



(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)



1-0036394

(51)^{2019.01} B01J 13/14; A61K 8/81; B01F 17/00; (13) B
C11D 3/50; B01J 13/20; B01J 13/22;
A61K 8/11

(21) 1-2019-06590

(22) 17/04/2018

(86) PCT/EP2018/059764 17/04/2018

(87) WO 2018/197266 01/11/2018

(30) 1706762.0 28/04/2017 GB

(45) 25/07/2023 424

(43) 30/01/2020 382A

(73) GIVAUDAN SA (CH)

5 Chemin de la Parfumerie, 1214 Vernier, Switzerland

(72) AUSSANT, Emmanuel (FR); GUINEBRETIERE, Sandra (FR).

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

(54) CHẾ PHẨM CHẤT THƠM ĐƯỢC BAO BỌC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT
CHẾ PHẨM CHẤT THƠM ĐƯỢC BAO BỌC

(57) Sáng chế đề cập đến thể phân tán ổn định của vi nang bằng chất dẻo amino tích điện âm trong chế phẩm chất tẩy rửa không tạo huyền phù chứa chất hoạt động bề mặt anion. Vi nang này được phân tán ổn định bởi polyampholyt cation mà được gắn trong vỏ của vi nang. Cụ thể, sáng chế đề cập đến chế phẩm chất thơm được bao bọc và phương pháp sản xuất chế phẩm chất thơm được bao bọc này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thể phân tán của các vi nang lõi-vỏ, và cụ thể hơn đề cập đến việc làm ổn định thể phân tán với sự có mặt của chất hoạt động bề mặt anion.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc kết hợp chất thơm được bao bọc trong sản phẩm tiêu dùng, như sản phẩm chăm sóc gia đình, sản phẩm chăm sóc cá nhân, và sản phẩm chăm sóc vải là đã biết. Chất thơm được bao bọc vì các lý do khác nhau. Các vi nang có thể cô lập và bảo vệ các thành phần chất thơm khỏi môi trường tạo huyền phù bên ngoài, như nền sản phẩm tiêu dùng, trong đó chúng có thể là không tương hợp hoặc không ổn định. Chúng cũng dùng để trợ giúp việc lắng phủ các thành phần chất thơm lên các mặt nền, như da, tóc, vải hoặc bề mặt đồ gia dụng cứng. Chúng cũng có tác dụng như phương tiện kiểm soát sự giải phóng chất thơm theo không gian thời gian.

Nhựa rắn nhiệt là môi trường bao bọc chung đối với các chế phẩm chất thơm. Các vi nang lõi-vỏ được tạo ra từ nhựa chất dẻo amino, nhựa polyure, nhựa polyuretan và các hỗn hợp của chúng thường hoàn toàn chống rò rỉ khi được phân tán trong môi trường tạo huyền phù nước, ngay cả trong môi trường tạo huyền phù nước chứa chất hoạt động bề mặt. Hơn nữa, khi được kết hợp trong các sản phẩm tiêu dùng, như nước giặt hoặc nước xả, chúng tạo ra các ưu điểm chất thơm mà không thể đạt được từ chất thơm được kết hợp trực tiếp trong các sản phẩm này.

Đặc biệt đối với các sản phẩm tiêu dùng trong suốt hoặc trong mờ, như các chất tẩy rửa lông hoặc dầu gội nhất định, yêu cầu chính đối với việc sử dụng vi nang đó là chúng cần phân tán tốt trong sản phẩm và không tạo ra các khối kết tụ mà có thể nhìn thấy bằng mắt thường.

Cách thông thường để tránh kết tụ vi nang là sử dụng chất tạo huyền phù, vì chuyển động Brown của vi nang bị cản trở và khả năng hai vi nang gặp nhau và kết tụ được giảm mạnh trong môi trường tạo huyền phù.

Tuy nhiên, chất tẩy rửa lỏng không tạo huyền phù, như các dạng sản phẩm liều đơn vị của chất tẩy rửa lỏng đã biết rõ, đôi khi được gọi là “túi” hoặc “dây chất lỏng”, đặc biệt có hiện tượng tách pha như vậy, và các chất mà là trong suốt hoặc trong mờ là các sản phẩm đặc biệt có vấn đề, trong đó kết hợp các chế phẩm chất thơm được bao bọc. Sự kết tụ vi nang có thể xuất hiện trong các sản phẩm này khi bảo quản. Điều này làm giảm đặc tính của sản phẩm, gây ra các vấn đề trong việc xử lý và/hoặc tạo ra bề ngoài nhìn thấy của sản phẩm không hấp dẫn với người tiêu dùng, làm cho nhìn giống như bị hỏng.

Cần có các phương pháp và chế phẩm để kết hợp chất thơm được bao bọc trong chất tẩy rửa lỏng không tạo huyền phù, và cụ thể các chất tẩy rửa lỏng mà được dự tính để được sử dụng làm chất độn trong dạng túi chứa liều đơn vị.

Bất ngờ là người nộp đơn đã tìm ra chế phẩm vi nang lõi-vỏ mới mà có thể được kết hợp trong lớp nền chất tẩy rửa lỏng không tạo huyền phù, gần như không tạo ra các khối kết tụ nhìn thấy được, độ ổn định kết tụ của chế phẩm vi nang lõi-vỏ được cải thiện bởi polyampholyt cation được gắn trong vỏ vi nang.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất chế phẩm chất thơm được bao bọc bao gồm ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino tích điện âm được phân tán trong môi trường phân tán chứa nước, vỏ của vi nang lõi-vỏ có gắn trong đó một polyampholyt cation.

Sáng chế còn đề xuất chế phẩm chất thơm được bao bọc nêu trên, trong đó ít nhất một vi nang phân tán có điện thế zeta khoảng -25 mV hoặc thấp hơn, ví dụ nằm trong khoảng từ -25 mV đến -80 mV; tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ -35 mV đến -60 mV.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất sản phẩm chất tẩy rửa lỏng không tạo huyền phù chứa chất hoạt động bề mặt anion, chứa chế phẩm chất thơm được bao bọc được xác định ở đây và chất hoạt động bề mặt anion.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất sản phẩm chất tẩy rửa lỏng nêu trên được bọc trong màng tan trong nước hoặc phân tán trong nước.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp làm giảm hoặc loại bỏ sự kết tụ của các vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino trong sản phẩm chất tẩy rửa lỏng không tạo huyền phù chứa chất hoạt động bề mặt anion, và cụ thể sản phẩm chất tẩy rửa lỏng trong dạng liều đơn hoặc dạng túi, phương pháp này bao gồm bước gắn polyampholyt cation trong các vỏ của các vi nang lõi-vỏ.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm chất thơm được bao bọc như nêu trên, phương pháp này bao gồm các bước:

i) tạo ra huyền phù đặc chứa ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino được phân tán trong môi trường phân tán chứa nước; và

ii) bổ sung vào huyền phù đặc này polyampholyt cation, sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt và chất liên kết ngang, trong các điều kiện để tạo ra chất nền được liên kết ngang của nhựa chất dẻo amino quanh ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino, trong đó polyampholyt cation được gắn trong chất nền này.

Các khía cạnh và phương án này và khác của sáng chế sẽ được mô tả thêm dựa vào phần mô tả chi tiết sáng chế dưới đây.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino thông thường, như vi nang melamin-formaldehyt, được tích điện âm. Thê phân tán của vi nang như vậy trong dung dịch đậm kali dihydrophosphat/natri hydrophosphat ở độ pH = 7, có mật độ ion $7 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}$, thường có điện thế zeta nằm trong khoảng từ -35 mV

đến -80 mV, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ -40 mV đến -70 mV, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ -50mV đến -60 mV.

Đã biết rằng vi nang như vậy có thể được kết hợp trong môi trường chứa chất hoạt động bề mặt, như các chế phẩm nước xả vải, không có các dấu hiệu kết tụ nhìn thấy được bất kỳ.

Do đó, người nộp đơn đã bất ngờ thấy rằng thể phân tán của các vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino tích điện âm thể hiện xu hướng đáng lo ngại về các dấu hiệu kết tụ nhìn thấy được khi được kết hợp trong các nền chất tẩy rửa không tạo huyền phù chủ yếu chứa các chất hoạt động bề mặt anion. Người nộp đơn đã thấy rằng điều này là đặc biệt rõ ràng trong các nền chất tẩy rửa này thường được sử dụng ở dạng túi theo liều đơn vị: Xu hướng này là đặc biệt rõ ràng trong các nền không tạo huyền phù dạng nước trong, trong suốt hoặc hơi mờ thường được sử dụng trong dạng túi này. Sự nhận thấy này là bất ngờ vì người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ dự tính rằng các vi nang lõi-vỏ tích điện âm và các chất hoạt động bề mặt anion sẽ tương tích hoàn toàn và rằng vi nang tích điện âm sẽ phân tán dễ dàng trong môi trường giàu chất hoạt động bề mặt anion như vậy.

Người nộp đơn đã thấy rằng hiện tượng kết tụ ngoài dự tính như vậy có thể được giảm hoặc loại bỏ bằng cách gắn các polyampholyt cation trong vỏ của các vi nang lõi-vỏ tích điện âm như vậy. Cụ thể, bằng cách sử dụng polyampholyt cation, hiện tượng kết tụ, như kết bông hoặc kết khối, của các vi nang lõi-vỏ trong quá trình bảo quản sản phẩm chất tẩy rửa không tạo huyền phù chứa chất hoạt động bề mặt anion chứa các vi nang được ngăn chặn. Hơn nữa, đặc tính mùi của chế phẩm chất thơm được bao bọc chứa các vi nang lõi-vỏ được cải biến này không bị tác động bất lợi, hoặc thậm chí có thể được cải thiện bằng cách kết hợp polyampholyt cation trong vỏ. Thấy rằng polyampholyt cation được gắn có thể làm tăng tính tương hợp của thể phân tán của các vi nang lõi-vỏ tích điện âm trong môi trường chứa chất hoạt động bề mặt anion như vậy

là đặc biệt bất ngờ và ngược với suy nghĩ của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “được gắn” hoặc “gắn” khi đề cập đến polyampholyt cation nghĩa là polyampholyt này, ít nhất một phần, được bẫy vật lý trong chất nền của nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang mà được tạo ra quanh vi nang lõi-vỏ đã tạo ra.

