



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0038728

(51)^{2020.01} C11D 3/50; B01J 13/14; B01J 13/22 (13) B

-
- (21) 1-2020-03525 (22) 18/12/2018
(86) PCT/EP2018/085569 18/12/2018 (87) WO 2019/121736 27/06/2019
(30) 1721584.9 21/12/2017 GB
(45) 26/02/2024 431 (43) 25/09/2020 390
(73) GIVAUDAN SA (CH)
Chemin de la Parfumerie 5, 1214 Vernier, Switzerland
(72) EL-HABNOUNI, Sarah (FR); HARRISON, Ian, Michael (GB).
(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Vàng (GINTASSET CO., LTD.)
-

(54) CHẾ PHẨM NƯỚC HOA ĐƯỢC BỌC NANG VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ
CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nước hoa được bọc nang bao gồm huyền phù đặc của vi nang lõi-vỏ trong môi trường tạo huyền phù, lõi bao gồm ít nhất một thành phần nước hoa, và vỏ bao gồm nhựa nhiệt rắn được tạo ra bởi phản ứng của các vật liệu tạo ra vỏ được chọn từ monome, chất tiền polyme và/hoặc chất tiền ngưng tụ, và trong đó chế phẩm nước hoa được bọc nang này bao gồm chất làm ổn định polyme mà là sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt polyme, và silan mà chứa nhóm chức có thể tạo ra các liên kết cộng hóa trị với vỏ. Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm nước hoa được bọc nang ở dạng thể phân tán của vi nang lõi-vỏ. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang, việc sử dụng chế phẩm này trong các sản phẩm tiêu dùng, cũng như các sản phẩm tiêu dùng chứa chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhu cầu về nước hoa được bọc nang trong tất cả các loại sản phẩm tiêu dùng, bao gồm sản phẩm chăm sóc cá nhân, sản phẩm chăm sóc gia đình, và cụ thể là sản phẩm chăm sóc đồ giặt tiếp tục phát triển. Kết quả là nhà sản xuất nước hoa được yêu cầu kết hợp vi nang chứa nước hoa trong các loại sản phẩm khác nhau và trong môi trường thách thức hơn nữa (ví dụ có tính ăn mòn hoặc chiết).

Nhu cầu tiêu dùng gia tăng này phản ánh tầm quan trọng gia tăng của mùi thơm của sản phẩm chăm sóc cá nhân, chăm sóc gia đình và chăm sóc vải với người tiêu dùng. Mùi thơm tạo ra dấu hiệu khứu giác mà tạo ấn tượng cho người tiêu dùng về tính mới và tính sạch, tiếp đó gia tăng độ tin cậy của người tiêu dùng về hiệu quả của các sản phẩm như vậy.

Có nhiều thời điểm trong đó người tiêu dùng sẽ tương tác với sản phẩm tiêu dùng trước, trong và sau trải nghiệm làm sạch hoặc xử lý. Trong trường hợp của sản phẩm giặt, để làm ví dụ, các thời điểm tương tác trong trải nghiệm giặt sẽ bao gồm trải nghiệm tính mới mà người tiêu dùng tiếp nhận khi mở đồ chứa sản phẩm chăm sóc vải; hoặc khi mở máy giặt hoặc máy sấy sau khi giặt ướt hoặc giặt khô; hoặc trải nghiệm tính mới kết hợp với việc là, gấp hoặc nói chung thao tác quần áo hoặc vải lạnh mới giặt. Nếu sản phẩm giặt có thể gây thích thú cho người tiêu dùng trong các thời điểm tương tác này, sản phẩm giặt này có thể giúp biến đổi công việc nặng nề thành trải nghiệm dễ chịu hơn, và tạo ra các giây phút dễ chịu mà thúc đẩy lòng trung thành với nhãn hiệu và khuyến khích việc mua lại sản phẩm.

Phương pháp vi bọc nang tạo ra khả năng kiểm soát sự giải phóng hương thơm theo không gian-thời gian trong trải nghiệm làm sạch hoặc xử lý, bởi vậy giúp tạo ra các lợi ích cho người tiêu dùng nêu trên.

Các môi trường bọc nang và các thành phần nước hoa khác nhau thích hợp để điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang đã được đề xuất trong giải pháp kỹ thuật đã biết.

Môi trường bọc nang được đề xuất trong giải pháp kỹ thuật đã biết bao gồm các nhựa tổng hợp được tạo ra từ polyamit, polyure, polyuretan, polyacrylat, nhựa dẫn xuất từ melamin, hoặc hỗn hợp của chúng; hoặc các polyme xuất hiện trong tự nhiên, như gelatin, tinh bột, và tương tự.

Đối với các vật liệu lõi thích hợp, theo nguyên lý, tất cả các thành phần nước hoa trên palet của nhà sản xuất nước hoa có thể được kết hợp với mức độ nào đó trong vi nang lõi-vỏ. Tuy nhiên, thường chấp nhận rằng các đặc tính lý-hóa nhất định của thành phần nước hoa, đặc biệt nhất là log P của nó, sẽ ảnh hưởng đến việc và mức độ mà có thể được bọc nang, và khi được bọc nang, xu hướng của nó còn lại trong lõi mà không có sự rò rỉ đáng kể trong quá trình bảo quản.

Trong khả năng của người điều chế có trình độ, sự lựa chọn khôn ngoan cả vật liệu vỏ lẫn vật liệu lõi có thể dẫn đến nước hoa được bọc vi nang mà là ổn định trong nhiều sản phẩm tiêu dùng, và có thể điều chỉnh sự giải phóng hương thơm theo thời gian, ít nhất với mức độ nào đó.

Tuy nhiên, cho dù sử dụng các vật liệu vỏ tương đối ổn định kết hợp với chế phẩm nước hoa được thiết kế tốt trong lõi, nhưng tuy nhiên người điều chế phải giải quyết cân bằng khó khăn giữa việc đảm bảo một mặt là các vi nang đủ chắc chắn để ổn định và không rò rỉ trong quá trình sản xuất và bảo quản, và mặt khác chúng có thể vỡ được một cách thích hợp để giải phóng chất chứa trong lõi với profin giải phóng mong muốn trong việc sử dụng qua các giai đoạn ướt và khô của hoạt động làm sạch hoặc xử lý.

Một biện pháp tạo điều kiện thuận lợi cho đặc tính nước hoa kéo dài là đảm bảo sự lắng phủ và giữ vi nang lõi-vỏ trên các nền được xử lý, như vải và nền chất

sùng. Vi nang mà không được rửa sạch dễ dàng khỏi nên được xử lý sẽ có thể tạo ra ấn tượng mùi dễ chịu qua một khoảng thời gian dài hơn.

