thì độ ổn định được duy trì.

Ví dụ 9 đến 15: Các chế phẩm

Những ví dụ này thể hiện ứng dụng của các vi nang PU trong các chế phẩm tẩy giặt, gội đầu và sữa tắm thông thường. Các chất được sử dụng được trình bày trong Bảng 12.

Bảng 12

Chất	Chi tiết kỹ thuật
LAS	Alkyl Benzen Axit Sulphonic mạch thẳng Marlon AS3, ví dụ Huls
Na-PAS	Alkyl Benzen Axit Sulphonic bậc một, trung hòa với NaOH
Dobanol 25-7	C12-15 Rượu được Etoxylat hóa, 7EO, ví dụ Shell
Zeolit	Wassalith P, ví dụ Degussa
STPP	Natri Tri Polyphosphat, Thermphos NW, ví dụ Hoechst

Dequest 2066	Chất chelat hóa kim loại, ví dụ Monsanto
Lipolase	Loại 100L, ví dụ Novo
Savinase 16L	Protease, ví dụ Novo
Sokalan CP5	Chất phụ gia polyme Acrylic/Maleic, ví dụ BASF
Deflocculating Polyme	Polyme A-11 mô tả trong EP-A-346 995
SCMC	Natri Cacboxymetyl Xenluloza
Texapon N 701	Natri Laureth Sulphat, ví dụ Cognis
Aculyn 28 Polyme (20%)	Carbomer, ví dụ Rohm and Haas
Tegobetaine CK	Cocoamidopropyl Betain, ví dụ Goldschmidt
BF Jaguar C14	Guar Hydroxypropyltrimonium Clorua, ví dụ Aqualon
DC 1788	Dimethiconol (và) TEA-Dodecylbenzensulphonat, ví dụ Dow Corning
Euperlan KE 4515	Glycol Distearate and Natri Laureth Sulphat, Cocamidopropyl Betain, ví dụ Cognis
BTAC	Genamin BTLF, Behentrimonium Clorua, ex Aako
Cetearyl Alcohol	Lanette S3, ví dụ BASF
DC5 7134	Nhũ tương Silicon, ví dụ Dow Corning
Carbopol Aqua SF-1	Acrylat Copolyme, Lubrizol
SLES 1EO	Natri Lauryl Ete Sulphat (1EO), ví dụ BASF
Cocamide MEA	Cocamide monoetanolamin, ví dụ Stepan
Versene XL100	Muối Etylendiamintetraaxetic axit Tetranatri, ví dụ Dow Chemical
PPG-9	Polypropylen Glycol, MW = 425g, Dow Chemical
Các chất tẩy giặt phụ	Các polyme chống lắng lại, các chất thu hồi kim loại chuyển tiếp, chất ổn định tẩy trắng, chất huỳnh quang, chống tạo bọt, polyme ức chế

	truyền thuốc nhuộm, các enzym, Chất thơm
--	--

Ví dụ 9 - Bột phun khô

Bảng 13 trình bày chế phẩm của bột tẩy giặt phun khô có chứa các vi nang PU từ Ví dụ 1.

Bảng 13

Hợp phần	% trọng lượng
Vi nang PU (từ ví dụ 1)	1,0
Na PAS	11,5
Dobanol 25-7	6,3
Xà phòng	2,0
Zeolit	24,1
SCMC	0,6
Na Citrat	10,6
Na Cacbonat	23,0
Natri Polyacrylat (MW 1,300,000)	0,7
Dequest 2066	0,4
Sokalan CP5	0,9
Savinase 16L	0,7
Lipolase	0,1
Chất thơm	0,4
Nước/Các muối	Lên đến 100%

Ví dụ 10 - Hạt tẩy giặt được điều chế bằng phương pháp không phun khô

Bảng 14 thể hiện chế phẩm tẩy rửa dạng hạt có chứa các vi nang PU của Ví dụ 1, có thể được sản xuất bằng phương pháp không tháp.

Bảng 14

Thành phần	% trọng lượng
Vi nang PU (từ ví dụ 1)	1,0

Na PAS	13,5
Dobanol 25-7	2,5
STPP	45,3
Na Cacbonat	4,0
Polyacrylamit (MW 5,500,000)	2,8
Na Silicat	10,1
Chất thơm	1,0
Chất phụ khác	1,5
Nước	Lên đến 100%

Ví dụ 11 - Chất lỏng tẩy giặt đẳng hướng

Bảng 15 thể hiện chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng đẳng hướng kết hợp với các vi nang PU của Ví dụ 1.

Bảng 15

Thành phần	% trọng lượng
Vi nang PU (từ ví dụ 1)	1,0
Na Xitrat	10,7
Propylen Glycol	7,5
Etylen Glycol	4,5
Borax	3
Savinase 16L	0,3
Lipolase	0,1
Dextran (MW 800,000)	1,0
Monoetanolamin	0,5
Axit Cocofatty	1,7
NaOH (50%)	2,2
LAS	10,3
Dobanol 25-7	6,3
LES	7,6

Chất thơm	1,0
Các chất phụ khác (điều chỉnh độ pH đến 7 với NaOH)	1,3
Nước	Lên đến 100%

Ví dụ 12 - Chất lỏng tẩy giặt có cấu trúc

Bảng 16 thể hiện chế phẩm tẩy giặt dạng lỏng có cấu trúc kết hợp với các vi nang PU của Ví dụ 1.