Bất ngờ là người nộp đơn đã thấy rằng polyampholyt cation đã gắn là hiệu quả trong việc ngăn chặn sự kết tụ của các vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino trong các nền chất tẩy rửa nêu trên.

Hơn nữa, sự xử lý thông thường huyền phù đặc vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino bằng chất trợ giúp lắng phủ cation là không hiệu quả trong việc giảm hiện tượng kết tụ đã thấy.

Mức polyampholyt cation gắn được sử dụng trong việc tạo ra các vi nang lõi-vỏ để làm giảm hoặc loại bỏ các dấu hiệu kết tụ nhìn thấy được là không đặc biệt quan trọng, và có thể nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của huyền phù đặc (tức là khối lượng của vi nang và môi trường phân tán). Tuy nhiên, để giảm tác động tiêu cực có thể có bất kỳ lên đặc tính của vi nang, như độ ổn định rò rỉ, ưu tiên sử dụng các mức polyampholyt cation càng thấp càng tốt, và người nộp đơn đã thấy rằng hiện tượng kết tụ có thể được loại bỏ hoặc được giảm một cách hiệu quả ngay cả khi sử dụng các mức polyampholyt cation thấp khoảng 0,5% khối lượng.

Thuật ngữ “không tạo huyền phù” như được sử dụng ở đây đối với nền chất tẩy rửa đề cập đến nền chất tẩy rửa mà không thể hiện đỉnh độ nhớt bất kỳ và/hoặc mức giảm độ nhớt đáng kể bất kỳ, ví dụ bởi lớn hơn 5Pa.s, hoặc bởi lớn hơn 10Pa.s, khi chịu sự tăng tốc độ cắt nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,1 s⁻¹, và trong đó giá trị của độ nhớt trong khoảng tốc độ cắt này thấp hơn 10 Pa.s, cụ thể hơn thấp hơn 5 Pa.s ở 25°C, khi được đo trên thiết bị lưu biến chuẩn, ví dụ ThermoHaakeRheostress 1 (có phần mềm RheoWin 4.20.0004, có bộ đo P60 Ti L tám-tám được làm ổn nhiệt).

Các thuật ngữ “kết bông” và “kết khối” được sử dụng ở trên là các thuật ngữ được công nhận trong kỹ thuật. Kết khối đề cập đến hiện tượng nhờ đó vi nang tạo ra các khối kết tụ lỏng đảo ngược được mà có thể được phân tán lại bằng cách áp dụng tác động vật lý, như lắc hoặc trộn. Mặt khác, kết bông đề cập đến sự tạo thành khối kết tụ mà không thể được phân tán lại bằng cách áp dụng tác động vật lý, như lắc hoặc trộn.

Như nêu trên, sáng chế đề cập đến giải pháp để phân tán ổn định các vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino tích điện âm trong các nền chất tẩy rửa nhất định chứa các chất hoạt động bề mặt anion, như các loại được sử dụng ở dạng túi chứa liều đơn vị, giải pháp này được thực hiện bằng cách gắn polyampholyt cation vào các vỏ của các vi nang lõi-vỏ.

Trong các thuật ngữ theo sáng chế, các vi nang chất dẻo amino tích điện âm là vi nang như vậy mang điện âm thực, mà có thể được định lượng bằng cách đo điện thế zeta của nó theo cách đã biết thực tế. Điện thế zeta của các vi nang lõi-vỏ theo sáng chế trong dung dịch được tạo đệm thường ít nhất khoảng -25 mV, và tốt hơn nếu ít nhất khoảng -30 mV, và tốt hơn nữa nếu ít nhất khoảng -35 mV.

Như được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này biết rõ, “điện thế zeta” (ζ) là số đo điện thế tĩnh điện biểu kiến được tạo ra bởi các đối tượng tích điện bất kỳ trong dung dịch hoặc huyền phù, khi được đo bằng các kỹ thuật đo riêng. Sự bàn luận chi tiết về cơ sở lý thuyết và tính thích hợp thực tế của điện thế zeta có thể được thấy, ví dụ, trong “Zeta Potential in Colloid Sciences” (Robert. J. Hunter; Academic Press, London 1981, 1988). Điện thế zeta của đối tượng được đo ở khoảng cách nào đó từ bề mặt của đối tượng và thường không bằng và thấp hơn điện thế tĩnh điện ở bề mặt của chính nó. Tuy nhiên, giá trị của nó tạo ra số đo thích hợp về dung lượng của đối tượng để thiết lập các tương tác tĩnh điện với các đối tượng khác có trong thể phân tán, như chất hoạt động bề mặt, chất đa điện phân và bề mặt. Trong trường hợp này, điện thế zeta của các vi nang lõi-vỏ được đo bằng nhiễu xạ laser. Thiết bị thích hợp để

đo thông số này là Zetasizer Nano Z sản phẩm của Malvern Instruments SARL có Malvern Capillary Cell DTS 10.70. Trước khi đo, huyền phù chứa vi nang được xử lý như sau: thể phân tán chứa vi nang được tạo ra theo phương pháp của sáng chế được lọc, và vi nang được rửa 5 lần bằng nước cất và lại được phân tán trong nước cất. 2g thể phân tán này được bổ sung vào 8g dung dịch đệm kali dihydro phosphat/natri hydrophosphat ở độ pH 7, tương ứng với mật độ ion $7 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}$. Laze có bước sóng 633nm được sử dụng để đo.

Polyampholyt cation hữu dụng trong sáng chế là copolyme mang các nhóm chức cation hoặc mang các nhóm chức có thể tạo ra các cation trong các điều kiện mà được sử dụng trong sáng chế. Polyampholyt cation cũng có thể chứa các nhóm chức anion, hoặc các nhóm chức mà có thể tạo ra các anion trong các điều kiện mà được sử dụng trong sáng chế, với điều kiện là polyampholyt cation có điện tích tích dương thực trong các điều kiện mà được sử dụng trong sáng chế.

Theo một phương án, polyampholyt cation theo sáng chế là copolyme lưỡng tính, mà mang một hoặc nhiều nhóm chức cation, và/hoặc các nhóm chức mà có thể tạo ra các cation trong các điều kiện mà được sử dụng trong sáng chế; và các nhóm chức anion, và/hoặc các nhóm chức mà có thể tạo ra các anion trong các điều kiện mà được sử dụng trong sáng chế. Polyampholyt cation cũng có thể chứa các nhóm chức không ion.

Các nhóm chức có mặt trên các monome từ đó copolyme được tạo ra, và, nếu không vốn có anion hoặc cation, có thể được cải biến để là như vậy, sau khi polyme hóa. Bởi vậy, nhóm chức cation thu được từ monome cation; nhóm chức tạo ra cation thu được từ monome chứa nhóm chức mà có thể có mặt ở dạng cation; nhóm chức tạo ra anion thu được từ monome chứa nhóm chức mà có thể có mặt ở dạng anion; và nhóm chức không ion thu được từ monome không ion.

Theo một phương án, monome mang nhóm chức cation có thể được chọn từ nhóm bao gồm nhóm chức nitơ được thế bốn bậc, như alkyl và alyl amin bậc

một, bậc hai và bậc ba được thể bốn bậc, pyridin được thể bốn bậc, imidazol được thể bốn bậc, pyrrolidin được thể bốn bậc, hoặc phospho được thể bốn bậc, lưu huỳnh được thể ba bậc và nhóm tương tự. Cụ thể, tốt hơn nếu các monome cation như vậy được chọn từ nhóm bao gồm dimethylaminoethyl acrylat được thể bốn bậc (ADAME), dimethylaminoethyl metacrylat được thể bốn bậc (MADAME), diallyldimethylamoni clorua, dimetyldiallyl amoni clorua (DADMAC), acrylamidopropyltrimethylamoni clorua (APTAC), metacrylamidopropyltrimethylamoni clorua (MAPTAC), metacryloylaminopropyl-lauryl-dimoni clorua, và vinyl pyridin được thể bốn bậc.

Theo một phương án ưu tiên, monome cation được chọn từ DADMAC và MAPTAC.

Theo một phương án, các nhóm chức tạo ra cation có thể tạo ra các cation trong các điều kiện độ pH xác định.

Theo một phương án, các nhóm chức tạo ra cation có thể tạo ra các cation ở độ pH bằng 8 hoặc thấp hơn, 7 hoặc thấp hơn, 5 hoặc thấp hơn. Các nhóm chức tạo ra cation thích hợp bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các monome vinyl, allyl, acrylic và metacrylic mang các amin có thể proton hóa, như các amin bậc một, amin bậc hai và amin oxit; N,N-dimethylaminoalkyl metacrylat, vinyl pyridin, vinyl amin, allyl amin, vinyl imidazolin, vinyl imidazol, alkoxysilan có nhóm chức amino, và macrome polyetylenimin.

Theo một phương án, các nhóm chức tạo ra anion có thể tạo ra các anion trong các điều kiện độ pH xác định.

Theo một phương án, các nhóm chức tạo ra anion có thể tạo ra anion ở độ pH bằng 4 và cao hơn, ví dụ 5 hoặc cao hơn, hoặc 6 hoặc cao hơn, hoặc 7 hoặc cao hơn. Các nhóm chức mà có thể tạo ra các anion có thể thu được từ các monome được chọn từ nhóm bao gồm monome trên cơ sở acrylic, bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit maleic, và axit fumaric. Monome trên cơ sở acrylic cũng có thể là muối tan trong nước bất kỳ của các

monome này; trong đó tốt hơn nếu muối là muối của kim loại kiềm, muối kim loại kiềm thổ hoặc muối amoni.

Các monome axit mạnh mà có thể tạo ra các anion ở độ pH thấp hơn, ví dụ ở độ pH bằng 3 và cao hơn, 2 và cao hơn, hoặc 1 và cao hơn, như ví dụ các monome với axit sulfonic hoặc nhóm chức loại axit phosphonic như axit 2-acrylamido-2-metylpropan sulfonic, axit vinylsulfonic, axit vinylphosphonic, axit allylsulfonic, axit allylphosphonic, axit styren sulfonic, cũng có thể được sử dụng.

Theo một phương án ưu tiên, monome anionic là axit acrylic hoặc axit metacrylic.

Nhóm chức không ion có thể thu được từ monome không ion được chọn từ nhóm bao gồm monome vinyl tan trong nước, và cụ thể hơn là acrylamit, metacrylamit, N-isopropylacrylamit, N,N-dimetylacrylamit, N-metylolacrylamit, N-vinylformamit, N-vinyl axetamit, N-vinylpyridin và N-vinylpyrrolidon.