Do vậy, nhiều nỗ lực đã được tiến hành để giải quyết vấn đề này và tạo ra vi nang mà lắng phủ và còn lại trên các bề mặt chất sùng sau khi rửa. Trong các nỗ lực này, các polyme đã được sử dụng chủ yếu dưới dạng chất trợ giúp lắng phủ. Ví dụ, WO 2015/041791 A1 mô tả vi nang được phủ bằng polyme trợ giúp lắng phủ, mà là polyme cation có điện tích cation nằm trong khoảng từ 0,005 meq/g đến 23 meq/g, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,01 meq/g đến 12 meq/g, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,1 meq/g đến 7 meq/g ở độ pH của chế phẩm trong đó các vi nang có mặt. WO 2016/177607 A1 mô tả vi nang polyure có polysacarit được liên kết cộng hóa trị với vỏ polyure. Polysacarit này được chọn từ nhóm gồm manan, glucomanan, xyloglucan, hydroxyalkyl xenluloza, dextran, glactomanan và hỗn hợp của chúng, và được yêu cầu cải thiện sự lắng phủ của các vi nang trên các nền được xử lý. Tuy nhiên, mặc dù các polyme này được dự định tăng cường sự lắng phủ và dính của các vi nang trên các nền khác nhau, nhưng sự tăng cường bất kỳ vẫn bị hạn chế trong các sản phẩm rửa sạch. Sự cải biến hoá học của vi nang để tăng cường sự lắng phủ dường như có giới hạn của nó. Hơn nữa, sự cải biến hóa học bất kỳ của vỏ có thể thay đổi tính chất của nó và tác động bất lợi đến độ ổn định chống rò rỉ.

Vẫn cần có công nghệ bọc nang cải tiến mà ổn định chống rò rỉ và hiệu quả hơn khi sử dụng, nhất là vì chúng tồn tại bền hơn trên các bề mặt được xử lý, như vải và bề mặt chất sùng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết

Khi xem xét các vấn đề của giải pháp kỹ thuật đã biết, người nộp đơn đã phát hiện ra rằng yếu tố đóng góp giải thích sự lắng phủ và giữ lại vi nang hạn chế trên các bề mặt được xử lý, đặc biệt trong điều kiện rửa sạch có liên quan đến cỡ hạt và độ đa phân tán của vi nang sử dụng trong chế phẩm nước hoa được bọc nang theo giải pháp kỹ thuật đã biết. Cụ thể hơn, vi nang lõi-vỏ thường được tạo ra từ nhũ tương dầu trong nước, trong đó các giọt nhỏ dầu phân tán có tác dụng như

khuôn mẫu quanh đó các vỏ nhựa được lắng phủ để tạo ra các huyền phù đặc của vi nang lõi-vỏ. Các nhũ tương như vậy, mà được làm ổn định bởi các chất làm ổn định polyme thông thường, thường là đa phân tán, dẫn đến tập hợp vi nang chứa lượng vi nang đáng kể mà quá lớn hoặc quá nhỏ để tạo ra sự lắng phủ và lưu giữ mong muốn của vi nang trên các bề mặt được xử lý, đặc biệt trong điều kiện rửa sạch.

Bất ngờ là người nộp đơn tìm ra các chất làm ổn định polyme mới và phương pháp tạo ra vi nang mà giúp kiểm soát độ đa phân tán trong tập hợp vi nang lõi-vỏ. Người nộp đơn cũng đã thấy rằng chế phẩm nước hoa được bọc nang được tạo ra bằng cách sử dụng các chất làm ổn định polyme mới tồn tại trên các bề mặt khi chúng được lắng phủ và thực hiện chức năng tốt trong các sản phẩm tiêu dùng so với chế phẩm nước hoa được bọc nang theo giải pháp kỹ thuật đã biết.

Hơn nữa, người nộp đơn thấy rằng các chất làm ổn định polyme mới là hiệu quả trong việc làm ổn định mặt phân cách dầu-nước vì vậy chúng giúp tạo ra nền tảng đặc biệt ổn định trên đó để lắng phủ không chỉ các hóa chất tạo vỏ hiện có, mà còn cả các hóa chất tạo vỏ mới, quanh giọt nhỏ dầu nước hoa để tạo ra chế phẩm nước hoa được bọc nang mới, tạo cho người điều chế phạm vi rộng hơn để thiết kế vi nang có nhóm chức bổ sung hoặc tính chất mong muốn, như vi nang mà không chứa aldehyt còn lại, cụ thể là formaldehyt.

Cách thức giải quyết vấn đề

Do vậy, theo khía cạnh thứ nhất sáng chế đề xuất chế phẩm nước hoa được bọc nang bao gồm ít nhất một vi nang lõi-vỏ được tạo huyền phù trong môi trường tạo huyền phù, trong đó ít nhất một vi nang lõi-vỏ này bao gồm lõi chứa ít nhất một thành phần nước hoa, và vỏ bao quanh hoặc bao quanh ít nhất một phần lõi, trong đó vỏ bao gồm nhựa nhiệt rắn được tạo ra bởi phản ứng của các vật liệu tạo ra vỏ được chọn từ các monome, chất tiền polyme và/hoặc chất tiền ngưng tụ, và trong đó chế phẩm nước hoa được bọc nang này bao gồm chất làm ổn định polyme mà là sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt polyme và silan chứa nhóm chức có thể tạo ra các liên kết cộng hóa trị với vỏ.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang nêu trên, phương pháp này bao gồm các bước:

I) tạo ra nhũ tương dầu trong nước bao gồm ít nhất một giọt nhỏ dầu chứa nước hoa được phân tán trong pha nước bên ngoài, và chất làm ổn định polyme; và

II) làm cho các vật liệu tạo ra vỏ có mặt trong nhũ tương dầu trong nước phản ứng và tạo ra ở mặt phân cách dầu-nước một vỏ nhựa nhiệt rắn bao quanh hoặc bao quanh ít nhất một phần ít nhất một giọt nhỏ dầu này.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất sản phẩm tiêu dùng, cụ thể là sản phẩm tiêu dùng thích hợp để sử dụng trong các ứng dụng rửa sạch, bao gồm chế phẩm nước hoa được bọc nang.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề xuất chất làm ổn định polyme, mà là sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt polyme, và silan chứa nhóm chức có thể tạo ra liên kết cộng hóa trị với vỏ của vi nang lõi-vỏ.

Theo khía cạnh thứ năm, sáng chế đề xuất việc sử dụng chất làm ổn định polyme trong việc điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang.

Theo khía cạnh thứ sáu, sáng chế đề xuất việc sử dụng chất làm ổn định polyme, trong việc điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang, để kiểm soát độ đa phân tán của vi nang lõi-vỏ, sao cho độ đa phân tán của vi nang lõi-vỏ khác biệt bởi biên độ nhỏ hơn 1,5, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1,3, vẫn tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1,2.