Bảng 16

Thành phần	% trọng lượng
Vi nang PU (từ ví dụ 1)	1,0
LAS	16,5
Dobanol 25-7	9,0
Axit Oleic (Priolen 6907)	4,5
Zeolit	15,0
KOH (trung hòa axit 7 đến pH 7)	8,5
Axit xitric	8,2
Polyme khử keo tụ	1,0
Protease	0,38
Lipolase	0,2
Imacol C (ví dụ Clariant)	2,0
Chất thơm	1,0
Các chất phụ khác	0,4
Nước	Lên đến 100%

Ví dụ 13 - Dầu gội đầu

Bảng 17 trình bày chế phẩm dầu gội đầu kết hợp các vi nang PU của Ví dụ 1.

Bảng 17

Chế phẩm	% trọng lượng
Vi nang PU (từ ví dụ 1)	1,0
Texapon N701	12,8
Polyme Aculyn 28 (20%)	1,0
Tegobetain CK	1,6
BF Jaguar C14	0,15
DC 1788	3,0
Emperlan KE 4515	2,5
Propylen Glycol	0,25
Natri Hydroxit	0,2
Chất thơm	2,0
Nước	Lên đến 100%

Ví dụ 14 - Dầu xả

Bảng 16 trình bày chế phẩm dầu xả kết hợp các vi nang PU của Ví dụ 1.

Bảng 16

Chế phẩm	% trọng lượng
Vi nang PU (từ ví dụ 1)	1,0
BTAC	2,9
Rượu Cetearyl	4,0
DC5 7134	2,5
Chất thơm	1,0
EDTA	0,1
Kali clorua	0,1
Nước	Lên đến 100%

Ví dụ 15 - Sữa tắm

Bảng 17 trình bày chế phẩm sữa tắm kết hợp các vi nang PU của Ví dụ 1.

Bảng 17

Chế phẩm	% trọng lượng
Vi nang PU (từ ví dụ 1)	1,0
Carbopol Aqua SF-1	1,2
SLES 1EO	11,0
Cocamide MEA	1,0
EDTA	0,05
PPG-9	0,1
NaCl (25% dung dịch)	1,0
Chất thơm	1,0
NaOH (50% dung dịch)	0,01
Nước	Lên đến 100%

Các ví dụ từ 9 đến 15 ngoài ra có thể được tạo thành bằng cách sử dụng vi nang ghép HPC thu được từ Ví dụ 6.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm chứa chất hoạt động bề mặt hoặc nguyên liệu cation và vi nang chứa tác nhân có lợi với lượng ít nhất là 0,01 % trọng lượng bên trong vỏ polyure, khác biệt ở chỗ, polyure có polyme lắng đọng polysacarit không ion liên kết cộng hóa trị với nó.
2. Chế phẩm theo điểm 1, mà là chế phẩm tẩy giặt chứa chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất là 5% trọng lượng.
3. Chế phẩm theo điểm 1, mà là chế phẩm sữa tắm hoặc dầu gội chứa chất hoạt động bề mặt với lượng ít nhất là 2% trọng lượng.
4. Chế phẩm theo điểm 1, mà là chế phẩm dầu xả chứa nguyên liệu cation với lượng ít nhất là 1% trọng lượng.
5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này còn chứa chất thơm với lượng ít nhất là 0,1% trọng lượng.
6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyme lắng đọng là polysacarit không ion được chọn từ nhóm bao gồm mannan, glucan, glucomannan, xyloglucan, hydroxyalkyl xenluloza, dextran, galactomannan và hỗn hợp của chúng.
7. Chế phẩm theo điểm 6, trong đó chứa polyme lắng đọng được chọn từ nhóm bao gồm xyloglucan, galactomannan, dextran và hydroxypropyl xenluloza.
8. Chế phẩm theo điểm 7, trong đó polyme lắng đọng là xyloglucan hoặc xenluloza hydroxypropyl.

9. Chế phẩm theo điểm bất kỳ, trong đó tỷ lệ trọng lượng giữa polyme lỏng động và vỏ polyure nằm trong khoảng từ 1:500 đến 1:2.
10. Chế phẩm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó polysacarit không ion có trọng lượng phân tử M_w lớn hơn 40 kDa.
11. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa vỏ polyure với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% trọng lượng.
12. Chế phẩm theo điểm bất kỳ, trong đó lượng polyme lỏng động nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% trọng lượng dựa trên trọng lượng vi nang.
13. Chế phẩm theo điểm bất kỳ, trong đó polyure được tạo thành bởi phản ứng giữa poly-isoxianat và diamin.
14. Phương pháp sản xuất vi nang dùng trong chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polysacarit không ion được thêm vào ít nhất 15 phút sau khi bắt đầu xử lý polyure.