Theo một phương án ưu tiên, monome không ion là acrylamit.

Theo một phương án của sáng chế, polyampholyt cation chứa nhóm chức cation hoặc nhóm chức tạo ra cation với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 99% mol; và nhóm chức tạo ra anion với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 99% mol.

Theo một phương án cụ thể hơn, polyampholyt cation có thể là trime chứa nhóm chức cation hoặc nhóm chức tạo ra cation với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 99% mol; nhóm chức tạo ra anion với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 99% mol và nhóm chức không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 50% mol.

Theo một phương án của sáng chế, polyampholyt cation chứa nhóm chức cation hoặc nhóm chức tạo ra cation với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 99% mol, tốt hơn nếu từ 30 đến 95% mol, và tốt hơn nữa nếu từ 60 đến 90% mol và nhóm chức tạo ra anion với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 98% mol, tốt hơn nếu từ 5 đến 70% mol, tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 40% mol; và nhóm chức

không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 50% mol và tốt hơn nếu từ 0,1 đến 5% mol.

Theo một phương án của sáng chế, nhóm chức cation không phụ thuộc vào độ pH.

Theo một phương án của sáng chế, nhóm chức cation là các nhóm amoni thế bốn lần.

Theo một phương án cụ thể, polyampholyt cation được tạo ra từ monome cation chứa các nhóm amoni thế bốn lần và monome mà có thể tạo ra các nhóm chức tạo ra anion, cụ thể hơn là monome mà được dựa trên axit acrylic, axit metacrylic hoặc dẫn xuất của nó.

Theo một phương án cụ thể hơn, polyampholyt cation là copolyme của axit acrylic hoặc axit metacrylic và dimetyldiallyl amoni clorua (DADMAC), như polyquaterni-22 (số đăng ký CAS 53694-17-0), hoặc copolyme của axit acrylic hoặc axit metacrylic và metacrylamidopropyl-trimetylaroni clorua (MAPTAC).

Theo một phương án cụ thể hơn, polyampholyt cation là trime được tạo ra từ monome axit acrylic, DADMAC, polyquaterni-39 (số đăng ký CAS 25136-75-8) hoặc MAPTAC monome và acrylamit monome, như polyquarteni-53 (số đăng ký CAS 53 84647-38-1).

Theo một phương án, copolyme axit acrylic/DADMAC, và tốt hơn là trime, được tạo ra bằng cách cho 1 đương lượng mol monome axit acrylic phản ứng với 1 đến 4 đương lượng mol monome DADMAC (ví dụ Merquat 281), cụ thể hơn 1 đương lượng mol monome axit acrylic phản ứng với 1 đến 2,5 đương lượng mol monome DADMAC, và tốt hơn nữa là 1 đương lượng mol monome axit acrylic phản ứng với 1 đến 2 đương lượng mol monome DADMAC.

Theo một phương án, copolyme axit acrylic/MAPTAC, và tốt hơn là trime, được tạo ra bằng cách cho 1 đến 2 đương lượng mol monome axit acrylic phản ứng với 4 đương lượng mol monome MAPTAC, tốt hơn nữa nếu 1 đương lượng mol monome axit acrylic phản ứng với 4 đương lượng mol monome

MAPTAC và vẫn tốt hơn nữa nếu 1,6 đương lượng mol monome axit acrylic phản ứng với 4 đương lượng mol monome MAPTAC.

Theo một phương án của sáng chế, copolyme có khối lượng phân tử ít nhất 100000 g/mol, và tốt hơn nếu ít nhất 500000 g/mol.

Polyampholyt cation có thể được điều chế bằng cách sử dụng các phương pháp polyme hóa được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này biết rõ. Các phương pháp polyme hóa này bao gồm polyme hóa dung dịch; polyme hóa gel; polyme hóa chất kết tủa; polyme hóa nhũ tương ngược; polyme hóa nhũ tương chứa nước; polyme hóa huyền phù; và polyme hóa mixen.

Polyampholyt cation có thể được liên kết ngang bởi ít nhất một chất liên kết ngang, chất liên kết ngang này có thể được chọn từ nhóm gồm các monome chưa bão hòa etylen (có ít nhất hai nhóm chức chưa bão hòa như ví dụ vinyl, allyl, và acrylic), và các hợp chất có các nhóm chức epoxy. Ví dụ, các chất liên kết ngang như vậy bao gồm metylen bisacrylamit (MBA), triallyamin và polyetylen glycol diacrylat. Theo cách khác, các chất khơi mào lớn như polyperoxit, hợp chất polyazo và chất đa chuyển như polyme polymercaptan có thể được sử dụng.

Polyampholyt cation có thể là polyme ngang.

Như đã nêu trên, chế phẩm chất thơm được bao bọc theo sáng chế có thể được kết hợp trong các nền chất tẩy rửa lỏng nhất định chứa các chất hoạt động bề mặt anion mà không xuất hiện các dấu hiệu kết tụ nhìn thấy được của các vi nang lõi-vỏ.

Chế phẩm chất thơm được bao bọc nêu trên được dự tính là được phân tán trong nền chất tẩy rửa không tạo huyền phù.

Nền chất tẩy rửa không tạo huyền phù có thể là nền chất tẩy rửa đặc và đặc biệt là nền chất tẩy rửa đặc thường được sử dụng ở dạng túi chứa liều đơn vị như được mô tả chi tiết hơn dưới đây. Chất tẩy rửa có thể là chất tẩy rửa lỏng trong suốt, mờ hoặc nước trong. Tuy nhiên, các nền không tạo huyền phù mờ đục hoặc trong mờ cũng có thể được sử dụng.

Theo một phương án khác, huyền phù đặc có thể được phân tán trong nền chất tẩy rửa mà là dầu gội, sữa tắm, xà phòng lỏng hoặc sản phẩm ép đùn, như sản phẩm xà phòng ép đùn.

Các ví dụ về nền chất tẩy rửa thích hợp được thấy trong: *Formulating Detergents and Personal Care Products: A guide to Product Development*, của L Ho Tan Tai, ISBN 1-893997-10-3 xuất bản bởi AOCS Press. Cũng với tập 67 của the *Surfactant Science Series Liquid Detergents* ISBN 0-8247-9391-9 (Marcel Dekker Inc), cũng như trong tài liệu sáng chế, ví dụ các bằng độc quyền sáng chế Mỹ ssau: 5929022; 5916862; 5731278; 5470507; 5466802; 5460752; và 5458810.

Nền chất tẩy rửa trong đó chế phẩm chất thơm được bao bọc theo sáng chế cần được phân tán bao gồm chất hoạt động bề mặt anion, và tùy ý chất hoạt động bề mặt không ion, và các hỗn hợp của chúng.

Các chất hoạt động bề mặt anion thông thường bao gồm natri lauryl sulfat, natri laureth sulfat, natri trideceth sulfat, amoni lauryl sulfat, amoni laureth sulfat, kali laureth sulfat, alkyl benzen sulfonat mạch thẳng, natri tridexyl benzen sulfonat, natri dodexyl benzen sulfonat, natri xylen sulfonat, monoetanolamin lauryl sulfat, monoetanolamin laureth sulfat, trietanolamin lauryl sulfat, trietanolamin laureth sulfat, lauryl sarcosin, cocoyl sarcosin, natri lauryl sarcosinat, natri lauroyl sarcosinat, trietylamin lauryl sulfat, trietylamin laureth sulfat, dietanolamin lauryl sulfat, dietanolamin laureth sulfat, lauric monoglyxerit natri sulfat, amoni cocoyl sulfat, amoni lauroyl sulfat, natri cocoyl sulfat, natri lauroyl sulfat, natri cocoyl isethionat, kali cocoyl sulfat, kali lauryl sulfat, monoetanolamin cocoyl sulfat, monoetanolamin lauryl sulfat, trietanolamin lauryl sulfat, C5–C17 axyl-N-(C1–C4 alkyl) glucamin sulfat, C5–C17 acyl-N-(C1–C4 hydroxyalkyl) glucamin sulfat, natri hydroxyetyl-2-dexyl ete sulfat, natri metyl-2-hydroxydexyl ete sulfat, natri hydroxyetyl-2-dodexyl ete sulfat, natri monoetoxyl hóa lauryl alkyl sulfat, C12–C18 alkyl sulfonat, C12–C18 rượu sulfat được etoxy hóa hoặc mạch thẳng tự nhiên và phân nhánh, C12–

C18 rượu sulfat được etoxy hóa hoặc mạch thẳng tự nhiên và phân nhánh etoxy hóa và các hỗn hợp của chúng. Các chất hoạt động bề mặt anion nêu trên cũng có thể được sử dụng ở dạng axit không được trung hòa của chúng. Mức của các chất hoạt động bề mặt anion trong các chất tẩy rửa lỏng mà có thể được xem là môi trường phân tán thích hợp cho các vi nang lõi-vỏ theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1% khối lượng đến 40% khối lượng, tốt hơn nữa nếu từ 5% khối lượng đến 35% khối lượng.

Trong các nền chất tẩy rửa không tạo huyền phù, đặc biệt là thích hợp trong ngữ cảnh của sáng chế, mức của các chất hoạt động bề mặt anion thường nằm trong khoảng từ 5% khối lượng đến 15% khối lượng.

Chất hoạt động bề mặt không ion thông thường bao gồm C6-C24 alkyl etoxylat có khoảng từ 1 đến 12 đơn vị etylen oxit. Mạch alkyl của rượu béo có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bậc một hoặc bậc hai, và thường chứa từ khoảng 6 đến 22 nguyên tử cacbon. Các ví dụ khác về chất hoạt động bề mặt không ion bao gồm các sản phẩm ngưng tụ của các axit béo với các glucamin, như C12-C16 alkyl N-metyl glucamit, và/hoặc sản phẩm ngưng tụ của các axit béo với các amin được etoxy hóa; C10-C20 alkyl mono- hoặc di-alkanolamit, trong đó nhóm alkyloxy có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, C10-C20 alkyl mono- hoặc di-alkanolamit có nhóm polyoxyalkylen trung gian có từ 2 đến 20 nhóm alkyleneoxit giữa nhóm alkyl và nhóm alkanolamit; alkyl amidopropyl dimetylamin; este alkyl của axit béo, như este sorbitol với axit oleic, axit myristic, axit stearic, axit palmitic và chất tương tự, cũng được biết dưới tên thương mại Tween, như Tween 20, Tween 40, và Tween 60; alkyl polyglycosit bao gồm, ví dụ, C8-C10 alkyl polyglycosit, C12-C16 alkyl polyglycosit, C5 Amyl. Chất hoạt động bề mặt không ion bao gồm chất hoạt động bề mặt trên cơ sở glyxerol, như este polyglyxeryl của axit béo như este hexaglyxeryl của axit octanoic, este tetraglyxeryl của axit decanoic, este hexaglyxeryl của axit ricxinoleic và este tetraglyxeryl của axit cocoic và các hỗn hợp của chúng. Thuật ngữ “alkyl” như được sử dụng ở trên đối với chất hoạt động bề mặt trên cơ sở

đường không ion đề cập đến các nhóm alkyl mạch thẳng no có 3 đến 21 nguyên tử cacbon, bao gồm hexyl, octyl, decanyl, dodecanyl, tetradecanyl, hexadecanyl, và octadecanyl.

