



(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)



1-0030142

(51)⁷ A61K 8/11; B01J 13/16; C11D 3/50;
B01J 13/14

(13) B

(21) 1-2013-00248

(22) 24/06/2011

(86) PCT/EP2011/060599 24/06/2011

(87) WO2011/161229 A1 29/12/2011

(30) 1010701.9 25/06/2010 GB

(45) 25/11/2021 404

(43) 25/04/2013 301A

(73) GIVAUDAN SA (CH)

Chemin de la Parfumerie 5, CH-1214 Vernier, Switzerland

(72) HOTZ, Jutta (DE); DENUCELL, Wolfgang (DE).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Vàng (GINTASSET CO., LTD.)

(54) VI NANG VÀ SẢN PHẨM TIÊU DÙNG CHỨA VI NANG NÀY

(57) Sáng chế đề xuất sản phẩm tiêu dùng chứa vi nang có vỏ làm bằng polyure và vỏ này bao quanh nhân bên trong của nó là dầu thơm, trong đó vỏ này thu được từ phản ứng của hai diisoxyanat có cấu trúc khác nhau ở dạng nhũ tương. Sáng chế còn đề xuất vi nang như được xác định trên đây để tạo mùi thơm cho sản phẩm tiêu dùng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề xuất sản phẩm tiêu dùng chứa vi nang có vỏ làm bằng polyure và vỏ này bao quanh nhân bên trong của nó là dầu thơm, trong đó vỏ này thu được từ phản ứng của hai diisoxyanat có cấu trúc khác nhau ở dạng nhũ tương. Sáng chế còn đề xuất vi nang như được xác định trên đây để tạo mùi thơm cho sản phẩm tiêu dùng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các vi nang là bột hoặc hạt gồm nhân và vỏ bao quanh nhân này, trong đó nhân là chất rắn, chất lỏng hoặc chất khí được bao quanh bởi vỏ là chất rắn, thường là polyme. Chúng có thể là chất rắn, nghĩa là gồm một loại vật liệu. Các vi nang có đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 1000 μ m.

Nhiều vật liệu vỏ để tạo ra các vi nang là đã biết. Vỏ có thể là vật liệu tự nhiên, vật liệu bán tổng hợp hoặc tổng hợp. Các vật liệu vỏ tự nhiên bao gồm, ví dụ, gồm arabic, aga, agaroza, maltodextrin, axit alginic hoặc các muối của nó, ví dụ natri alginat hoặc canxi alginat, các chất béo và axit béo, rượu xetylic, collagen, chitosan, lexitin, gelatin, albumin, senlac, các polysacarit, như tinh bột hoặc dextran, các polypeptit, sản phẩm thủy phân protein, sucroza và sáp. Các vật liệu vỏ tổng hợp, ngoài các chất khác, bao gồm xenluloza được cải biến bằng phương pháp hóa học, cụ thể là các este xenluloza và ete xenluloza, ví dụ, xenluloza axetat, etyl xenluloza, hydroxypropylxenluloza, hydroxypropylmetylxenluloza và carboxymetylxenluloza, và còn bao gồm các dẫn xuất tinh bột, cụ thể là ete tinh bột và este tinh bột. Các vật liệu vỏ tổng hợp bao gồm, ví dụ, các polyme như polyacrylat, polyamit, rượu polyvinyllic hoặc polyvinylpyrrolidon.

Tùy thuộc vào loại vật liệu vỏ và quy trình sản xuất, các vi nang được tạo ra trong mỗi trường hợp có các đặc tính rất khác nhau về đường kính, sự phân bố kích thước và các đặc tính lý học và/hoặc hóa học liên quan.

Do đó, vẫn cần tiếp tục phát triển các quy trình sản xuất mới để có thể tạo ra các vi nang có đặc tính theo yêu cầu.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế được đề xuất nhằm mục đích đáp ứng nhu cầu nêu trên.

Đối tượng thứ nhất của sáng chế liên quan đến quy trình sản xuất các vi nang có nhân là dầu thơm và vỏ bao quanh nhân này, trong đó dung dịch nước chứa chất keo bảo vệ và dung dịch chứa hỗn hợp của ít nhất hai isoxyanat (A) và (B) khác nhau về cấu trúc có ít nhất hai chức trong dầu nêu trên được trộn lẫn với nhau cho đến khi tạo ra nhũ tương, sau đó nhũ tương này được cho thêm amin có ít nhất hai chức, và hỗn hợp thu được được gia nhiệt đến nhiệt độ bằng ít nhất 60°C cho đến khi các vi nang được tạo ra, trong đó isoxyanat (B) được chọn từ các isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa hoặc các isoxyanat chứa polyetylen oxit hoặc hỗn hợp của các chất này và isoxyanat (A) được giải phóng, nhưng không là isoxyanat chứa polyetylen.