Theo các phương án cụ thể của khía cạnh bất kỳ theo sáng chế, chất làm ổn định polyme là copolyme được tạo ra bởi phản ứng của amino-silan và copolyme được thủy phân của anhydrit maleic.

Theo các phương án cụ thể của khía cạnh bất kỳ theo sáng chế, chất làm ổn định polyme được tạo ra tại chỗ trong quá trình điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang.

Theo các phương án cụ thể của khía cạnh bất kỳ theo sáng chế, vỏ của ít nhất một vi nang lõi-vỏ là nhựa bằng chất dẻo amin rắn nhiệt được tạo ra bởi phản ứng của amin đa nhóm chức và alken được hoạt hóa, và cụ thể hơn là melamin và este của axit (met)acrylic.

Theo các phương án cụ thể của khía cạnh bất kỳ theo sáng chế, vỏ của ít nhất một vi nang lõi-vỏ là vỏ polyure được tạo ra bởi phản ứng của amin đa nhóm chức và ít nhất một isoxyanat, cụ thể là hai isoxyanat khác nhau về mặt cấu trúc.

Theo các phương án cụ thể của khía cạnh bất kỳ theo sáng chế, chế phẩm nước hoa được bọc nang không chứa aldehyt, và cụ thể hơn là không chứa formaldehyt.

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

Mô tả chi tiết sáng chế

Vi nang lõi-vỏ thường thu được bằng cách tạo ra vỏ bọc nang quanh các giọt nhỏ dầu được phân tán trong pha nước ở dạng nhũ tương dầu trong nước. Nhũ tương dầu trong nước này thường được làm ổn định bởi các chất làm ổn định polyme, mà cũng có thể được gọi là keo bảo vệ hoặc chất nhũ hóa polyme, và thường là đa phân tán. Một cách đơn giản để xác định độ đa phân tán của nhũ tương để đo phân bố kích cỡ giọt nhỏ theo các phương pháp đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này, và tính biên độ của phân bố này, biên độ này được xác định bởi công thức (1)

$$\text{Biên độ} = [D_v(90) - D_v(10)] / D_v(50) \quad \text{Công thức (1)}$$

trong đó giá trị $D_v(10)$ là đường kính trung bình thể tích tại đó 10% tổng thể tích giọt nhỏ bao gồm các giọt có đường kính nhỏ hơn giá trị này, giá trị $D_v(50)$ là đường kính giọt nhỏ trung bình của phân bố thể tích và tương ứng với đường kính thể tích trung bình tại đó 50% tổng thể tích giọt nhỏ bao gồm các giọt có đường kính nhỏ hơn giá trị này, và giá trị $D_v(90)$ là đường kính tại đó 90% thể tích mẫu thử bao gồm các giọt nhỏ có đường kính nhỏ hơn giá trị này.

Kích cỡ vi nang và phân bố kích cỡ có thể được xác định theo cách đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Phương pháp cụ thể để đo cỡ hạt là tán xạ ánh sáng. Việc đo tán xạ ánh sáng có thể được tiến hành bằng cách sử dụng thiết bị Malvern Mastersizer 2000S và lý thuyết tán xạ Mie. Nguyên lý của lý thuyết Mie và cách tán xạ ánh sáng có thể được sử dụng để đo kích cỡ giọt nhỏ có thể được thấy trong, ví dụ H. C. van de Hulst, Light scattering by small particles. Dover, New York, 1981. Thông tin quan trọng cung cấp bởi tán xạ ánh sáng tĩnh là sự phụ thuộc vào góc của cường độ tán xạ ánh sáng, mà tiếp đó được liên kết với kích cỡ và hình dạng của giọt nhỏ. Tuy nhiên, theo phương pháp thực hiện chuẩn, kích cỡ khối cầu

có kích cỡ tương đương với kích cỡ của đối tượng nhiễu xạ, bất kể hình dạng của đối tượng này, được tính bởi phần mềm độc quyền Malvern được cung cấp theo thiết bị. Trong trường hợp mẫu thử đa phân tán, sự phụ thuộc vào góc của cường độ tán xạ tổng thể chứa thông tin về phân bố kích cỡ trong mẫu thử. Kết quả là biểu đồ thể hiện tổng thể tích giọt nhỏ thuộc một loại kích cỡ nhất định dưới dạng hàm của kích cỡ nang, trong khi số tùy chọn trong số 50 loại kích cỡ có thể được chọn. Bởi vậy, kích cỡ thu được được đề cập đến dưới dạng cỡ hạt trung bình thể tích.

Theo thử nghiệm, một vài giọt huyền phù đặc được bổ sung vào dòng tuần hoàn của nước đã loại khí chảy qua ô tán xạ. Trong điều kiện pha loãng như vậy, phân bố góc của cường độ tán xạ được đo và phân tích bằng phần mềm độc quyền Malvern được cung cấp theo thiết bị để cung cấp kích cỡ trung bình và phân bố kích cỡ của giọt nhỏ có trong mẫu thử. Trong trường hợp phân bố giọt nhỏ đơn dạng (đơn phân tán) phân vị $D_v(10)$, $D_v(50)$ và $D_v(90)$ được sử dụng dưới dạng đặc trưng của phân bố kích cỡ giọt nhỏ, trong khi $D_v(50)$ tương ứng với mức trung bình của phân bố và được lấy làm số đo kích cỡ trung bình thể tích của các vi nang.

Theo tính chất của quy trình bọc nang lõi-vỏ trên cơ sở mẫu nhũ tương dầu trong nước thì phân bố kích cỡ của các vi nang thu được khi kết thúc quy trình này gần giống phân bố kích cỡ của các giọt nhỏ trong nhũ tương. Vì vậy, việc giải quyết vấn đề độ đa phân tán ở mức nhũ tương là bước quyết định trong việc thu được vi nang có độ đa phân tán thấp.

Tuy nhiên các nỗ lực để tạo ra giọt nhỏ nhũ tương có độ đa phân tán thấp bằng cách sử dụng các phương pháp nhũ hóa chuẩn theo giải pháp kỹ thuật đã biết và chất hoạt động bề mặt/chất làm ổn định polyme đã gây thất vọng vì người nộp đơn thu được một cách hệ thống các phân bố kích cỡ giọt nhỏ quá rộng bằng cách sử dụng các phương pháp này. Người nộp đơn tin rằng, mặc dù không dự tính bị ràng buộc bởi lý thuyết, phân bố rộng này có thể là do các chất làm ổn định polyme thông thường không tạo ra độ ổn định đủ cho mặt phân cách dầu-nước.

Các ví dụ về các chất làm ổn định polyme thông thường được mô tả trong US 8119587 và bao gồm LUPASOL PA 140 và các copolyme này được tạo ra từ

phản ứng của các monome chưa bão hòa etylen và anhydrit maleic, như ZeMac E400.