Mức chất hoạt động bề mặt không ion sử dụng trong nền chất tẩy rửa nằm trong khoảng từ 0% khối lượng đến 40% khối lượng, cụ thể hơn từ 10% khối lượng đến 35% khối lượng, đối với tổng khối lượng của nền chất tẩy rửa.

Trong một số trường hợp, nền chất tẩy rửa cũng có thể bao gồm các chất tẩy rửa cation, cationogen, ion lưỡng tính và/hoặc lưỡng tính.

Sự kết hợp của chế phẩm chất thơm được bao bọc mô tả ở đây trong chất tẩy rửa để sử dụng ở dạng túi chứa liều đơn vị là một phương án cụ thể của sáng chế.

Dạng túi chứa liều đơn vị là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này (ví dụ xem US 6815410). Dạng túi thường bao gồm nền chất tẩy rửa lỏng được bao quanh bởi màng tan trong nước hoặc phân tán trong nước. Do thực tế là chế phẩm chất tẩy rửa lỏng này được chứa trong màng tan trong nước hoặc phân tán trong nước, nên chúng khác biệt bởi mức chất hoạt động bề mặt cao và nồng độ nước rất thấp. Người nộp đơn đã thấy rằng hiện tượng kết tụ là bằng chứng cụ thể với các vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino thông thường.

Màng tan trong nước hoặc phân tán trong nước bao gồm các polyme và copolyme dựa trên rượu polyvinyllic, và dẫn xuất tinh bột dẻo nhiệt, trong đó polyme dựa trên rượu polyvinyllic được sử dụng phổ biến nhất. Chế phẩm chất tẩy rửa lỏng mà có thể được giữ trong các túi tan trong nước có thể thường chứa nước, dung môi, chất tẩy trắng, enzym, chất làm ổn định enzym, chất chelat hóa, chất hoạt động bề mặt, chất trung hòa, chất cấu thành, chất độn, polyme chống lắng phủ lại hoặc polyme phân tán trong đất, polyme chăm sóc và tăng cường chất lượng vải, chất ức chế chuyển thuốc nhuộm, chất kết bông, chất khử kết bông và chất làm đặc, chất làm mềm vải; và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nếu các chế phẩm như vậy chứa ion borat với lượng nhỏ hơn 0,2%, nhưng tốt hơn nếu gần như không chứa borat hoặc perborat.

Nền chất tẩy rửa cũng có thể chứa chất rắn và chất khí, ở dạng hòa tan hoặc ở dạng hạt (đối với chất rắn) hoặc bột (đối với chất khí).

Mức nước trong nền chất tẩy rửa được sử dụng ở dạng túi chứa liều đơn vị là sao cho polyme tan trong nước hoặc phân tán trong nước tạo thành túi không hòa tan hoặc phân tán do sự tiếp xúc với nền chất tẩy rửa. Mức nước trong nền chất tẩy rửa nhỏ hơn 50% khối lượng, tốt hơn nếu nhỏ hơn 20% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 10% khối lượng, và thậm chí có thể thấp khoảng 5% khối lượng nền chất tẩy rửa.

Tốt hơn nếu chất trung hòa mà có thể được sử dụng trong nền chất tẩy rửa được chọn từ các hợp chất hữu cơ cơ bản như các amin, ví dụ mono-etanolamin, trietanolamin, bazơ Lewis hữu cơ, và các hỗn hợp của chúng, nhưng các bazơ vô cơ, như natri hydroxit, kali hydroxit và amoni hydroxit, cũng có thể được sử dụng. Mức chất trung hòa trong chất tẩy rửa thường nằm trong khoảng từ 5 đến 15% khối lượng chất tẩy rửa, mặc dù các mức thấp hơn hoặc cao hơn cũng có thể được sử dụng.

Dung môi ưu tiên là dung môi mà không hoà tan hoặc phân tán polyme dùng để tạo ra túi. Dung môi này có thể có độ phân cực thấp hoặc độ phân cực cao. Độ phân cực thấp dung môi thường bao gồm các hydrocacbon parafin mạch thẳng và/hoặc mạch nhánh. Dung môi có độ phân cực cao, tan hoặc tan một phần trong nước, hoặc trộn lẫn trong nước thường bao gồm rượu, như metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol; diol, như 1,2-propandiol, 1,3-propandiol, glyxerol, sorbitol, 2-amino-2-etyl propanol, ete, polyete, di-, tri-alkylamin được thế N mạch ngắn, alkyl amit mạch ngắn, este alkyl thấp của axit alkyl carboxylic mạch ngắn, keton, như alkyl keton mạch ngắn, bao gồm axeton. Chế phẩm lỏng có thể chứa dung môi tan trong nước có khối lượng phân tử cao hơn 70 g/mol với lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 70% khối lượng.

Nền chất tẩy rửa lỏng thông thường để sử dụng trong túi, ví dụ, chứa 10% khối lượng nước đã khử ion, propylen glycol với lượng 20% khối lượng, glyxerol với lượng 18,5% khối lượng, natri lauryl ete sulfat (ví dụ TEXAPON®

N 70, ví dụ COGNIS) với lượng 16,47% khối lượng, axit benzensulfonic với lượng 5% khối lượng, axit lauryl với lượng 5% khối lượng, monoetanolamin với lượng 10% khối lượng, rượu etoxy hóa chứa 12 đến 15 nguyên tử cacbon (ví dụ NEODOL® 25-7, ví dụ CALDIC) với lượng 15% khối lượng và chất bảo quản (ví dụ 2-bromo-2-nitropropan, có bán dưới nhãn hiệu BRONIDOX®, ví dụ COGNIS) với lượng 0,03% khối lượng.

Các mức tại đó chế phẩm chất thơm được bao bọc có thể được kết hợp trong chế phẩm chất tẩy rửa là thông thường, và có thể thay đổi phụ thuộc vào nền chất tẩy rửa cụ thể trong đó chế phẩm chất thơm được bao bọc được kết hợp. Ví dụ, chế phẩm chất thơm được bao bọc có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,005% khối lượng đến 50% khối lượng, tốt hơn nữa nếu từ 0,01% khối lượng đến 20% khối lượng, và cụ thể hơn từ 0,1% khối lượng đến 5% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng chế phẩm.

Các vi nang lõi-vỏ của chế phẩm chất thơm được bao bọc có thể được tạo ra bởi phản ứng đa ngưng tụ của các vật liệu tạo ra vỏ thông thường. Các vật liệu tạo ra vỏ thích hợp được biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các vật liệu tạo ra vỏ đặc biệt hữu dụng là chất bất kỳ trong số sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt có thể là sản phẩm phản ứng, như polyme hoặc copolyme của ít nhất một amin, như ure, thioure, alkyl ure, 6-được thế-2,4-diamino-1,3,5-triazin như benzoguanamin hoặc glycoluril, và melamin; và ít nhất một aldehyt, như formaldehyt, axetaldehyt, glyoxal hoặc glutaraldehyt. Sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt thích hợp bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các sản phẩm ngưng tụ sơ bộ mono- và poly-metylol-1,3,5-triamino-2,4,6-triazin được metyl hóa một phần, như các sản phẩm có bán dưới nhãn hiệu CYMEL (ví dụ Cytec Technology Corp.) hoặc LURACOLL (ví dụ BASF), và/hoặc sản phẩm ngưng tụ sơ bộ mono- và polyalkylol-benzoguanamin, và/hoặc sản phẩm ngưng tụ sơ bộ mono- và polyalkylol-glycouril. Các polyamin được alkylol hóa này có thể

được tạo ra ở dạng được alkyl hóa một phần, thu được bằng cách bổ sung rượu mạch ngắn thường có từ 1 đến 6 đơn vị metylen.

Trong quá trình tạo ra vi nang thì thường sử dụng chất làm ổn định keo để làm ổn định mặt phân cách dầu-nước trong quá trình tạo ra vi nang. Chất làm ổn định thực hiện chức năng trong vài ngày: đảm bảo rằng các nhũ tương dầu trong nước ổn định được tạo ra cho phép di chuyển vật liệu tạo ra vỏ, ví dụ sản phẩm ngưng tụ sơ bộ và chất liên kết ngang với mặt phân cách dầu-nước; và thực hiện chức năng cơ bản dưới dạng khuôn mẫu quanh đó các phản ứng đa ngưng tụ và liên kết ngang có thể diễn ra để tạo ra vỏ bao bằng nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang. Chất làm ổn định keo cũng có thể ngăn không cho các vi nang kết khối.

Một phần chất làm ổn định keo sẽ được rửa sạch khỏi vi nang khi chúng tạo ra, nhưng một phần sẽ được giữ lại trong vỏ bao và trở thành một phần của vỏ.

Các ví dụ cụ thể về các chất làm ổn định keo thích hợp bao gồm các copolyme acrylic mang các nhóm sulfonat, như các sản phẩm có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu LUPASOL (ví dụ BASF), như LUPASOL PA 140 hoặc LUPASOL VFR; copolyme của acrylamit và axit acrylic, copolyme của alkyl acrylat và N-vinylpyrrolidon, như các sản phẩm có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu Luviskol (ví dụ LUVISKOL K 15, K 30 hoặc K 90 ví dụ BASF); natri polycacboxylat (ví dụ Polyscience Inc.) hoặc natri poly(styren sulfonat) (ví dụ Polyscience Inc.); vinyl và copolyme ete metyl vinyl - anhydrua maleic (ví dụ AGRIMERTM VEMATM AN, ví dụ SP), và etylen, isobutylen hoặc copolyme styren-anhydrua maleic (ví dụ ZEMACTM). Vì vậy, các chất làm ổn định ưu tiên là chất đa điện phân anion.