Sáng chế còn đề xuất hệ phân tán trong nước chứa các vi nang có thể thu được bằng quy trình trên đây. Các hệ phân tán vi nang thu được bằng quy trình theo sáng chế có thể được dùng để tạo mùi thơm cho tất cả các sản phẩm tiêu dùng. Ví dụ minh họa về các sản phẩm tiêu dùng bao gồm tất cả các sản phẩm giặt như chất làm mềm, nước giặt và bột giặt; tất cả các sản phẩm chăm sóc tóc và cơ thể như dầu gội, dầu xả, kem chải tóc, kem xả dạng khô, kem tạo kiểu tóc, xả phòng, kem dưỡng thể và sản phẩm tương tự; các chất khử mùi và chống mồ hôi; và tất cả các sản phẩm làm sạch trong gia đình.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình sản xuất các vi nang có nhân là dầu thơm và vỏ bao quanh nhân này, trong đó dung dịch nước chứa chất keo bảo vệ và dung dịch chứa hỗn hợp của ít nhất hai isoxyanat (A) và (B) khác nhau về cấu trúc có ít nhất hai chức trong dầu nêu trên được trộn lẫn với nhau cho đến khi tạo ra nhũ tương, sau đó nhũ tương này được cho thêm amin có ít nhất hai chức, và hỗn hợp thu được được gia nhiệt đến nhiệt độ bằng ít nhất 60°C cho đến khi các vi nang được tạo ra, trong đó isoxyanat (B) được chọn từ các isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa hoặc các isoxyanat chứa polyetylen oxit hoặc hỗn hợp của các chất này và isoxyanat (A) được giải phóng, nhưng không là isoxyanat chứa polyetylen.

Quy trình này có ưu điểm là các vi nang có cỡ hạt hoặc sự phân bố cỡ hạt định trước có thể được tạo ra theo cách định trước, nhờ đó có thể tạo ra ở đây, cụ thể là các vi nang tương đối nhỏ có đường kính nằm trong khoảng từ 10 đến 60µm. Ngoài ra,

có thể thu được các nang có độ bền cơ học lớn hơn. Ở đây, cụ thể là vỏ của các nang thu được có khả năng thấm các thành phần lỏng ở mức rất thấp.

Nói chung, dung dịch nước chứa chất keo bảo vệ thường được tạo ra và nhờ đó các isoxyanat (A) và (B) được hòa tan trong dầu thơm, dầu này tạo ra nhân của các vi nang; sau đó, các thành phần amin được thêm vào và hỗn hợp thu được được gia nhiệt cho đến khi nhũ tương được tạo ra. Nhiệt độ phản ứng của các isoxyanat với các thành phần amin phải ít nhất là 60°C, tốt hơn là bằng 70°C, nhưng tốt hơn nữa là từ 75 đến 90°C và cụ thể là từ 85 đến 90°C, để đảm bảo quá trình phản ứng đủ nhanh.

Ở đây, có thể tốt hơn nếu tăng nhiệt độ trong các bước (ví dụ, trong mỗi trường hợp, tăng thêm 10°C) cho đến khi kết thúc phản ứng sau đó, hệ phân tán được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng (21°C). Thời gian phản ứng thường phụ thuộc vào lượng và nhiệt độ được sử dụng. Tuy nhiên, việc tăng nhiệt độ để tạo ra các vi nang thường được thực hiện trong khoảng thời gian từ 60 phút đến 6 giờ hoặc đến 8 giờ.

Theo sáng chế, cũng sẽ tốt hơn nếu việc cho thêm amin diễn ra cùng với quá trình cung cấp năng lượng, ví dụ, bằng cách sử dụng thiết bị khuấy.

Để tạo ra nhũ tương trong quy trình này, các hỗn hợp tương ứng được nhũ hóa bằng quy trình đã biết đối với chuyên gia trong lĩnh vực này, ví dụ cung cấp năng lượng cho hỗn hợp bằng cách sử dụng thiết bị khuấy thích hợp cho đến khi hỗn hợp nhũ hóa. Tốt hơn, nếu độ pH được điều chỉnh bằng cách sử dụng dung dịch bazơ trong nước, tốt hơn là sử dụng dung dịch natri hydroxit (ví dụ, 5% trọng lượng).

Điều quan trọng của quy trình là ít nhất hai isoxyanat (A) và (B) khác nhau về cấu trúc được sử dụng. Các hợp chất này được cho thêm ở dạng hỗn hợp hoặc dạng riêng biệt trong quy trình vào hỗn hợp sơ chế trong nước (1) chứa chất keo bảo vệ và sau đó được nhũ hóa và cho phản ứng với amin. Cũng cần hiểu rằng việc cho thêm được thực hiện đối với cả hỗn hợp của (A) và (B), và cả các hợp chất isoxyanat (A) và (B) riêng biệt ở các thời điểm khác nhau.

Theo một phương án được ưu tiên, quy trình theo sáng chế được tiến hành như sau:

- (a) tạo ra hỗn hợp sơ chế (I) từ nước và chất keo bảo vệ;
- (b) điều chỉnh hỗn hợp này để độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 12;

(c) tạo ra hỗn hợp sơ chế khác (II) từ dầu thơm cùng với các hợp chất isoxyanat (A) và (B);

(d) trộn lẫn hai hỗn hợp sơ chế (I) và (II) với nhau cho đến khi nhũ tương được tạo ra; và

(e) cho thêm amin có ít nhất hai chức vào nhũ tương thu được từ bước (d); và

(f) gia nhiệt nhũ tương này đến nhiệt độ ít nhất là 60°C cho đến khi các vi nang được tạo ra.

Có thể có lợi nếu điều chỉnh hỗn hợp trong bước (b) để có độ pH nằm trong khoảng từ 8 đến 12. Dung dịch thích hợp ở đây là các bazơ trong nước, tốt hơn nếu là dung dịch natri hydroxit trong nước. Nhũ tương được tạo ra trong bước (d), nhưng tốt hơn nếu bước (e) cũng được đảm bảo bằng cách sử dụng thiết bị khuấy thích hợp.