Theo sáng chế, người nộp đơn đã phát hiện ra các chất làm ổn định polyme mới có khả năng nhũ hóa cao, cho phép các giọt dầu rất nhỏ được tạo ra với độ đa phân tán thấp ở tốc độ khuấy thấp. Hơn nữa, mặt phân cách dầu-nước tạo ra dường như tạo ra nền tảng rất ổn định quanh đó vỏ nhựa nhiệt rắn có thể được tạo ra.

Việc sử dụng chất làm ổn định polyme xác định ở đây cho phép sản xuất chế phẩm nước hoa được bọc nang bao gồm các vi nang lõi-vỏ mà cho thấy ít nhất một, và tốt hơn nếu tất cả các thuộc tính sau:

I) các vi nang được tạo ra với lượng nước hoa ít nhất 35% khối lượng, và cụ thể hơn ít nhất khoảng 40% khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của huyền phù đặc (tức là các vi nang + môi trường nước tạo huyền phù);

II) nước hoa có thể được bọc nang với hiệu suất bọc nang rất cao, ví dụ lớn hơn 90% khối lượng, và cụ thể hơn lớn hơn 95% khối lượng của vi nang là nước hoa được bọc nang;

III) các vi nang thể hiện cân bằng đặc tính ổn định-giải phóng mà tương đương với nang melamin-formaldehyt thông thường;

IV) các vi nang có cỡ hạt trung bình $D_v(50)$ bằng 30 micron hoặc nhỏ hơn, cụ thể hơn 20 micron hoặc nhỏ hơn, và có độ đa phân tán khác biệt bởi biên độ nhỏ hơn 1,5, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1,3, vẫn tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1,2. Vẫn hơn nữa, cỡ hạt và độ đa phân tán nêu trên có thể đạt được ở tốc độ khuấy từ thấp đến trung bình.

Đặc tính ổn định-giải phóng của vi nang có thể được đánh giá bằng cách thực hiện các đánh giá bằng khứu giác, như các đánh giá được mô tả trong ví dụ 6, dưới đây.

Cụm từ tốc độ khuấy thấp đến trung bình nghĩa là, ví dụ, nhỏ hơn 1000 vòng/phút, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 100 đến 1000 vòng/phút, vẫn cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 500 đến 700 vòng/phút, ví dụ 600 vòng/phút, đối với thùng có thể tích 1 L, được trang bị bộ khuấy thanh ngang với thanh dọc, và có tỷ lệ giữa đường kính bộ khuấy với đường kính thiết bị phản ứng bằng 0,7.

Thiết bị khuấy có thể bao gồm tuabin, bộ khuấy Mig, và tương tự. Tuy nhiên người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này dễ dàng hiểu rằng các điều kiện khuấy như vậy có thể thay đổi phụ thuộc vào kích cỡ của thiết bị phản ứng và thể tích của huyền phù đặc, vào hình dạng chính xác của bộ khuấy trên tỷ lệ giữa đường kính bộ khuấy với đường kính thiết bị phản ứng. Ví dụ, đối với bộ khuấy Mig có tỷ lệ giữa đường kính bộ khuấy với đường kính thiết bị phản ứng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 0,9 và thể tích huyền phù đặc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 8 tấn, tốc độ khuấy ưu tiên theo sáng chế nằm trong khoảng từ 150 vòng/phút đến 50 vòng/phút.

Đối với thuộc tính III), độ ổn định chống rò rỉ của vi nang lõi-vỏ có thể được đánh giá theo các phương pháp đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này. Phương pháp thông thường để đánh giá độ ổn định của vi nang đối với sự rò rỉ trong môi trường chiết được mô tả trong các ví dụ dưới đây.

Lượng vi nang cao và độ ổn định tốt cho phép điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang theo cách hiệu quả về mặt chi phí, mà có thể tạo ra các lợi ích nước hoa rất tốt. Cụ thể, các vi nang cho thấy khả năng phá vỡ tốt, mà đặc biệt có lợi trong các ứng dụng chăm sóc tóc khi đặc tính kết hợp sau tốt là thuộc tính đặc biệt mong muốn. Hơn nữa, khi tin rằng vi nang càng nhỏ lắng phủ với hiệu quả càng cao trên các bề mặt, như bề mặt của vải, thực tế là vi nang theo sáng chế có thể được tạo ra với cỡ hạt nhỏ và độ đa phân tán thấp đặc trưng được xem là đặc biệt có lợi.

Các chất làm ổn định polyme theo sáng chế làm ổn định các giọt nhỏ dầu phân tán, bằng cách đảm bảo rằng các giọt nhỏ được ngăn không cho kết tụ và vẫn lơ lửng tốt trong môi trường phân tán. Theo cách này, chất làm ổn định polyme giúp tạo ra nền tảng ổn định và linh hoạt trên đó các hóa chất tạo vỏ khác nhau có thể được lắng phủ trên giọt nhỏ dầu thơm để tạo ra vi nang lõi-vỏ.

Chất làm ổn định polyme theo sáng chế là sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt polyme và silan, silan này chứa nhóm chức mà có thể tạo ra liên kết cộng hóa trị với vật liệu vỏ. Theo cách này, chất làm ổn định polyme không chỉ có tác dụng như chất nhũ hóa trong việc điều chế nhũ tương ổn định, chất này cũng có

thể có tác dụng như chất liên kết cộng hóa trị để giúp kết dính vỏ với các giọt nhỏ dầu phân tán, dẫn đến vi nang lõi-vỏ có chất lượng tốt hơn. Sự chức hóa của chất làm ổn định polyme, sao cho nó có thể liên kết cộng hóa trị với vỏ, là dấu hiệu cụ thể của sáng chế.

Chất hoạt động bề mặt polyme đặc biệt thích hợp cho mục đích của sáng chế bao gồm copolyme, mà là sản phẩm phản ứng của anhydrit maleic và monome olefin, như etylen, iso-butylen hoặc styren. Ví dụ về copolyme như vậy bao gồm poly (etylen-co-anhydrit maleic), poly (isobutylen-co-anhydrit maleic) và poly (styren-co-anhydrit maleic). Copolyme đặc biệt ưu tiên là poly (etylen-co-anhydrit maleic), loại thương mại của nó có bán trên dưới tên thương mại ZeMac E400. Copolyme anhydrit maleic có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc theo cách khác hỗn hợp của các copolyme anhydrit maleic có thể được sử dụng.

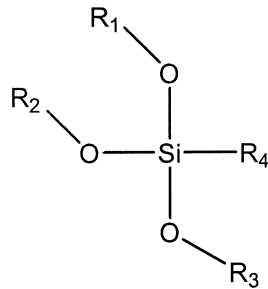
Copolyme anhydrit maleic có thể được sử dụng trong sáng chế ở dạng được thủy phân, trong khi anhydrit có thể ở dạng axit tự do của nó, hoặc muối của nó, hoặc hỗn hợp của chúng.