Theo một phương án ưu tiên, sản phẩm ngưng tụ sơ bộ melamin-formaldehyt được sử dụng trong việc tạo ra các vi nang lõi-vỏ. Sản phẩm ngưng tụ sơ bộ melamin-formaldehyt được tạo ra bởi phản ứng của melamin với formaldehyt để tạo ra melamin được metylol hóa. Melamin được metylol hóa

cũng có thể được xử lý bằng metanol để tạo ra melamin metylol methyl hóa metoxy, mà cũng có thể được sử dụng làm sản phẩm ngưng tụ sơ bộ trong quy trình tạo ra vi nang lõi-vỏ.

Theo một phương án ưu tiên, chất liên kết ngang diamin được sử dụng để tạo liên kết ngang sản phẩm ngưng tụ sơ bộ melamin-formaldehyt trong quá trình tạo ra vi nang lõi-vỏ. Các ví dụ cụ thể về diamin hữu dụng trong sáng chế bao gồm, không chỉ giới hạn ở, ure, benzoguanamin, benzoguanidin, poly[N-(2,2-dimethoxy-1-hydroxy)] polyamin, bao gồm di-[N-(2,2-dimethoxy-1-hydroxy)] ure, di-[N-(2,2-dimethoxy-1-hydroxy)] benzoguanamin và di-[N-(2,2-dimethoxy-1-hydroxy)] benzoguanidin.

Chất liên kết ngang diamin đặc biệt thích hợp là ure.

Polyampholyt cation được gắn trong các vỏ của các vi nang lõi-vỏ trong quy trình tạo ra vi nang.

Cụ thể hơn, polyampholyt cation được gắn trong ít nhất một lớp nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang được lắng phủ trên vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino được tạo ra trước.

Vẫn cụ thể hơn, vỏ của vi nang lõi-vỏ được tạo ra trong một loạt bước liên tiếp, nhờ đó trong bước thứ nhất thì phần thứ nhất của vật liệu tạo ra vỏ chứa sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt và chất liên kết ngang được đa ngưng tụ quanh các giọt vật liệu lõi để tạo ra huyền phù đặc của các vi nang lõi-vỏ được phân tán trong môi trường phân tán chứa nước; và trong bước tiếp theo polyampholyt cation và phần tiếp theo của vật liệu tạo ra vỏ chứa sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt và chất liên kết ngang được bổ sung vào huyền phù đặc, và được đa ngưng tụ quanh các vi nang lõi-vỏ để tạo ra chất nền được liên kết ngang của nhựa melamin-formaldehyt quanh các vi nang lõi-vỏ, trong đó polyampholyt cation được gắn trong chất nền này.

Theo một phương án cụ thể hơn, trong bước tiếp theo, polyampholyt cation và phần tiếp theo của vật liệu tạo ra vỏ có thể được bổ sung vào huyền phù đặc của các vi nang lõi-vỏ đồng thời hoặc liên tiếp, với điều kiện là

polyampholyt cation trộn lẫn với phần vật liệu tạo ra vỏ tiếp theo trước khi được đa ngưng tụ quanh các vi nang lõi-vỏ.

Do vậy, theo một phương án cụ thể, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm chất thơm được bao bọc bao gồm ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino được phân tán trong môi trường phân tán, phương pháp này bao gồm các bước:

I) bao bọc ít nhất trên giọt chứa chất thơm trong vỏ chứa nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang để tạo ra huyền phù đặc bao gồm thể phân tán của ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino; và

II) bổ sung vào huyền phù đặc, đồng thời hoặc liên tiếp, polyampholyt cation, một sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt, và một chất liên kết ngang, trong các điều kiện nhờ đó sản phẩm ngưng tụ sơ bộ và chất liên kết ngang phản ứng để tạo ra chất nền của nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang quanh vi nang lõi-vỏ, trong chất nền này có gắn polyampholyt cation.

Theo một phương án cụ thể hơn, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm chất thơm được bao bọc bao gồm ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino được phân tán trong môi trường phân tán, phương pháp này bao gồm các bước:

I) trộn cùng nhau, ở nhiệt độ khoảng 35°C và ở độ pH khoảng 4,5, chất làm ổn định polyme, dầu chứa chất thơm, sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt (ví dụ sản phẩm ngưng tụ sơ bộ melamin-formaldehyt), và chất liên kết ngang (ví dụ chất liên kết ngang diamin), trong nước và dưới lực cắt trung bình;

II) nhũ hóa hỗn hợp này để thu được phân bố kích cỡ giọt và khoảng kích cỡ giọt trung bình mong muốn;

III) tăng nhiệt độ lên trên khoảng 80°C trong thời gian khoảng 3 giờ, để tạo ra vỏ nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang quanh các giọt, nhờ đó tạo ra huyền phù đặc của vi nang lõi-vỏ;

IV) ở độ pH khoảng 4,5, bổ sung liên tiếp hoặc đồng thời polyampholyt cation, sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt (ví dụ sản phẩm ngưng tụ sơ bộ

melamin-formaldehyt) và chất liên kết ngang (ví dụ chất liên kết ngang diamin), và giữ nhiệt độ cao hơn khoảng 80°C trong thời gian khoảng 2 giờ, tạo ra chất nền của nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang quanh các vi nang lõi-vỏ, trong chất nền này có gắn polyampholyt cation; và

V) làm nguội huyền phù đặc thu được.

Trong việc tạo ra nhũ tương theo bước II), người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể lựa chọn tốc độ khuấy và hình dạng thích hợp của thiết bị khuấy trộn để thu được phân bố kích cỡ giọt và kích cỡ giọt trung bình mong muốn.

Trong việc thực hiện bước IV), ưu tiên nếu polyampholyt cation được bổ sung vào huyền phù đặc trước khi sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt và chất liên kết ngang được bổ sung.

Nếu muốn, chất làm sạch formaldehyt có thể được bổ sung vào huyền phù đặc của bước V).

Chất làm sạch formaldehyt cũng có thể được bổ sung vào huyền phù đặc trước bước làm nguội, trong trường hợp đó ưu tiên nếu chất làm sạch formaldehyt được phép phản ứng lên đến khoảng 20 phút trước khi làm nguội. Chất làm sạch formaldehyt thông thường chứa các hợp chất có thể đánh formaldehyt tự do trong môi trường nước, như natri sulfit, melamin, glyxin, và cacbohydrazin.

Nhờ quy trình nêu trên, có thể kết hợp một lượng chất làm ổn định khối kết tụ của polyampholyt cation trong các vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino. Cụ thể hơn, có thể tạo ra tác dụng làm ổn định khối kết tụ bằng cách chỉ sử dụng polyampholyt cation với lượng nằm trong khoảng từ 0,2% khối lượng đến 1% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của vi nang lõi-vỏ huyền phù đặc.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ nhận thấy rằng mong muốn chỉ sử dụng các mức polyampholyt cation thấp vì các nhựa amino-aldehyt, và cụ thể là nhựa melamin-formaldehyt, là môi trường bao bọc đặc biệt hiệu quả, và sự kết hợp lượng dư của tạp chất trong vỏ nhựa có thể tác

động đến hiệu quả bao bọc của vi nang cũng như độ ổn định của chúng đối với sự rò rỉ chất thơm ra khỏi lõi được bao bọc.

Huyền phù đặc của các vi nang lõi-vỏ có thể chứa các vi nang lõi-vỏ được phân tán trong pha nước với lượng lớn hơn 39% khối lượng, tốt hơn nếu lớn hơn 40% khối lượng và lên đến 42% khối lượng hoặc lớn hơn, dựa trên tổng khối lượng của huyền phù đặc.

Theo một phương án, mức vi nang trong huyền phù đặc là 42% khối lượng, trong đó mức này được tính trên cơ sở tổng lượng của dầu chứa chất thơm và vật liệu tạo ra vỏ được sử dụng trong quy trình vi bao bọc. Huyền phù đặc chứa nhỏ hơn khoảng 39% khối lượng ít được mong muốn ít nhất vì lý do kinh tế.

Chất tạo huyền phù có thể được bổ sung vào huyền phù đặc trong sự khuấy để bảo đảm rằng vi nang được tạo huyền phù ổn định trong huyền phù đặc và không tách pha bằng cách lắng hoặc lắng kết tủa. Thông thường, keo nước được sử dụng để cải thiện độ ổn định keo của huyền phù đặc chống đông tụ, lắng kết tủa và lắng.

Thuật ngữ “keo nước” đề cập đến loại chung của polyme tan trong nước hoặc phân tán trong nước có tính chất anion, cation, ion lưỡng tính hoặc không ion. Keo nước hữu dụng cho mục đích của sáng chế bao gồm: polycacbohydrat, như tinh bột, tinh bột cải biến, dextrin, maltodextrin, và dẫn xuất xenluloza, và các dạng được tạo bậc bốn của chúng; gồm tự nhiên như este alginat, caragenan, xanthan, aga-aga, pectin, axit pectic, và gồm tự nhiên như gồm arabic, gồm tragacanth và gồm karaya, gồm guar và gồm guar được tạo bậc bốn; gelatin, sản phẩm thủy phân protein và các dạng được tạo bậc bốn của chúng; polyme và copolyme tổng hợp, như poly(vinyl pyrrolidon-co-vinyl axetat), poly(vinyl rượu-co-vinyl axetat), poly(axit (met)acrylic), poly(axit maleic), poly(alkyl(met)acrylat-co-axit (met)acrylic), copolyme poly(axit acrylic-co-axit maleic), poly(alkylenoxit), poly(ete vinylmetyl), poly(ete vinyl-co-anhydrua maleic), và hợp chất tương tự, cũng như poly-(etylenimin),

poly((met)acrylamit), poly(alkylenoxit-co-dimetylsiloxan), poly(amino dimetylsiloxan), và hợp chất tương tự, và các dạng được tạo bậc bốn của chúng.

Tốt hơn nếu Carbopol ETD 2561, polyme của axit polyacrylic được liên kết ngang nhẹ, được sử dụng.