Theo phương án được ưu tiên khác, sáng chế còn đề xuất quy trình bao gồm các bước:

(a) tạo ra hỗn hợp sơ chế (I) từ nước và chất keo bảo vệ;

(b) điều chỉnh hỗn hợp này để độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 12;

(c) tạo ra hỗn hợp sơ chế khác (II) từ dầu thơm với isoxyanat (A);

(d) tạo ra nhũ tương từ các hỗn hợp sơ chế (I) và (II) bằng cách khuấy; và

(e) cho thêm isoxyanat thứ hai (B) vào nhũ tương thu được từ bước (d), và sau đó điều chỉnh nhũ tương này để độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 10; và

(f) cho thêm amin có ít nhất hai chức vào nhũ tương thu được từ bước (e); và

(g) gia nhiệt hỗn hợp thu được đến nhiệt độ ít nhất là 60°C cho đến khi các vi nang được tạo ra.

Trong quy trình này, các hợp chất isoxyanat (A) và (B) được cho thêm riêng rẽ vào chất keo bảo vệ trước khi cho thêm amin và phản ứng tạo vi nang diễn ra. Tốt hơn, nếu sự tạo ra nhũ tương – cũng như việc trộn trong bước (e) diễn ra ở đây, bằng cách sử dụng thiết bị khuấy.

Tốt hơn, nếu nhũ tương trong bước (e) được điều chỉnh để độ pH nằm trong khoảng từ 7,5 đến 9,0. Tương tự, hỗn hợp trong bước (b) cũng có thể được điều chỉnh để độ pH nằm trong khoảng từ 8 đến 12. Cụ thể, dung dịch thích hợp cho mục đích này là các bazơ trong nước, tốt hơn nếu là dung dịch natri hydroxit trong nước.

Vi nang

Trong phạm vi bản mô tả này, các vi nang có vỏ làm bằng sản phẩm phản ứng của ít nhất hai isoxyanat khác nhau có ít nhất hai chức với các amin, tốt hơn là với các polyamin. Đây là phản ứng đa trùng ngưng giữa các isoxyanat và amin để tạo ra dẫn xuất polyure.

Các vi nang có thể có mặt ở dạng hệ phân tán trong nước, tốt hơn nếu tỷ lệ trọng lượng của các hệ phân tán này trong viên nang nằm trong khoảng từ 15 đến 45% trọng lượng và tốt hơn nữa là từ 20 đến 40% trọng lượng. Các vi nang có đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 500 μm và tốt hơn là từ 1 đến 50 μm hoặc từ 5 đến 25 μm .

Lượng dầu thơm có thể thay đổi trong khoảng từ 10 đến 95% trọng lượng so với trọng lượng của viên nang, trong đó tỷ lệ trọng lượng từ 70 đến 90% trọng lượng có thể có lợi. Các viên nang thu được từ quy trình này thường có tỷ lệ nhân/vỏ (theo trọng lượng) nằm trong khoảng từ 20:1 đến 1:10, tốt hơn là từ 5:1 đến 2:1 và cụ thể là từ 4:1 đến 3:1.

Tốt hơn, nếu các vi nang thu được từ quy trình theo sáng chế không chứa formaldehyt.

Chất keo bảo vệ

Trong phản ứng giữa các isoxyanat và amin, chất keo bảo vệ phải có mặt. Tốt hơn, nếu chất này là polyvinylpyrrolidon (PVP). Các chất keo bảo vệ là hệ polyme trong huyền phù hoặc hệ phân tán để ngăn ngừa các chất được phân tán, nhũ hóa hoặc tạo huyền phù kết tụ (kết khối, đông tụ, keo tụ) với nhau. Trong quá trình solvat hoá, các chất keo bảo vệ liên kết với lượng lớn nước và trong các dung dịch nước, các chất này sẽ tạo ra độ nhớt cao tùy thuộc vào nồng độ. Trong phạm vi quy trình được mô tả ở đây, chất keo bảo vệ cũng có thể có các đặc tính nhũ hóa. Tốt hơn, nếu dung dịch chất keo bảo vệ trong nước cũng được tạo ra bằng cách khuấy.

Chất keo bảo vệ có thể là, nhưng không bắt buộc, thành phần của vỏ nang, với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến tối đa là 15% trọng lượng, nhưng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 5% trọng lượng và cụ thể là từ 1,5 đến 3% trọng lượng, so với trọng lượng của viên nang, có thể có mặt ở đây.

Hợp chất isoxyanat

Các hợp chất isoxyanat là dẫn xuất hữu cơ được thế N ($R-N=C=O$) của axit isoxyanic ($HNCO$) hồ biến ở trạng thái tự do với axit xyanic. Các isoxyanat hữu cơ là hợp chất trong đó nhóm isoxyanat ($-N=C=O$) được liên kết với gốc hữu cơ. Isoxyanat đa chức là các hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm isoxyanat trong phân tử.

Theo sáng chế, các isoxyanat có ít nhất hai chức, tốt hơn nếu là isoxyanat đa chức được sử dụng, nghĩa là tất cả các isoxyanat thơm, isoxyanat vòng béo và isoxyanat béo đều thích hợp, miễn là chúng có ít nhất hai nhóm isoxyanat có khả năng phản ứng.

Tốt hơn, nếu các hợp chất isoxyanat đa chức thích hợp chứa trung bình từ 2 đến tối đa là 4 nhóm NCO. Tốt hơn, nếu sử dụng các hợp chất diisoxyanat, nghĩa là các este của axit isoxyanic có cấu trúc chung $O=C=N-R-N=C=O$, trong đó R' ở đây là các gốc vòng béo, gốc béo hoặc gốc thơm.