Nếu copolyme anhydrit maleic được sử dụng, đặc biệt ưu tiên nếu copolyme này được thủy phân sơ bộ trước khi được sử dụng trong quy trình nhũ hóa. Sự thủy phân có thể được thực hiện bằng cách hòa tan anhydrit maleic trong môi trường nước, tùy ý ở nhiệt độ nâng lên, ví dụ khoảng 85 đến 90°C, trong khoảng thời gian thích hợp. Thông thường 2 giờ là khoảng thời gian thích hợp để thực hiện sự thủy phân. Khi polyme được hòa tan trong các điều kiện này, độ pH của dung dịch thường thấp hơn 3, mà có thể là chỉ báo rằng sự thủy phân đã diễn ra. Hơn nữa, sự phân tích bằng kính quang phổ hồng ngoại chứng tỏ rằng các dải hấp thụ thông thường tương ứng với nhóm anhydrit đã biến mất.

Như nêu trên, copolyme anhydrit maleic ở dạng được thủy phân có thể được thể hiện dưới dạng axit tự do của nó, hoặc dạng muối của nó, hoặc hỗn hợp của axit tự do và muối. Lượng tương đối của axit tự do và dạng muối sẽ phụ thuộc vào độ pH của môi trường nước. Cụ thể hơn, copolyme anhydrit maleic được sử dụng trong dung dịch nước ở độ pH nằm trong khoảng từ 2 đến 7, cụ thể hơn từ 4 đến 5, trong đó copolyme anhydrit maleic cho thấy các tính chất nhũ hóa tối ưu.

Copolymer anhydrit maleic ở dạng được thủy phân có thể được giới thiệu dưới dạng hỗn hợp của dạng axit tự do và muối của nó với các ion đối hóa trị một, như các ion đối lithi, natri, kali hoặc amoni.

Silan dùng trong việc điều chế chất làm ổn định polymer có thể được chọn từ hợp chất có công thức I



Công thức I

trong đó R_1 , R_2 và R_3 độc lập là alkyl hoặc alken mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, cụ thể là methyl hoặc ethyl, và R_4 là alkyl hoặc alken mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nhóm chức có 1 đến 12, tốt hơn là 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Đặc biệt ưu tiên là aminosilan. Bởi vậy, nhóm chức có thể là amin, cụ thể là amin bậc nhất, amin bậc hai hoặc amin bậc ba.

Khi nhóm chức là amin bậc nhất, nhóm này có thể là amin bậc nhất đầu cuối. Khi đó tốt hơn nếu R_4 là nhóm aminoalkyl bậc nhất đầu cuối mạch thẳng có 1 đến 8, tốt hơn nữa là 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Các aminosilan đặc trưng loại này có thể được chọn từ nhóm gồm aminomethyltriethoxysilan, 2-aminoethyltriethoxysilan, 3-aminopropyltriethoxysilan, 4-aminobutyltriethoxysilan, 5-aminopentyltriethoxysilan, 6-aminohexyltriethoxysilan, 7-aminohptyltriethoxysilan và 8-aminooctyltriethoxysilan, tốt nhất là 3-aminopropyltriethoxysilan. Aminosilan và copolymer anhydrit maleic, mà phản ứng và tạo ra chất làm ổn định polymer có thể được kết hợp với các lượng thay đổi rộng. Tuy nhiên, ưu tiên nếu tỷ lệ khối lượng giữa chất hoạt động bề mặt polymer, và cụ thể hơn copolymer anhydrit maleic, với silan nằm trong khoảng từ 1/0,05 đến 1/1, cụ thể hơn từ khoảng 1/0,1 đến 1/0,7, vẫn cụ thể hơn là từ khoảng 1/0,3 đến 1/0,4, ví dụ 1/0,33.

Do các nhóm chức alkoxy có sẵn trên aminosilan, chất làm ổn định polymer không chỉ không chỉ có tác dụng như chất nhũ hóa trong việc điều chế nhũ tương

ổn định, chất này cũng có thể có tác dụng như chất liên kết cộng hóa trị để giúp kết dính vỏ với các giọt nhỏ dầu phân tán, dẫn đến vi nang lõi-vỏ có chất lượng tốt hơn.

Sự chức hóa chất làm ổn định polyme, sao cho có thể liên kết cộng hóa trị với vỏ, ví dụ, nhờ sự đa ngưng tụ các nhóm alkoxy silan là dấu hiệu cụ thể của sáng chế.

Theo phương pháp của sáng chế, vi nang được tạo ra khi vỏ nhựa được tạo ra, mà bao quanh hoặc bao quanh ít nhất một phần các giọt nhỏ nhũ tương.

Theo nguyên lý, hóa chất tạo vỏ bất kỳ có thể được tạo ra quanh các giọt nhỏ nước hoa mà được làm ổn định bằng chất làm ổn định polyme theo sáng chế. Hóa chất tạo vỏ có thể là nhựa thông thường, như melamin formaldehyt, ure formaldehyt, polyure, hoặc polyacrylat.

Theo các phương án cụ thể của sáng chế, vỏ có thể được tạo ra bởi sự đa ngưng tụ của chất tiền ngưng tụ amin đa nhóm chức với các aldehyt, và cụ thể của melamin được metylol hóa và formaldehyt.

Theo các phương án cụ thể của sáng chế, vỏ có thể được tạo ra bởi phản ứng của amin đa nhóm chức và ít nhất một isoxyanat, cụ thể là hai isoxyanat khác nhau về mặt cấu trúc.

Theo các phương án cụ thể khác, vỏ có thể được tạo ra bởi sự polyme hóa phát triển mạch bởi hóa chất gốc, và cụ thể là phản ứng của divinyl benzen (DVB) và axit (met)acrylic hoặc este của nó, như metyl metacrylat. Vi nang bao gồm vỏ nhựa nhiệt rắn gồm polyme DVB-co-metyl metacrylat tạo ra các phương án cụ thể của sáng chế.

Theo các phương án đặc biệt ưu tiên của sáng chế, vỏ có thể được tạo ra bởi phản ứng đa cộng của vật liệu tạo ra vỏ chứa các liên kết kép olefin được hoạt hóa, với vật liệu tạo ra vỏ chứa các nhóm chức ái nhân có thể phản ứng với các liên kết kép olefin được hoạt hóa.