Tốt hơn nếu chất tạo huyền phù được bổ sung vào huyền phù đặc với lượng đủ để thu được độ nhớt cuối nằm trong khoảng từ 100mPa.s đến 3500mPa.s, tốt hơn nữa nếu từ 250 mPa.s đến 2500mPa.s ở 25°C và ở tốc độ cắt 20 s⁻¹.

Mặc dù các vi nang lõi-vỏ mô tả ở trên được dùng để bao bọc các chế phẩm chất thơm, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ nhận thấy rằng các vật liệu khác có thể tạo ra vật liệu lõi. Trên thực tế, vật liệu lõi có thể là vật liệu kỵ nước, không tan trong nước hoặc tan ít trong nước bất kỳ tạo ra các hiệu quả, như hiệu quả chức năng hoặc hiệu quả cảm giác. Ví dụ, vật liệu lõi có thể là enzym, chất tẩy trắng, dioxit, chất làm trắng, chất khử mùi hôi, chất dùng trong mỹ phẩm và chất tương tự.

Polyampholyt cation được sử dụng để làm ổn định các vi nang lõi-vỏ khi được phân tán trong nền chất tẩy rửa chứa chất hoạt động bề mặt loại được mô tả ở đây.

Danh sách đầy đủ của các thành phần chất thơm mà có thể được bao bọc theo sáng chế có thể được thấy trong tài liệu về chất thơm, ví dụ "Perfume & Flavor Chemicals", S. Arctander (Allured Publishing, 1994), cũng như các ấn bản sau của tài liệu này, được kết hợp ở đây để tham khảo. Tốt hơn nếu chất thơm được bao bọc theo sáng chế bao gồm các thành phần chất thơm được chọn từ ADOXAL (2,6,10-trimetylundex-9-enal); AGRUMEX (2-(tert-butyl)cyclohexyl axetat); ALDEHYDE C 10 DEXYLIC (dexanal); ALDEHYDE C 11 MOA (2-metyldexanal); ALDEHYDE C 11 UNDECYLENIC (undex-10-enal); ALDEHYDE C 11 UNDECYLIC (undexanal); ALDEHYDE C 12 LAURIC (dodexanal); ALDEHYDE C 12 MNA PURE (2-metylundexanal); ALDEHYDE ISO C 11 ((E)-undex-9-enal);

ALDEHYDE MANDARINE((E)-dodex-2-enal); ALLYL AMYL
 GLYCOLATE (prop-2-enyl 2-(3-methylbutoxy)acetat); ALLYL
 CYCLOHEXYL PROPIONATE prop-2-enyl 3-cyclohexylpropanoat); ALLYL
 OENANTHATE (prop-2-enyl heptanoat); AMBER CORE (1-((2-(tert-
 butyl)cyclohexyl)oxy)butan-2-ol); AMBERMAX(1,3,4,5,6,7-hexahydro-
 .beta.,1,1,5,5-pentamethyl-2H-2,4a-methanonaphthalen-8-ethanol); AMYL
 SALICYLATE (pentyl 2-hydroxybenzoat); APHERMATE (1-(3,3-
 dimethylcyclohexyl)ethyl format); BELAMBRE ((1R,2S,4R)-2'-isopropyl-1,7,7-
 trimethylspiro[bicyclo[2.2.1]heptan-2,4'-[1,3]dioxan]); BIGARYL (8-(sec-butyl)-
 5,6,7,8-tetrahydroquinolin); BOISAMBRENE FORTE
 ((ethoxymethoxy)cyclododecan); BOISIRIS ((1S,2R,5R)-2-ethoxy-2,6,6-trimethyl-9-
 methylenbicyclo[3.3.1]nonan); BORNYL ACETATE ((2S,4S)-1,7,7-
 trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-yl acetat); BUTYL BUTYRO LACTATE (1-
 butoxy-1-oxopropan-2-yl butanoat); BUTYL CYCLOHEXYL ACETATE
 PARA (4-(tert-butyl)cyclohexyl acetat); CARYOPHYLLENE ((Z)-4,11,11-
 trimethyl-8-methylenbicyclo[7.2.0]undec-4-en); CASHMERAN (1,1,2,3,3-
 pentamethyl-2,3,6,7-tetrahydro-1H-inden-4(5H)-one); CASSYRANE (5-tert-
 butyl-2-methyl-5-propyl-2H-furan); CITRAL ((E)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal);
 CITRAL LEMAROME N ((E)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal); CITRATHAL R
 ((Z)-1,1-dieoxy-3,7-dimethylocta-2,6-dien); CITRONELLAL (3,7-dimethyloct-6-
 enal); CITRONELLOL (3,7-dimethyloct-6-en-1-ol); CITRONELLYL
 ACETATE (3,7-dimethyloct-6-en-1-yl acetat); CITRONELLYL FORMATE
 (3,7-dimethyloct-6-en-1-yl format); CITRONELLYL NITRILE (3,7-dimethyloct-
 6-enitril); CITRONELLYL PROPIONATE (3,7-dimethyloct-6-en-1-yl
 propionat); CLONAL (dodecannitril); CORANOL (4-cyclohexyl-2-methylbutan-
 2-ol); COSMONE ((Z)-3-methylcyclotetradec-5-enon); CYCLAMEN
 ALDEHYDE (3-(4-isopropylphenyl)-2-methylpropanal); CYCLOGALBANATE
 (allyl 2-(cyclohexyloxy)acetat); CYCLOHEXYL SALICYLATE (cyclohexyl 2-
 hydroxybenzoat); CYCLOMYRAL (8,8-dimethyl-1,2,3,4,5,6,7,8-

octahydronaphtalen-2-carbaldehyt); DAMASCENONE ((E)-1-(2,6,6-trimethylxyclohexa-1,3-dien-1-yl)but-2-en-1-on); DAMASCONE ALPHA ((E)-1-(2,6,6-trimethylxyclohex-2-en-1-yl)but-2-en-1-on); DAMASCONE DELTA 1-(2,6,6-trimethyl-1-xyclohex-3-enyl)but-2-en-1-on); DECENAL-4-TRANS ((E)-dex-4-enal); DELPHONE (2-pentylxyclopentanon); DIHYDROGEN ANETHOLE (1-metoxy-4-propylbenzen); DIHYDROGEN JASMONE (3-metyl-2-pentylxyclopent-2-enon); DIMETHYL BENZYL CARBINOL (2-metyl-1-phenylpropan-2-ol); DIMETHYL BENZYL CARBINYL ACETATE (2-metyl-1-phenylpropan-2-yl axetat); DIMETHYL BENZYL CARBINYL BUTYRATE (2-metyl-1-phenylpropan-2-yl butanoat); DIMETHYL OCTENONE (4,7-dimetyloct-6-en-3-on); DIMETHOL (2,6-dimetylheptan-2-ol); DIPENTENE (1-metyl-4-(prop-1-en-2-yl)xyclohex-1-en); DUPICAL ((E)-4-((3aS,7aS)-hexahydro-1H-4,7-metanoinden-5(6H)-yliden)butanal); EBANOL ((E)-3-metyl-5-(2,2,3-trimethylxyclopent-3-en-1-yl)pent-4-en-2-ol); ETHYL CAPROATE (etyl hexanoat); ETHYL CAPRYLATE (etyl octanoat); ETHYL LINALOOL ((E)-3,7-dimetylnona-1,6-dien-3-ol); ETHYL LINALYL ACETATE ((Z)-3,7-dimetylnona-1,6-dien-3-yl axetat); ETHYL OENANTHATE (etyl heptanoat); ETHYL SAFRANATE (etyl 2,6,6-trimethylxyclohexa-1,3-dien-1-carboxylat); EUCALYPTOL ((1s,4s)-1,3,3-trimetyl-2-oxabixyclo[2.2.2]octan); FENCHYL ACETATE ((2S)-1,3,3-trimetylbixyclo[2.2.1]heptan-2-yl axetat); FENCHYL ALCOHOL ((1S,2R,4R)-1,3,3-trimetylbixyclo[2.2.1]heptan-2-ol); FIXOLIDE (1-(3,5,5,6,8,8-hexametyl-5,6,7,8-tetrahydronaphtalen-2-yl)etanon); FLORALOZONE (3-(4-etylphenyl)-2,2-dimetylpropanal); FLORHYDRAL (3-(3-isopropylphenyl)butanal); FLOROCYCLENE ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahydro-1H-4,7-metanoinden-6-yl propionat); FLOROPAL (2,4,6-trimetyl-4-phenyl-1,3-dioxan); FRESKOMENTHE (2-(sec-butyl)xyclohexanon); FRUITATE ((3aS,4S,7R,7aS)-etyl octahydro-1H-4,7-metanoinden-3a-carboxylat); FRUTONILE (2-metyldecannitрил); GALBANONE PURE (1-(5,5-

dimethylxyclohex-1-en-1-yl)pent-4-en-1-one); GARDOCYCLENE ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahydro-1H-4,7-metanoinden-6-yl 2-methylpropanoat); GERANIOL ((E)-3,7-dimetylocta-2,6-dien-1-ol); GERANYL ACETATE SYNTHETIC ((E)-3,7-dimetylocta-2,6-dien-1-yl axetat); GERANYL ISOBUTYRATE ((E)-3,7-dimetylocta-2,6-dien-1-yl 2-methylpropanoat); GIVESCONE (etyl 2-etyl-6,6-dimethylxyclohex-2-encarboxylat); HABANOLIDE ((E)-oxaxyclohexadec-12-en-2-on); HEDIONE (metyl 3-oxo-2-pentylxyclopentaneaxetat); HERBANATE ((2S)-etyl 3-isopropylbixyclo[2.2.1]hept-5-en-2-carboxylat); HEXENYL-3-CIS BUTYRATE ((Z)-hex-3-en-1-yl butanoat); HEXYL CINNAMIC ALDEHYDE ((E)-2-benzylidenooctanal); HEXYL ISOBUTYRATE (hexyl 2-methylpropanoat); HEXYL SALICYLATE (hexyl 2-hydroxybenzoat); INDOFLOR (4,4a,5,9b-tetrahydroindeno[1,2-d][1,3]dioxin); IONONE BETA ((E)-4-(2,6,6-trimethylxyclohex-1-en-1-yl)but-3-en-2-on); IRISONE ALPHA ((E)-4-(2,6,6-trimethylxyclohex-2-en-1-yl)but-3-en-2-on); IRONE ALPHA ((E)-4-(2,5,6,6-tetramethylxyclohex-2-en-1-yl)but-3-en-2-on); ISO E SUPER (1-(2,3,8,8-tetrametyl-1,2,3,4,5,6,7,8-octahydronaphtalen-2-yl)etanon); ISOCYCLOCITRAL (2,4,6-trimethylxyclohex-3-encarbaldehyt); ISONONYL ACETATE (3,5,5-trimethylhexyl axetat); ISOPROPYL METHYL-2-BUTYRATE (isopropyl 2-metyl butanoat); ISORALDEINE 70 ((E)-3-metyl-4-(2,6,6-trimethylxyclohex-2-en-1-yl)but-3-en-2-on); JASMACYCLENE ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahydro-1H-4,7-metanoinden-6-yl axetat); JASMONE CIS ((Z)-3-metyl-2-(pent-2-en-1-yl)xyclopent-2-enon); KARANAL (5-(sec-butyl)-2-(2,4-dimethylxyclohex-3-en-1-yl)-5-metyl-1,3-dioxan); KOAVONE ((Z)-3,4,5,6,6-pentametylhept-3-en-2-on); LEAF AXETAL ((Z)-1-(1-etoxyetoxy)hex-3-ene); LEMONILE ((2E,6Z)-3,7-dimetylnona-2,6-diennitrile); LIFFAROME GIV ((Z)-hex-3-en-1-yl metyl cacbonat); LILIAL (3-(4-(tert-butyl)phenyl)-2-metylpropanal); LINALOOL (3,7-dimetylocta-1,6-dien-3-ol); LINALYL ACETATE (3,7-dimetylocta-1,6-dien-3-yl axetat); MALTYL