Các hợp chất isoxyanat thích hợp bao gồm, ví dụ, 1,5-naphtylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat (MOI), MDI hydro hóa (H12MDI), xylylen diisoxyanat (XDI), tetrametylxylol diisoxyanat (TMXDI), 4,4'-diphenyldimetylmethan diisoxyanat, di- và tetraalkyldiphenylmethan diisoxyanat, 4,4'-dibenzyl diisoxyanat, 1,3-phenylen diisoxyanat, 1,4-phenylen diisoxyanat, các isome của tolylen diisoxyanat (TDI), tùy ý trong hỗn hợp, 1-metyl-2,4-diisoxyanatoxyclohexan, 1,6-diisoxyanato-2,2,4-trimetylhexan, 1,6-diisoxyanato-2,4,4-trimetylhexan, 1-isoxyanatometyl-3-isoxyanato-1,5,5-trimetylxyclohexan, các hợp chất diisoxyanat clo hóa và brom hóa, diisoxyanat chứa phospho, 4,4'-diisoxyanatophenylperfloetan, tetrametoxibutan 1,4-diisoxyanat, butan 1,4-diisoxyanat, hexan 1,6-diisoxyanat (HDI), dicyclohexylmethan diisoxyanat, xyclohexan 1,4-diisoxyanat, etylen diisoxyanat, este bisisoxyanatoetyl của axit phtalic, và còn bao gồm các hợp chất polyisoxyanat với nguyên tử halogen có khả năng phản ứng, như 1-clometylphenyl 2,4-diisoxyanat, 1-bromometylphenyl 2,6-diisoxyanat, 3,3-bisclometyl ete 4,4'-diphenyldiisoxyanat. Các hợp chất polyisoxyanat chứa lưu huỳnh thu được, ví dụ bằng cách cho 2 mol hexametylen diisoxyanat phản ứng với 1 mol thiodiglycol hoặc dihydroxydiethyl sulfua. Các hợp chất diisoxyanat thích hợp khác là trimetylhexametylen diisoxyanat, 1,4-diisoxyanatobutan, 1,2-diisoxyanatododecan và diisoxyanat của dime axit béo.

Một dấu hiệu cần thiết của quy trình theo sáng chế là việc bắt buộc sử dụng hai hợp chất isoxyanat (A) và (B) có cấu trúc khác nhau.

Các hợp chất isoxyanat loại (A) thích hợp là các hợp chất có ít nhất hai chức (nghĩa là các hợp chất chứa ít nhất hai nhóm isoxyanat $-N=C=O$).

Các hợp chất đại diện thông thường có thể là hexametylen diisoxyanat (HDI), hoặc các dẫn xuất của nó, ví dụ HDI biuret (có bán trên thị trường, ví dụ với tên là Desmodur N3200), HDI trime (có bán trên thị trường với tên là Desmodur N3300) hoặc các hợp chất dicyclohexylmetan diisoxyanat (có bán trên thị trường với tên là Desmodur W). Toluene 2,4-diisoxyanat hoặc diphenylmetan diisoxyanat cũng thích hợp.

Hợp chất isoxyanat thứ hai thuộc loại (B) khác biệt về mặt cấu trúc so với isoxyanat loại (A) và cụ thể là hợp chất isoxyanat loại (B) phải là isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa hoặc là hợp chất isoxyanat chứa polyetylen oxit (hoặc các hỗn hợp mong muốn bất kỳ của hai loại isoxyanat này).

Các hợp chất isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa là đã biết rõ về bản chất. Tốt hơn, nếu các hợp chất isoxyanat loại (B) này chứa ít nhất hai nhóm isoxyanat trong phân tử. Tốt hơn, nếu một hoặc nhiều gốc axit sulfonic có mặt dưới dạng nhóm anion. Tốt hơn, nếu các hợp chất isoxyanat loại (B) được chọn là các oligome, cụ thể là các trime, của hexan 1,6-diisoxyanat (HDI). Các sản phẩm có bán trên thị trường của các hợp chất isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa này là đã biết, ví dụ, với thương hiệu là brand Bayhydur (Bayer), như sản phẩm Bayhydur XP.

Các hợp chất isoxyanat chứa polyetylen oxit (có ít nhất hai nhóm isoxyanat) là cũng đã biết và được mô tả, ví dụ trong US 5.342.556. Một số hợp chất isoxyanat trong số các hợp chất isoxyanat này tự nhũ hóa trong nước, điều này có thể có lợi trong quy trình theo sáng chế, do nó có thể phân tán bằng bước nhũ hóa riêng.

Tốt hơn, nếu tỷ lệ trọng lượng của hai hợp chất isoxyanat (A) và (B) được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, nhưng cụ thể là nằm trong khoảng từ 5:1 đến 1:5 và cụ thể là nằm trong khoảng từ 3:1 đến 1:1.

Cũng có thể sử dụng hỗn hợp của các hợp chất isoxyanat khác nhau thuộc loại (A) và (B). Ngoài các hợp chất isoxyanat (A) và (B), các hợp chất isoxyanat khác

cũng có thể được sử dụng thêm trong quy trình theo sáng chế.

Tuy nhiên, tốt hơn nếu chỉ các hợp chất isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa được sử dụng làm thành phần (B) trong quy trình này.