Vật liệu tạo ra vỏ chứa các nhóm chức ái nhân có thể là hợp chất béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh, thơm, vòng béo, dị vòng, dị thơm, silan hữu cơ, hoặc hỗn hợp của hợp chất bất kỳ có cấu trúc nêu trên. Vật liệu có thể là monome, oligome

hoặc polyme. Các nhóm chức ái nhân có thể được chọn từ amino, và cụ thể là amino bậc nhất hoặc bậc hai, thiol, hydroxyl và imino. Các vật liệu tạo ra vỏ được đặc biệt ưu tiên là amin đa nhóm chức, được chọn từ amin béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh, hoặc dị vòng béo hoặc thơm được chứa nhóm chức amino. Vẫn cụ thể hơn, vật liệu tạo ra vỏ là dị vòng được thế di- hoặc tri-amino được chọn từ melamin (2,4,6-triamino-1,3,5-triazin), 3,5-diamino-1,2,4-triazol, 2,4-diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin, hoặc 6-metyl-1,3,5-triazin-2,4-diamin, 1,2-phenylendiamin, 1,3-phenylendiamin hoặc 1,4-phenylendiamin, hoặc hỗn hợp của chúng.

Polyimin cũng phản ứng với các liên kết kép olefin của monome tạo ra vỏ thứ nhất, và do đó cũng hữu dụng để điều chế vi nang theo sáng chế.

Vật liệu tạo ra vỏ chứa các liên kết kép olefin được hoạt hóa có thể là chất nhận Michael bất kỳ mà có thể phản ứng với vật liệu tạo ra vỏ chứa các liên kết kép olefin được hoạt hóa nêu trên. Chất nhận Michael có thể chứa liên kết kép olefin cùng với nhóm rút điện tử thích hợp bất kỳ, như nhóm nitril, keto, amido, hoặc este. Vật liệu tạo ra vỏ có thể là monome, oligome hoặc polyme. Các vật liệu tạo ra vỏ đặc biệt ưu tiên là acrylat hoặc amit có hai, ba, hoặc bốn nhóm chức, mặc dù acrylat đa nhóm chức được ưu tiên. Acrylat đa nhóm chức thích hợp là acrylat hai nhóm chức, và bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở este C₁-C₂₄-alkyl của axit acrylic và/hoặc axit metacrylic.

Theo các phương án cụ thể, monome tạo ra vỏ có thể được chọn từ pentaerytritol-tetraacrylat (PETA); pentaerytritol triacrylat (PETIA) 1,4-butandiol diacrylat (BDA-2); etylen glycol dimetacrylat (EDGMA); trimetylolpropan triacrylat (TMPTA); và hexan diol diacrylat (HDDA), ((2,4,6-trioxocyclohexan-1,3,5-triyl)tris(oxy))tris(etan-2,1-diyl) triacrylat (TOCTA), tris(2-acryloyloxyetyl) isoxyanurat, 1,3,5-triacryloylhexahydro-1,3,5-triazin (TAHHT), hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo các phương án ưu tiên của sáng chế, các monome tạo ra vỏ là amin đa nhóm chức được mô tả ở trên, và cụ thể là melamin; và chất nhận Michael như được mô tả ở trên, cụ thể hơn là acrylat đa nhóm chức. Cả amin đa nhóm chức lẫn acrylat đa nhóm chức phải có ít nhất hai nhóm chức, tức là, chúng phải chứa ít nhất

hai nhóm amino phản ứng hoặc ít nhất hai nhóm acrylat phản ứng tương ứng. Hơn nữa, ít nhất một trong số amin đa nhóm chức, hoặc acrylat đa nhóm chức phải có ít nhất ba nhóm chức để tạo ra mạng được liên kết ngang.

Theo các phương án ưu tiên của sáng chế, monome tạo ra vỏ được chọn từ amin đa nhóm chức, như melamin, 1,2-phenylendiamin, 1,3-phenylen diamin và 1,4-phenylenediamin, hoặc hỗn hợp của chúng, và acrylat đa nhóm chức, như tris(2-acryloyloxyethyl) isoxyanurat và 1,3,5-triacryloylhexahydro-1,3,5-triazin. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, tin rằng sự kết hợp của các chất bất kỳ trong số các amin đa nhóm chức cụ thể này và các acrylat đa nhóm chức cụ thể này là đặc biệt có lợi, vì chúng có thể tạo ra cấu trúc nhựa đẹt, và gần như là cấu trúc nhựa hai chiều.

Vi nang trên cơ sở hóa chất này có các thuộc tính nêu trên, và là đặc biệt có lợi vì chúng không chứa formaldehyt.

Theo quy trình của sáng chế, nếu muốn, lớp phủ chức năng có thể được áp dụng với vỏ nhựa nhiệt rắn của vi nang lõi-vỏ. Lớp phủ chức năng có thể phủ toàn bộ hoặc chỉ một phần vỏ vi nang. Cho dù lớp phủ chức năng được nạp điện hoặc không được nạp điện, mục đích chính của nó là thay đổi tính chất bề mặt của vi nang để đạt được tác dụng mong muốn, như để tăng cường sự lắng phủ của vi nang trên bề mặt được xử lý, như vải, da người, tóc, hoặc tương tự. Lớp phủ chức năng có thể được phủ sau vào vi nang đã được tạo ra, hoặc chúng có thể được kết hợp theo cách vật lý vào vỏ vi nang trong quá trình tạo ra vỏ. Chúng có thể được gắn vào vỏ bởi các lực vật lý, tương tác vật lý, như liên kết hydro, tương tác ion, tương tác kỵ nước, tương tác chuyên điện tử hoặc chúng có thể được liên kết cộng hóa trị với vỏ.

Nếu lớp phủ chức năng cần được gắn vào vỏ bởi sự kết hợp vật lý, cấu trúc hóa học của lớp phủ sẽ được quyết định ở mức độ nào đó bởi độ tương hợp của nó với hóa chất tạo vỏ, vì phải có sự kết hợp nào đó với vỏ vi nang.

Nếu lớp phủ chức năng cần được liên kết cộng hóa trị với vỏ, điều này có thể được tạo điều kiện thuận lợi bằng cách kết hợp vào vỏ các vật liệu mang các nhóm chức mà có thể phản ứng với vật liệu phủ.

Ví dụ, nếu vỏ của vi nang lõi vỏ được điều chế, như được mô tả ở đây, bằng cách sử dụng monome tạo vỏ (met)acrylat có hai, ba hoặc bốn nhóm chức, tiếp đó nhóm chức acrylat còn lại bất kỳ có trong vỏ được kết hợp với monome tạo vỏ acrylat mà không phản ứng với amin đa nhóm chức trong quá trình tạo vỏ, có thể phản ứng với vật liệu phủ để liên kết cộng hóa trị vật liệu phủ với vỏ.

Các vật liệu phủ thích hợp có thể được dựa trên các polysacarit, polypeptit, polycacbonat, polyeste, polyolefin (vinyl, acrylic, acrylamit, polydien), polyeste, polyete, polyuretan, poly-oxazolin, poly-amin, silicon, poly-phosphazin, hợp chất đa thiom, đa dị vòng và tương tự. Danh sách chi tiết hơn về các vật liệu phủ có thể được sử dụng để phủ các vi nang có thể được thấy trong tài liệu sáng chế, ví dụ EP 1797947, mà mô tả các vật liệu phủ có thể được sử dụng dưới dạng chất trợ giúp lắng phủ, được kết hợp ở đây để tham khảo.