ISOBUTYRATE (2-methyl-4-oxo-4H-pyran-3-yl 2-methylpropanoat);
 MANZANATE (ethyl 2-methylpentanoat); MELONAL (2,6-dimethylhept-5-enal);
 MENTHOL (2-isopropyl-5-methylxyclohexanol); MENTHONE (2-isopropyl-5-methylxyclohexanon); METHYL CEDRYL KETONE (1-((1S,8aS)-1,4,4,6-tetramethyl-2,3,3a,4,5,8-hexahydro-1H-5,8a-metanoazulen-7-yl)etanon);
 METHYL NONYL KETONE EXTRA (undecan-2-on); METHYL OCTYNE CARBONATE (methyl non-2-ynoat); METHYL PAMPLEMOUSSE (6,6-dimethoxy-2,5,5-trimethylhex-2-en); MYRALDENE (4-(4-methylpent-3-en-1-yl)xyclohex-3-encarbaldehyt); NECTARYL (2-(2-(4-methylxyclohex-3-en-1-yl)propyl)xyclopentanon); NEOBERGAMATE FORTE (2-methyl-6-metylenoct-7-en-2-yl axetat); NEOFOLIONE ((E)-methyl non-2-enoat); NEROLIDYLE ((Z)-3,7,11-trimetyldodeca-1,6,10-trien-3-yl axetat); NERYL ACETATE HC ((Z)-3,7-dimetylocta-2,6-dien-1-yl axetat); NONADYL (6,8-dimethylnonan-2-ol); NONENAL-6-CIS ((Z)-non-6-enal); NYMPHEAL (3-(4-isobutyl-2-methylphenyl)propanal); ORIVONE (4-(tert-pentyl)xyclohexanon); PARADISAMIT (2-ethyl-N-methyl-N-(m-tolyl)butanamit); PELARGENE (2-methyl-4-metylen-6-phenyltetrahydro-2H-pyran); PEONILE (2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril); PETALIA (2-xyclohexyliden-2-(o-tolyl)axetonitril); PIVAROSE (2,2-dimethyl-2-pheyletyl propanoat); PRECYCLEMONE B (1-methyl-4-(4-methylpent-3-en-1-yl)xyclohex-3-encarbaldehyt); PYRALONE (6-(sec-butyl)quinolin); RADJANOL SUPER ((E)-2-ethyl-4-(2,2,3-trimethylxyclopent-3-en-1-yl)but-2-en-1-ol); RASPBERRY KETONE (N112) (4-(4-hydroxyphenyl)butan-2-on); RHUBAFURANE (2,2,5-trimethyl-5-pentylxyclopentanon); ROSAXETOL (2,2,2-triclo-1-phenyletyl axetat); ROSALVA (dex-9-en-1-ol); ROSYFOLIA ((1-methyl-2-(5-methylhex-4-en-2-yl)xyclopropyl)-metanol); ROSYRANE SUPER (4-methyl-2-phenyl-3,6-dihydro-2H-pyran); SERENOLIDE (2-(1-(3,3-dimethylxyclohexyl)etoxy)-2-methylpropyl xyclopropancooxylat); SILVIAL (2-methyl-3-[4-(2-methylpropyl)phenyl]propanal); SPIROGALBANONE (1-(spiro[4.5]dex-6-en-7-

yl)pent-4-en-1-on); STEMONE ((E)-5-methylheptan-3-on oxim); SUPER MUGUET ((E)-6-ethyl-3-metyloct-6-en-1-ol); SYLKOLIDE ((E)-2-((3,5-dimethylhex-3-en-2-yl)oxy)-2-metylpropyl xyclopropanacboxylat); TERPINENE GAMMA (1-metyl-4-propan-2-ylxyclohexa-1,4-dien); TERPINOLENE (1-metyl-4-(propan-2-yliden)xyclohex-1-en); TERPINYL ACETATE (2-(4-metylxyclohex-3-en-1-yl)propan-2-yl axetat); TETRAHYDRO LINALOOL (3,7-dimetyloctan-3-ol); TETRAHYDRO MYRCENOL (2,6-dimetyloctan-2-ol); THIBETOLIDE (oxaxyclohexadecan-2-on); TRIDECENE-2-NITRILE ((E)-tridex-2-ennitril); UNDECAVERTOL ((E)-4-metyldex-3-en-5-ol); VELOUTONE (2,2,5-trimetyl-5-pentylxyclopentanon); VIRIDINE ((2,2-dimetoxyetyl)benzen); ZINARINE (2-(2,4-dimetylxyclohexyl)pyridin); và hỗn hợp của chúng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ không giới hạn sau được dự tính để minh họa thêm sáng chế.

Ví dụ 1 (ví dụ so sánh)

Huyền phù đặc của vi nang bằng chất dẻo amino

Vi nang bằng chất dẻo amino thu được bằng cách sử dụng phương pháp sau:

1. Chất làm ổn định polyme (ZeMac® E400, ví dụ Vertellus) được hòa tan trong nước dưới lực cắt trung bình.
2. Nhiệt độ được điều chỉnh đến 35°C, độ pH đến 4,5 bằng natri hydroxit, tiếp đó sản phẩm ngưng tụ sơ bộ triamin đã alkylol hóa (Luracoll SD, ví dụ BASF), ure và chế phẩm chất thơm được bổ sung.
3. Hệ này được nhũ hóa bằng cách sử dụng bộ cánh khuấy vận hành ở tốc độ 1000 vòng/phút.
4. Nhiệt độ được tăng đến 80°C trong khoảng thời gian 3 giờ.

5. Phần thứ hai của sản phẩm ngưng tụ sơ bộ triamin hoặc triamin đã alkylol hóa và axit formic được bổ sung, và tiếp đó phản ứng được diễn ra trong 2 giờ ở 80°C.

6. Hệ này được làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Kích cỡ của vi nang được đo bằng cách sử dụng phương pháp nhiễu xạ laze, bằng cách sử dụng Mastersizer 2000 cung cấp bởi Malvern. Phương pháp này được dựa trên nguyên lý là ánh sáng từ nguồn cố kết, trong trường hợp này chùm laze, sẽ tán xạ dưới dạng các hạt đi qua chùm tia, với góc của ánh sáng tán xạ liên quan trực tiếp đến kích cỡ hạt. Sự giảm kích cỡ hạt dẫn đến sự tăng logarit trong góc tán xạ được thấy. Cường độ tán xạ được thấy cũng phụ thuộc vào kích cỡ hạt và giảm so với diện tích mặt cắt ngang của hạt. Do đó, các hạt lớn tán xạ ánh sáng ở các góc hẹp với cường độ cao, trong khi các hạt nhỏ tán xạ ở các góc rộng hơn nhưng với cường độ thấp. Các bộ dò được sử dụng để đo mẫu ánh sáng tán xạ được tạo ra trên khoảng góc rộng và, vì vậy xác định phân bố kích cỡ hạt của mẫu thử bằng cách sử dụng mô hình quang thích hợp.

Để đo kích cỡ vi nang, mẫu thử được đặt trong môđun Malvern Hydro2000 SM, được cung cấp với Mastersizer 2000, để đo thể phân tán ướt. Phần mềm cung cấp được sử dụng để biến đổi mẫu ánh sáng tán xạ đo được thành phân bố kích cỡ vi nang. Các thông số mô hình quang được sử dụng lần lượt là 1,47 và 0 đối với hệ số khúc xạ và hệ số hấp thụ. Sự đo mẫu thử được tiến hành trong khoảng thời gian năm giây bằng cách sử dụng 5000 lần đo.

Kích cỡ vi nang trung bình theo thể tích thu được bằng phương pháp này là khoảng 15 micromet.

Điện thế zeta của vi nang được đo bằng cách sử dụng phương pháp sau:

Huyền phù đặc thu được được lọc, và vi nang được rửa 5 lần bằng nước cất và lại được phân tán trong nước cất. Tiếp đó 2g thể phân tán được bổ sung vào 8 g kali dung dịch đệm dihydrophosphat/natri hydrophosphat ở độ pH 7 có mật độ ion bằng $7 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}$. Việc đo được thực hiện bằng cách sử dụng

Zetasizer Nano Z, được trang bị laze có bước sóng 633 nm. Thu được giá trị -50 mV.

Ví dụ 2

Huyền phù đặc của vi nang bằng chất dẻo amino chứa polyampholyt cation bổ sung sau (ví dụ so sánh)

Các bước 1-5 từ ví dụ 1 được lặp lại và quy trình được tiếp tục bằng cách thực hiện các bước sau:

6. Với 90g huyền phù đặc thu được, 10g dung dịch Merquat 281 (polyampholyt cation có bán trên thị trường dưới dạng dung dịch 35%), độ pH của nó đã được điều chỉnh trước đến giá trị bằng 4,5 bằng cách sử dụng natri hydroxit, được bổ sung từng bước trong khoảng 10 phút. Huyền phù đặc được duy trì trong sự khuấy trong khi polyampholyt cation được bổ sung ở nhiệt độ phòng.