Amin

Các amin có ít nhất hai chức, nhưng tốt hơn nếu là polyetylenimin (PEI), được sử dụng làm thành phần khác trong quy trình theo sáng chế. Các polyetylenimin thường là các polyme mà trong mạch của chúng có các nhóm NH tách biệt với nhau trong mỗi trường hợp bằng hai nhóm metylen:

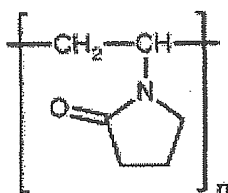


Các polyetylenimin thuộc về chất điện ly trùng hợp và polyme tạo phức. Các polyetylenimin mạch thẳng và ngắn, có tỷ lệ các nhóm amin bậc một cao tương ứng, nghĩa là các sản phẩm có công thức chung $\text{H}_2\text{N} [\text{CH}_2\text{—CH}_2\text{—NH}]_n \text{H}$ ($n = 2$: dietyltri-amin; $n = 3$: trietyltetra-amin; $n = 4$: tetraetylpenta-amin) đôi khi được gọi là polyetylenamin hoặc polyalkylenpolyamin.

Trong các quy trình theo sáng chế, tốt hơn nếu các polyetylenimin có trọng lượng phân tử ít nhất là 500 g/mol, tốt hơn là từ 600 đến 30000 hoặc từ 650 đến 25000 g/mol và cụ thể là từ 700 đến 5000 g/mol hoặc từ 850 đến 2500 g/mol, được sử dụng.

Chất keo bảo vệ

Trong quy trình theo sáng chế, PVP được sử dụng làm chất keo bảo vệ. PVP là chữ viết tắt của polyvinylpyrrolidon (còn được gọi là polyvidon). Theo Römpp Chemie Lexikon, phiên bản trực tuyến 3.6, 2010, chúng là [poly(1-vinylpyrrolidin-2-on)], nghĩa là các polyme (vinyl polyme) có công thức chung:



Các polyvinylpyrrolidon thông thường có bán trên thị trường có khối lượng

mol nằm trong khoảng từ 2500 đến 750000 g/mol, các chất này có đặc trưng bởi giá trị K ban đầu và có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh phụ thuộc giá trị K, nằm trong khoảng từ 130 đến 175°C. Chúng được cung cấp dưới dạng bột màu trắng hút ẩm hoặc dưới dạng dung dịch nước.

Trong các quy trình theo sáng chế, tốt hơn nếu sử dụng các hợp chất PVP có trọng lượng phân tử cao, nghĩa là lớn hơn 400000 g/mol và tốt hơn là từ 500000 g/mol đến 2000000 g/mol. Được ưu tiên hơn nữa là các hợp chất polyvinylpyrrolidon có giá trị K lớn hơn 60, tốt hơn nữa là lớn hơn 75 và cụ thể là lớn hơn 80. Khoảng giá trị K được ưu tiên là từ 65 đến 90.

Dầu thơm

Các vi nang được tạo ra bằng cách sử dụng quy trình đã mô tả trên đây chứa nhân là dầu thơm. Các hợp chất isoxyanat cần phải tan trong dầu để tạo nhân.

Thuật ngữ “dầu thơm” thể hiện một hoặc hỗn hợp các thành phần thơm, tùy ý được trộn với dung môi, chất pha loãng, chất mang hoặc tá dược khác thích hợp, được dự định dùng để tạo ra mùi mong muốn cho sản phẩm tiêu dùng.

Tất cả các thành phần thơm có thể được sử dụng sẽ trở nên rõ ràng đối với chuyên gia trong lĩnh vực này và không cần liệt kê chi tiết ở đây. Ví dụ về các thành phần thơm và hỗn hợp của chúng có thể được sử dụng để tạo ra dầu thơm có thể bao gồm các sản phẩm tự nhiên như tinh dầu, tinh chất, resinoit, nhựa, v.v., và các thành phần thơm tổng hợp như hydrocarbon, rượu, aldehyt, keton, ete, axit, este, axetal, ketal, nitril, v.v., kể cả các hợp chất no và không no, hợp chất béo, hợp chất vòng cacbon và hợp chất dị vòng. Ví dụ về các thành phần thơm này bao gồm: geraniol, geranyl axetat, linalool, linalyl axetat, tetrahydrolinalool, xitronelol, xitronelyl axetat, dihydromyrcenol, dihydromyrcenyl axetat, tetrahydromyrcenol, terpineol, terpinyl axetat, nopol, nopyl axetat, 2-phenyletanol, 2-phenyletyl axetat, rượu benzylic, benzyl axetat, benzyl salixylat, benzyl benzoat, styrallyl axetat, amyl salixylat, dimethylbenzylcarbinol, trichlometylphenylcarbinyl axetat, p-tert.butylxyclohexyl axetat, isononyl axetat, vetiveryl axetat, vetiverol, alpha-n-amyloxinamic aldehyt, alpha-hexylxinamic aldehyt, 2-metyl-3-(p-tert. butylphenyl)propanal, 2-metyl-3-(p-isopropylphenyl)propanal, 3-(p-tert.butylphenyl) propanal, trixyclohexenyl axetat, trixyclohexenyl propionat, 4-(4-hydroxy-4-metylpentyl)-3-xyclohexencarbaldehyt, 4-

(4-metyl-3-pentenyl)-3-xyclohexencarbaldehyt, 4-axetoxi-3-pentyltetrahydropyran, metyl dihydrojasmonat, 2-n-heptylxyclopentanon, 3-metyl-2-pentylxyclopentanon, n-decanal, n-dodecanal, 9-dexenol-1, phenoxyetyl isobutytrat, phenylaxetaldehyt dimetyl axetal, phenylaxetaldehyt dietyl axetal, geranonitril, xitronelonitril, xedryl axetat, 3-isocamphylxyclohexanol, xedryl metyl ete, isolongifolanon, aubepin nitril, aubepin, heliotropin, cumarin, eugenol, vanilin, diphenyl oxit, hydroxyxitronelal, ionon, metyl ionon, isometyl ionon, iron, cis-3-hexenol và các este của chúng, mùi thơm xạ hương indan, mùi thơm xạ hương tetralin, mùi thơm xạ hương isochroman, keton vòng lớn, mùi thơm xạ hương macrolacton, etylen brasylat, mùi thơm xạ hương nitro. Các dầu thơm này cũng có thể chứa tiền chất hoặc tiền chất thơm của các thành phần thơm bất kỳ, kể cả các chất bất kỳ trong số các chất cụ thể đã được đề cập trên đây.