Các vật liệu phủ đặc biệt ưu tiên có thể được chọn từ nhóm gồm polymetyl metacrylat, polydimethylaminoethylmetacrylat, polybutyl metacrylat, polydiallyldimethylamoni clorua, và hỗn hợp của chúng.

Nếu vật liệu phủ là polyme, vật liệu này có thể được tạo ra tại chỗ trong quy trình phủ bằng cách polyme hóa vật liệu phủ monome mà chứa các liên kết kép olefin. Cụ thể hơn, các monome thích hợp có thể được bổ sung vào huyền phù đặc của vi nang lõi-vỏ được tạo ra theo quy trình được mô tả ở đây và làm cho polyme hóa cũng như phản ứng với các nhóm chức acrylat còn lại nêu trên trong vỏ, để tạo ra vật liệu phủ polyme mà được liên kết cộng hóa trị với vỏ, và phủ ít nhất một phần vỏ.

Các monome thích hợp cho mục đích này bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở acrylat, như metyl metacrylat, butyl metacrylat, axit metacrylic, dimethylaminoethyl metymetacrylat (DMAEMA), và dialyldimethylamoni clorua (DADMAC).

Sáng chế sẽ được hiểu thêm dựa vào phần mô tả các quy trình điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang nêu trên, các quy trình này, cũng như chế phẩm nước hoa được bọc nang được tạo ra theo các quy trình này, là các khía cạnh bổ sung của sáng chế.

Theo một khía cạnh cụ thể, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra chế phẩm nước hoa được bọc nang được mô tả ở đây bao gồm ít nhất một vi nang lõi-vỏ được phân tán trong môi trường phân tán, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

I) tạo ra nhũ tương dầu trong nước bao gồm ít nhất một giọt nhỏ dầu chứa nước hoa được phân tán trong pha nước bên ngoài, với sự có mặt của chất làm ổn định polyme; và

II) làm cho các vật liệu tạo ra vỏ có trong nhũ tương dầu trong nước phản ứng và tạo ra ở mặt phân cách dầu-nước một vỏ nhựa nhiệt rắn bao quanh hoặc bao quanh ít nhất một phần ít nhất một giọt nhỏ dầu chứa nước hoa; và

III) tùy ý phủ ít nhất một phần vi nang lõi-vỏ bằng vật liệu phủ chức năng.

Trong việc thực hiện bước I), theo các phương án của sáng chế, chất làm ổn định polyme có thể được tạo ra tại chỗ, và cụ thể hơn trong hoặc sau bước nhũ hóa và trước bước bọc nang.

Việc tạo ra tại chỗ chất làm ổn định polyme được thực hiện bằng cách cho chất hoạt động bề mặt polyme và silan phản ứng cùng nhau, cả hai chất này được xác định ở trên.

Tốc độ khuấy thích hợp và hình dạng của thiết bị trộn có thể được chọn để thu được kích cỡ giọt nhỏ trung bình và phân bố kích cỡ giọt nhỏ mong muốn. Đặc trưng của sáng chế là chất làm ổn định polyme có khả năng hoạt động bề mặt đặc biệt cao và có thể thúc đẩy sự tạo ra giọt nhỏ dầu phân tán có kích cỡ giọt nhỏ và độ đa phân tán thấp mong muốn.

Đặc trưng của quy trình theo sáng chế là, trong bình một lít, có bộ khuấy thanh ngang có thanh dọc, và có tỷ lệ giữa đường kính bộ khuấy với đường kính thiết bị phản ứng khoảng 0,7 có, các vi nang có thể được tạo ra có cỡ hạt trung bình D(50) bằng 30 micron hoặc nhỏ hơn, cụ thể hơn 20 micron hoặc nhỏ hơn, và có biên độ độ đa phân tán nhỏ hơn 1,5, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1,3, vẫn tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1,2, ở tốc độ khuấy nhỏ hơn 1000 vòng/phút, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 100 đến 1000 vòng/phút, vẫn cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 500 đến 700 vòng/phút, ví dụ 600 vòng/phút bằng cách sử dụng tuabin, bộ khuấy thanh ngang với thanh dọc, như bộ khuấy Mig, hoặc tương tự. Tốt hơn nếu bộ khuấy Mig

được sử dụng vận hành ở tốc độ 600 ± 50 vòng/phút. Tuy nhiên người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ dễ dàng hiểu rằng các điều kiện khuấy như vậy có thể thay đổi phụ thuộc vào kích cỡ của thiết bị phản ứng và thể tích của huyền phù đặc, vào hình dạng chính xác của bộ khuấy trên tỷ lệ giữa đường kính bộ khuấy với đường kính đường kính thiết bị phản ứng. Ví dụ, đối với bộ khuấy Mig có tỷ lệ giữa đường kính bộ khuấy với đường kính thiết bị phản ứng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 0,9 và thể tích huyền phù đặc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 8 tấn, tốc độ khuấy ưu tiên trong phạm vi của sáng chế nằm trong khoảng từ 150 vòng/phút đến 50 vòng/phút.

Trong việc tạo ra nhũ tương dầu trong nước, copolyme anhydrit maleic được bổ sung vào pha nước bên ngoài, và aminosilan được trộn với pha dầu. Sự tách chúng là sự suy xét tối ưu hóa quy trình để kiểm soát tốc độ thủy phân của silan và đảm bảo rằng silan và copolyme anhydrit maleic phản ứng ở mặt phân cách dầu-nước theo kiểu tối ưu để tạo ra chất làm ổn định polyme tại chỗ. Nếu silan được thủy phân quá nhanh thì chất này có xu hướng tự ngưng tụ. Việc sử dụng silan trong pha dầu thúc đẩy phản ứng của nó với chất hoạt động bề mặt polyme ở mặt phân cách dầu-nước, hơn là trải qua sự tự ngưng tụ.

Để tạo ra các điều kiện phản ứng tối ưu để liên kết aminosilan và anhydrit maleic, độ pH của hỗn hợp được nâng lên nằm trong khoảng từ 3,5 đến 7, ví dụ 4,5 hoặc 6. Điều này có thể đạt được bằng cách bổ sung bazơ thích hợp. Với mục đích này, dung dịch pha loãng (20%) của amoniac là thích hợp, mặc dù các bazơ khác có thể được sử dụng, như natri hydroxit loãng. Toàn bộ quy trình có thể được thực hiện trong khoảng thời gian từ 1 giờ đến 3 giờ, cụ thể hơn 2 giờ \pm 0,5 giờ, và ở nhiệt độ môi trường, hoặc nhiệt độ nâng lên một chút, ví dụ $35 \pm 5^\circ\text{C}$. Chất làm ổn định polyme được tạo ra tại chỗ theo cách này sẽ được liên kết ở mặt phân cách dầu-nước để tạo ra ít nhất là lớp riêng phần quanh các giọt nhỏ dầu, làm ổn định chúng và ngăn ngừa sự kết tụ.