7. Huyền phù đặc cải biến được để trong sự khuấy trong 1 giờ.

Ví dụ 3

Huyền phù đặc của vi nang bằng chất dẻo amino, trong đó polyampholyt cation được gắn trong vỏ của vi nang

Các bước 1-4 từ ví dụ 1 được lặp lại và quy trình được tiếp tục bằng cách thực hiện các bước sau:

5. Dung dịch Merquat 281 với lượng 1,25%, độ pH của nó được điều chỉnh đến 4,5 bằng natri hydroxit, được bổ sung từng bước trong khoảng 10 phút. Huyền phù đặc được duy trì trong sự khuấy trong 30 phút ở 80°C.

6. Phần thứ hai của sản phẩm ngưng tụ sơ bộ triamin hoặc triamin đã alkylol hóa và axit formic được bổ sung, và tiếp đó phản ứng được diễn ra trong 2 giờ ở 80°C. Hệ này được làm nguội đến nhiệt độ phòng.

7. Huyền phù đặc cải biến được để trong sự khuấy trong 1 giờ.

Ví dụ 4

Độ ổn định huyền phù đặc và sự kết tụ trong chất tẩy rửa lỏng

Huyền phù đặc thu được trong các ví dụ 1-3 được đánh giá về hiệu suất bao bọc: Huyền phù đặc được đánh giá là “++” nếu lượng vật liệu rắn (vật liệu vỏ + dầu thơm) là gần bằng giá trị theo lý thuyết bằng 42% huyền phù đặc, và “+” nếu lượng vật liệu rắn là trên 39%. Huyền phù đặc được đánh giá là không chấp nhận được (“-“) nếu lượng chất rắn thấp hơn 39%.

Tiếp đó các huyền phù đặc thỏa mãn được kết hợp trong hai loại nền chất tẩy rửa lỏng thương phẩm khác nhau ở mức 0,5% huyền phù đặc theo khối lượng của nền. Các mẫu thử được bảo quản trong 1 tuần ở nhiệt độ phòng (RT), và sự kết bông được đánh giá bằng cách kiểm tra bằng mắt.

Bảng 1: Thử nghiệm chế phẩm và số điểm (tất cả giá trị % là % khối lượng)

Mục	Huyền phù đặc ví dụ so sánh 1	Huyền phù đặc ví dụ so sánh 2	Huyền phù đặc ví dụ so sánh 3	Đánh giá huyền phù đặc	Kết tụ trong chất tẩy rửa lỏng A sau 1 tuần ở RT	Kết tụ trong chất tẩy rửa lỏng B sau 1 tuần ở RT
1	Không poly-ampholyt	---	---	++	Có	Có
2	-	Merquat 281 với lượng 2%	---	++	Có	Có
3		Merquat 281 với lượng 3%	---	++	Có	Có
4		Merquat 281 với lượng 5%	---	++	Có	Có
6		---	Merquat 281 với lượng 0,5%	++	Không	Không
7		Merquat 3330 với lượng 3%	---	++	Có	Có
8		---	Merquat 3330 với lượng 0,5%	+	Không	Không
9		Merquat 100 với lượng 3%		++	Có	Có
10		---	Merquat	+	Có	Có

			100 với lượng 0,5%			
--	--	--	-----------------------	--	--	--

Như có thể thấy từ Bảng 1, sự bổ sung polyampholyt cation với lượng 3% khối lượng và lớn hơn vào huyền phù đặc là không hiệu quả trong việc ngăn chặn vi nang kết tụ trong chất tẩy rửa lỏng. Mặt khác, việc gắn polyampholyt cation với lượng thấp khoảng 0,5% khối lượng trong vỏ của vi nang là đủ để tạo ra hiệu quả mong muốn. Cuối cùng, sự thiếu đặc tính của Merquat 100, mà có 100% đơn vị cation trong thành phần của nó, xác nhận sự cần đến đặc tính polyampholyt của polyme để tạo ra tác dụng làm ổn định mong muốn. Thu được kết quả tương tự với các chất tẩy rửa dùng cho túi có các nguồn gốc khác nhau, nhờ đó xác nhận độ chắc chắn của tác dụng làm ổn định được tạo ra bởi polyampholyt cation theo sáng chế.

Ví dụ 5

Đánh giá bằng khứu giác:

Khăn tắm Terry được giặt bằng máy giặt EU ở 40°C bằng 75g chất tẩy rửa lỏng thương phẩm chuẩn (chất tẩy rửa A trong ví dụ 4) chứa 0,5% huyền phù đặc theo khối lượng của nền, theo các mục 1, 2, 6 và 8 như nêu trong Bảng 1. Đặc tính theo khứu giác được đánh giá bởi hội đồng gồm bốn chuyên gia ở giai đoạn ướt và sau khi sấy trong 24 giờ ở nhiệt độ phòng (chà trước và chà sau), và được đánh giá trên thang điểm từ 1 đến 5.

Bảng 2:

Mục	Polyampholyt cation bổ sung sau (ví dụ 2)	Polyampholyt cation được gắn (ví dụ 3)	Uớt	Chà trước	Chà sau
1	---	---	1	1	2
2	Merquat với lượng 3%	---	1	2	2,5
6	---	Merquat 281 với lượng 0,5%	1	2,5	3,5
8	---	Merquat 3330 với lượng 0,5%	1	2	3

Như có thể thấy từ Bảng 2, việc bổ sung polyampholyt cation là có lợi với đặc tính cảm nhận chất thơm trên vải khô. Thu được các kết quả tốt nhất với các mẫu thử có polyampholyt được gắn trong vỏ của vi nang.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chất thơm được bao bọc bao gồm ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino tích điện âm được phân tán trong môi trường phân tán chứa nước, trong đó vỏ của vi nang lõi-vỏ đã được gắn trong nó polyampholyt cation.
2. Chế phẩm chất thơm được bao bọc theo điểm 1, trong đó polyampholyt cation chứa nhóm chức cation hoặc nhóm chức tạo ra cation với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 99% mol, tốt hơn nếu từ 30 đến 95% mol, và tốt hơn nữa nếu từ 60 đến 90% mol; và nhóm chức tạo ra anion với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 98% mol, tốt hơn nếu từ 5 đến 70% mol, và tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 40% mol; và nhóm chức không ion với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 50% mol và tốt hơn nếu từ 0,1 đến 5% mol.
3. Chế phẩm chất thơm được bao bọc theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polyampholyt cation là copolyme gồm dimetyldiallyl amoni clorua (DADMAC) với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 99% mol, tốt hơn nếu từ 30 đến 95% mol, và tốt hơn nữa nếu từ 60 đến 90% mol; và axit acrylic hoặc axit metacrylic với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 98% mol, tốt hơn nếu từ 5 đến 70% mol, và tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 40% mol; và acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 50% mol, tốt hơn nếu từ 0,1 đến 5% mol.
4. Chế phẩm chất thơm được bao bọc theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polyampholyt cation là copolyme gồm metacrylamidopropyl-trimetylamoni clorua (MAPTAC) với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 99% mol, tốt hơn nếu từ 30 đến 95% mol, và tốt hơn nữa nếu từ 60 đến 90% mol; và axit acrylic hoặc axit metacrylic với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 98% mol, tốt hơn nếu từ 5 đến 70% mol, và tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 40% mol; và acrylamit với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 50% mol, tốt hơn nếu từ 0,1 đến 5% mol.

5. Chế phẩm chất tẩy rửa lỏng không tạo huyền phù chứa chất hoạt động bề mặt anion và chế phẩm chất thơm được bao bọc theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4.

6. Chế phẩm chất tẩy rửa theo điểm 5, trong đó chế phẩm này chứa nước với lượng nhỏ hơn 20% khối lượng, tốt hơn nếu nhỏ hơn 10% khối lượng, và tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 5% khối lượng, được bọc trong túi tan trong nước hoặc túi phân tán trong nước.

7. Chế phẩm chất tẩy rửa theo điểm 5 hoặc 6, trong đó chế phẩm này có độ pH bằng 10 hoặc thấp hơn.

8. Phương pháp sản xuất chế phẩm chất thơm được bao bọc bao gồm ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino tích điện âm được phân tán trong môi trường phân tán theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

I) bao bọc ít nhất một giọt chứa chất thơm trong vỏ chứa nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang để tạo ra huyền phù đặc chứa thể phân tán của ít nhất một vi nang lõi-vỏ bằng chất dẻo amino tích điện âm; và

II) bổ sung vào huyền phù đặc này, đồng thời hoặc liên tiếp, polyampholyt cation, sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt, và chất liên kết ngang, trong các điều kiện nhờ đó sản phẩm ngưng tụ sơ bộ và chất liên kết ngang phản ứng để tạo ra chất nền của nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang quanh vi nang lõi-vỏ, trong chất nền này có gắn polyampholyt cation.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

I) trộn cùng nhau, ở nhiệt độ 35°C và ở độ pH 4,5, chất làm ổn định polyme; dầu chứa chất thơm; sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt, như sản phẩm ngưng tụ sơ bộ melamin-formaldehyt; và một chất liên kết ngang, như chất liên kết ngang diamin; trong nước và dưới lực cắt trung bình;

II) nhũ hóa hỗn hợp này để thu được phân bố kích cỡ giọt và khoảng kích cỡ giọt trung bình mong muốn;

III) tăng nhiệt độ lên trên 80°C trong thời gian 3 giờ để tạo ra vỏ nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang quanh các giọt, nhờ đó tạo ra huyền phù đặc của vi nang lõi-vỏ;

IV) ở độ pH 4,5, bổ sung liên tiếp hoặc đồng thời polyampholyt cation; sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt, như sản phẩm ngưng tụ sơ bộ melamin-formaldehyt; và chất liên kết ngang, như chất liên kết ngang diamin; và duy trì nhiệt độ trên 80°C trong thời gian 2 giờ, tạo ra chất nền của nhựa chất dẻo amino được liên kết ngang quanh các vi nang lõi-vỏ, trong chất nền này có gắn polyampholyt cation; và

V) làm nguội huyền phù đặc thu được.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó trong bước IV) polyampholyt cation được bổ sung trước tiên vào huyền phù đặc, trước khi bổ sung tiếp theo sản phẩm ngưng tụ sơ bộ amino-aldehyt và chất liên kết ngang.