Ví dụ về các dung môi, chất pha loãng hoặc chất mang thích hợp để tạo mùi thơm như đã đề cập trên đây bao gồm: etanol, isopropanol, dietylen glycol monoetyl ete, dipropylen glycol, dietyl phtalat, trietyl xitrat và chất tương tự. Ví dụ về các chất mang, chất pha loãng, dung môi và các chất phụ trợ khác thường được sử dụng kết hợp với dầu thơm có thể được tìm thấy, ví dụ, trong tài liệu của S. Arctander, *'Perfume and Flavour Materials of Natural Origin'*, Elizabeth, N.J., 1960, S. Arctander, *'Perfume and Flavour Chemicals'*, Vol. I and II, Allured Publishing Corporation, Carol Stream, 1994, và J.M. Nikitakis (Ed.), *'CTFA Cosmetic Ingredient Handbook'*, 1st ed., The Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association, Inc., Washington, 1988.

Sáng chế còn đề xuất hệ phân tán trong nước chứa các vi nang có thể thu được bằng quy trình trên đây với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 50% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của hệ phân tán, tốt hơn là từ 15 đến 40% trọng lượng. Khoảng được ưu tiên khác là từ 20 đến 35% trọng lượng. Tốt hơn, nếu các hệ phân tán trong nước này thu được một cách trực tiếp từ quy trình đã mô tả trên đây.

Các hệ phân tán vi nang thu được bằng quy trình theo sáng chế có thể được dùng để tạo mùi thơm cho tất cả các sản phẩm tiêu dùng. Phần liệt kê chi tiết các sản phẩm tiêu dùng có thể không được đưa ra ở đây và chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ hiểu phạm vi sử dụng của các vi nang này. Ví dụ minh họa về các sản phẩm tiêu dùng

bao gồm tất cả các sản phẩm giặt như các chất làm mềm, nước giặt và bột giặt; tất cả các sản phẩm chăm sóc tóc và cơ thể như dầu gội, dầu xả, kem chải tóc, kem xả dạng khô, kem tạo kiểu tóc, xà phòng, kem dưỡng thể và sản phẩm tương tự; các chất khử mùi và chống mồ hôi; và tất cả các sản phẩm làm sạch trong gia đình.

Tốt hơn, nếu sáng chế còn đề xuất các vi nang không chứa formaldehyt có nhân là dầu thơm và vỏ là sản phẩm phản ứng của ít nhất hai isoxyanat (A) và (B) khác nhau có ít nhất hai chức, trong đó isoxyanat (B) phải là isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa hoặc isoxyanat chứa polyetylen oxit hoặc hỗn hợp của các chất này, và amin có ít nhất hai chức, với điều kiện là trong quá trình tạo ra các vi nang, tỷ lệ trọng lượng giữa các isoxyanat (A) và (B) nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10. Tốt hơn, nếu tỷ lệ trọng lượng nêu trên có thể được điều chỉnh, trong đó tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng từ 3:1 đến 1:1 có thể được cho là tỷ lệ đặc biệt quan trọng.

Tốt hơn, nếu các vi nang này có đường kính từ 1 đến 50 μ m và tốt hơn nữa là từ 2 đến 45 μ m. Chúng có thể có mặt ở dạng hệ phân tán trong nước, trong đó tỷ lệ trọng lượng của nang có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 90% trọng lượng, nhưng tốt hơn là từ 5 đến 50% trọng lượng.

Sau đây là các ví dụ dùng để minh họa sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 – Bao nang

Pha dầu được tạo ra khi Desmodur W (sản phẩm của Bayer) và Bayhydur XP2547 (sản phẩm của Bayer) được cho vào dầu thơm với nồng độ tương ứng là 12,6% và 3,4%.

Pha nước (dung dịch S1) được tạo ra bằng cách cho Luviskol k90 (sản phẩm của BASF) vào nước với nồng độ 4,5%. Độ pH của dung dịch này được điều chỉnh ở mức bằng 10 bằng cách cho thêm dung dịch đệm có độ pH=10 ở nồng độ 0,5%.

Pha nước (dung dịch S2) được tạo ra bằng cách cho Lupasol PR8515 (sản phẩm của BASF) vào nước với nồng độ bằng 20%.

Các viên nang được tạo ra theo quy trình sau:

300g pha dầu được trộn lẫn với 600g dung dịch S1 để tạo ra nhũ tương dầu

trong nước trong bình phản ứng có dung tích 1 lít được lắp thiết bị khuấy MIG quay với tốc độ 1000 vòng/phút. Sau khi trộn trong 30 phút, 100g dung dịch S2 được bổ sung trong thời gian khoảng 1 phút. Sau 30 phút, huyền phù đặc được gia nhiệt đến 70°C (trong 1 giờ), sau đó duy trì trong 2 giờ ở nhiệt độ 70°C, tiếp đó gia nhiệt đến 80°C và duy trì trong 1 giờ ở nhiệt độ 80°C, tiếp tục gia nhiệt đến 85°C và duy trì trong 1 giờ ở nhiệt độ 85°C, sau đó làm nguội đến 70°C và duy trì trong 1 giờ ở nhiệt độ 70°C trước khi làm nguội lần cuối ở nhiệt độ 25°C.

Ví dụ 2 – thử nghiệm sản phẩm chăm sóc tóc

Thử nghiệm đối với lợn tóc được tiến hành bằng cách sử dụng quy trình thử nghiệm tóc chuẩn với liều dùng chất thơm bằng 0,2%. Các viên nang được tạo ra theo thành phần được thể hiện trong Ví dụ 1. Chế phẩm thơm có thành phần như trong Bảng dưới đây. Tính năng của các viên nang được đánh giá bằng cách so sánh trực tiếp với chất thơm tự do (không phải dầu được bao nang).

	Tỷ lệ %
Agrumex	30
Amyl butyrat	2,5
Galbanon	10
Etyl 2 metyl butyrat	2,5
Hexyl axetat	5
Nectaryl	5
Pêche tinh khiết	10
Prenyl axetat	6
Triplal	4
Verdyl axetat	25

Phương pháp thử nghiệm dầu gội đầu:

- Các lợn tóc được sử dụng: tóc của người châu Âu còn nguyên, không bị hư hại (tuy nhiên, các lợn tóc này có thể được sử dụng lại vài lần).
- Làm ướt lợn tóc bằng nước ấm và để thẳng bằng.
- Ép 2,5g dầu gội dọc theo lợn tóc bằng cách sử dụng xi lanh.

- Xoa dầu gội vào lọn tóc trong 30 giây.
- Để yên lọn tóc đã lên bọt xà phòng trong 1 phút trước khi xả bằng tay dưới vòi nước nóng trong khoảng 30 giây.
- Ép lọn tóc giữa hai ngón tay để loại bỏ lượng nước dư.
- Làm khô lọn tóc bằng cách treo lên giá để khô trong không khí hoặc thổi khô tức thì bằng cách sử dụng máy sấy tóc.
- Treo mẫu tóc đã khô trong không khí trong phòng không có mùi trong 24 giờ.
- Đánh giá mỗi lọn tóc trước và sau khi chải bằng cách sử dụng thang điểm 10:
0 = không mùi, 9 = mùi rất thơm.

Phương pháp thử nghiệm dầu xả:

Quy trình thử nghiệm trên đây được tiến hành đối với dầu xả, ngoại trừ việc các lọn tóc được gội sơ bộ trong dầu ko có mùi trước khi sử dụng dầu xả

Mẫu	Tính năng đối với dầu gội (trước/sau khi chải)	Tính năng đối với dầu xả (trước/sau khi chải)
Dầu tự do	0,2 / 0,2	0,5 / 0,5
Viên nang	2,2 / 3,9	3,8 / 6,1

Ví dụ 3 – Thử nghiệm sản phẩm giặt vải

Các viên nang được tạo ra theo thành phần được thể hiện trong Ví dụ 1. Chế phẩm thơm có thành phần như trong Bảng dưới đây. Tính năng của các viên nang được đánh giá bằng cách so sánh trực tiếp với chất thơm tự do (dầu không được bao nang), đối với mẫu vừa được tạo ra và sau khi cất giữ 1 tháng ở nhiệt độ 37°C.

	Tỷ lệ %
Agrumex	30
Amyl butyrat	2,5
Galbanon	10
Etyl 2 metyl butyrat	2,5
Hexyl axetat	5
Necraryl	5
Pêche tinh khiết	10

Prenyl axetat	6
Triplal	4
Verdyl axetat	25

Phương pháp thử nghiệm sản phẩm giặt vải:

Điều kiện giặt: 100g bột giặt có mùi thơm, 1kg khăn bông, máy giặt châu Âu. Mẫu có mùi thơm được tạo ra với nồng độ 0,5% chất thơm trong nền bột giặt chuẩn và điều kiện giặt được sử dụng là như sau:

- tổng trọng lượng sản phẩm giặt là 1kg.
- máy giặt châu Âu.
- tiến hành đánh giá trước và sau khi chà xát đối với các khăn được làm khô bằng mắc treo và làm khô bằng máy sấy bằng cách sử dụng thang 5 điểm: 0 = không mùi; 5 = mùi rất thơm.

Phương pháp thử nghiệm sản phẩm làm mềm vải:

Mẫu có mùi thơm được tạo ra với nồng độ 0,5% chất thơm trong dung dịch nền xả vải chuẩn chứa 13% Quaterni amoni ARQUAD 2HT75 - sản phẩm của Akzo, 0,3% Silicon Dow Corning DB110 - sản phẩm của Dow Corning, 0,6% CaCl_2 - sản phẩm của Merck và 0,15% Bronidox - sản phẩm của Henkel và điều kiện giặt được sử dụng là như sau:

- tổng trọng lượng sản phẩm giặt là 0,2kg.
- giặt bằng bột giặt không có mùi thơm (90g bột giặt Givaudan theo tiêu chuẩn của nhà sản xuất) được thực hiện trước khi cho thêm 35g dầu xả vải có mùi thơm.
- máy giặt châu Âu.
- việc đánh giá được thực hiện trước và sau khi chà xát đối với các khăn được làm khô bằng mắc treo và làm khô bằng máy sấy bằng cách sử dụng thang điểm 5: 0 = không có mùi; 5 = mùi rất thơm

Tính năng của bột giặt (trước/sau khi chà xát)				
Mẫu	Vừa được tạo ra		Sau khi cất giữ 1 tháng ở nhiệt độ 37°C	
	Làm khô bằng	Làm khô bằng	Làm khô bằng	Làm khô bằng

	mắc treo	máy sấy	mắc treo	máy sấy
Dầu tự do	1 / 1	0,5 / 0,5	0,5 / 0,5	0,5 / 0,5
Viên nang	2,5 / 3,5	3 / 3,5	1 / 3	3 / 4

Tính năng đối với dầu xả vải (trước/sau khi chà sát)				
Mẫu	Vừa được tạo ra		Sau khi bảo quản 1 tháng ở nhiệt độ 37°C	
	Làm khô bằng mắc treo	Làm khô bằng máy sấy	Làm khô bằng mắc treo	Làm khô bằng máy sấy
Dầu tự do	1,5 / 1,5	1 / 1	1 / 1	0,5 / 0,5
Viên nang	2 / 3,5	2 / 3	1 / 3,5	1,5 / 3,5

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Sản phẩm tiêu dùng được chọn từ nhóm bao gồm các sản phẩm giặt như chất làm mềm, nước giặt, và bột giặt; các sản phẩm chăm sóc tóc và cơ thể như dầu gội, dầu xả, kem chải tóc, kem xả dạng khô, kem tạo kiểu tóc, xả phòng, kem dưỡng thể; các chất khử mùi và chống mồ hôi; và các sản phẩm làm sạch trong gia đình, chứa vi nang có nhân là dầu thơm và vỏ là sản phẩm phản ứng của ít nhất hai isoxyanat (A) và (B) khác nhau có ít nhất hai chức, trong đó isoxyanat (B) phải là isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa hoặc isoxyanat chứa polyetylen oxit hoặc hỗn hợp của các chất này, và amin có ít nhất hai chức, với điều kiện là trong quá trình tạo ra vi nang, tỷ lệ trọng lượng giữa các isoxyanat (A) và (B) nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10.
2. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 1, trong đó vi nang có đường kính nằm trong khoảng từ 1 đến 50 μ m.
3. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó vi nang này có mặt ở dạng hệ phân tán trong nước.
4. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vi nang được tạo ra bằng quy trình trong đó dung dịch nước chứa chất keo bảo vệ và dung dịch chứa hỗn hợp của ít nhất hai diisoxyanat (A) và (B) khác nhau về cấu trúc có ít nhất hai chức trong dầu thơm được trộn lẫn với nhau cho đến khi nhũ tương được tạo ra, sau đó nhũ tương này được cho thêm amin có ít nhất hai chức và hỗn hợp thu được được gia nhiệt đến nhiệt độ ít nhất là 60°C cho đến khi các vi nang được tạo ra, trong đó isoxyanat (B) được chọn từ các isoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa hoặc các isoxyanat chứa polyetylen oxit và isoxyanat (A) được giải phóng và không là isoxyanat chứa polyetylen oxit.
5. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 4, trong đó polyvinylpyrrolidon được sử dụng làm chất keo bảo vệ.
6. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 4 hoặc 5, trong đó isoxyanat (A) được chọn từ nhóm bao gồm hexan 1,6-diisoxyanat, hexan 1,6-diisoxyanat biuret hoặc oligome

của hexan 1,6-diisoxyanat, cụ thể là các trime của nó hoặc dixyclohexanmetylen diisoxyanat.

7. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 6, trong đó isoxyanat (B) được chọn từ nhóm các diisoxyanat được cải biến bằng phương pháp anion hóa chứa ít nhất một nhóm axit sulfonic, tốt hơn nếu là nhóm axit aminosulfonic, trong phân tử.
8. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 7, trong đó amin có ít nhất hai chức được sử dụng là polyetylenimin.
9. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 8, trong đó tỷ lệ trọng lượng giữa các isoxyanat (A) và (B) nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, tốt hơn là từ 5:1 đến 1:5 và cụ thể là từ 3:1 đến 1:1.
10. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 9, trong đó tỷ lệ nhân-vỏ (theo trọng lượng) của các vi nang nằm trong khoảng từ 20:1 đến 1:10, tốt hơn là từ 5:1 đến 2:1 và cụ thể là từ 4:1 đến 3:1.
11. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 10, trong đó quá trình tạo ra các vi nang được tiến hành theo các bước sau:
 - (a) tạo ra hỗn hợp sơ chế (I) từ nước và chất keo bảo vệ;
 - (b) điều chỉnh hỗn hợp này để độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 12;
 - (c) tạo ra hỗn hợp sơ chế (II) khác từ dầu thơm cùng với các isoxyanat (A) và (B);
 - (d) trộn lẫn hai hỗn hợp sơ chế (I) và (II) với nhau cho đến khi nhũ tương được tạo ra; và
 - (e) cho thêm amin có ít nhất hai chức vào nhũ tương thu được từ bước (d); và
 - (f) gia nhiệt nhũ tương thu được đến nhiệt độ ít nhất là 60°C cho đến khi các vi nang được tạo ra.
12. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 11, trong đó độ pH trong bước (b) của quy trình được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 8 đến 12.
13. Vi nang như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12 để tạo

mùi thơm cho sản phẩm tiêu dùng được chọn từ nhóm bao gồm các sản phẩm giặt như chất làm mềm, nước giặt, và bột giặt; các sản phẩm chăm sóc tóc và cơ thể như dầu gội, dầu xả, kem chải tóc, dầu xả dạng khô, kem tạo kiểu tóc, xả phòng, kem dưỡng thể; các chất khử mùi và chống mồ hôi; và các sản phẩm làm sạch trong gia đình.