Các giọt nhỏ dầu phân tán được làm ổn định bằng chất làm ổn định polyme tạo ra các nền tảng linh hoạt trên đó các hóa chất tạo ra vỏ khác nhau có thể được lắng phủ để tạo ra vi nang lõi-vỏ mới.

Mặc dù nhiều hóa chất tạo ra vỏ khác nhau có thể được áp dụng với các giọt nhỏ dầu để tạo ra vi nang lõi-vỏ với nhiều hóa chất khác nhau, đối với mục đích minh họa thêm sáng chế thì các quy trình tạo ra hóa chất tạo ra vỏ ưu tiên được mô tả dưới đây.

Mỗi monome tạo ra vỏ có thể được bổ sung trước, trong hoặc sau khi tạo ra nhũ tương dầu trong nước. Hơn nữa, monome tạo ra vỏ có thể được bổ sung đồng thời, tách biệt hoặc liên tiếp vào hỗn hợp phản ứng.

Monome tạo ra vỏ trong nhũ tương dầu trong nước được làm cho phản ứng bằng cách điều chỉnh các điều kiện vật lý và/hoặc hóa học trong nhũ tương. Ví dụ, độ pH và nhiệt độ của nhũ tương dầu trong nước có thể được điều chỉnh. Phụ thuộc vào hóa chất được sử dụng, độ pH có thể được duy trì trong vùng axit, ví dụ nằm trong khoảng từ 2,5 đến 7, ví dụ $4 \pm 0,2$. Theo cách khác, độ pH có thể được nâng lên trên trung tính; ví dụ trong khoảng từ 7,5 đến 10, cụ thể hơn trong khoảng từ 8 đến 9, và vẫn cụ thể hơn $8,5 \pm 0,2$. Bước điều chỉnh độ pH có thể được thực hiện với sự bổ sung các lượng thích hợp của axit hoặc bazơ thích hợp, mà có thể ở dạng dung dịch loãng (ví dụ 10 hoặc 20%) của axit clohydric hoặc amoniac, nhưng các axit và bazơ khác có thể được sử dụng. Theo cách khác, sự tăng nhiệt độ thiết bị phản ứng có thể được sử dụng để bắt đầu phản ứng. Để tránh phản ứng sớm không mong muốn bất kỳ của monome tạo ra vỏ, đặc biệt ưu tiên nếu sự điều chỉnh độ pH và/hoặc sự tăng nhiệt độ diễn ra sau khi bổ sung monome tạo ra vỏ, như monome tạo ra vỏ chứa các liên kết kép olefin mà thường sẽ là acrylat đa nhóm chức.

Ngoài việc tăng độ pH của nhũ tương dầu trong nước, nhiệt độ của nhũ tương có thể được nâng lên đến nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 40°C đến 100°C, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 95°C, vẫn cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 70 đến 90°C, ví dụ $80 \pm 5^\circ\text{C}$. Việc gia nhiệt có thể được duy trì trong một khoảng thời gian đủ để ít nhất một phần làm cho monome tạo ra vỏ phản ứng ở mặt phân cách dầu-nước để tạo ra vỏ nhựa nhiệt rắn quanh các giọt nhỏ dầu phân tán, và nhờ đó tạo ra chế phẩm được bọc nang ở dạng huyền phù đặc của vi nang lõi-vỏ. Khoảng thời gian được duy trì ở nhiệt độ nâng lên này có thể nằm

trong khoảng từ 1 đến 10 giờ, cụ thể hơn từ 2 đến 6 giờ, vẫn cụ thể hơn từ 2,5 đến 4 giờ, ví dụ 3 giờ.

Thời gian cần thiết để đạt đến nhiệt độ phản ứng có thể thay đổi trong khoảng từ 15 phút đến hơn 2 giờ. Tốt hơn nếu thời gian cần thiết này là $1,5 \text{ giờ} \pm 0,5 \text{ giờ}$.

Theo quy trình được mô tả ở đây, vi nang có thể được tạo ra mà có sự lưu giữ tốt chất trong lõi của chúng, nhưng đúng hơn là cũng có thể vỡ. Theo cách này, các vi nang đủ chắc chắn để cho có mức rò rỉ thấp trong quá trình bao quản ngay cả trong môi trường chiết, nhưng trong ứng dụng thì một phần đáng kể có thể vỡ dễ dàng để giải phóng chất chứa trong lõi của chúng. Điều này đặc biệt có lợi trong các ứng dụng nước hoa được bọc nang, và cụ thể hơn nước hoa được bọc nang trong ứng dụng giặt.

Người nộp đơn tin rằng, mặc dù không dự định bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể, bằng cách vận hành trong các thông số quy trình được mô tả ở đây, bao gồm việc lựa chọn chất phản ứng, và cụ thể là sự kiểm soát tốc độ và/hoặc thời gian gia nhiệt theo cách được mô tả, có thể kiểm soát phản ứng của monome tạo ra vỏ và tạo ra vỏ nhựa tương đối mỏng và đồng nhất, vỏ này chống rò rỉ nhưng có thể vỡ chỉ bởi lực cắt từ nhẹ đến trung bình.

Sau khi tạo ra các vi nang, chế phẩm được bọc nang có thể được làm nguội đến nhiệt độ phòng. Tốt hơn nếu thời gian làm nguội ít nhất là một giờ, cụ thể hơn ít nhất 2 giờ, ví dụ $2,5 \text{ giờ} \pm 0,5 \text{ giờ}$. Với việc làm nguội chậm theo cách này thì tin rằng nhựa có thể còn sắp xếp lại chính nó bằng cách ủ, mà cũng có thể tác động đến tính đồng nhất của vỏ nhựa và do đó góp phần vào tính chất của các vi nang trong ứng dụng.

Trước, trong hoặc sau khi làm nguội, chế phẩm được bọc nang có thể được xử lý thêm. Việc xử lý thêm có thể bao gồm xử lý chế phẩm bằng một hoặc nhiều chất bảo quản kháng vi khuẩn, chất bảo quản này là đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này. Việc xử lý thêm cũng có thể bao gồm việc bổ sung chất trợ giúp tạo huyền phù, như chất trợ giúp tạo huyền phù keo nước để trợ giúp cho sự phân tán vật lý ổn định của các vi nang và ngăn ngừa sự lắng hoặc kết tụ hoặc bất cứ thứ gì.

Các chất phụ trợ bổ sung bất kỳ mà có thể được mong muốn hoặc thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật này cũng có thể được bổ sung ở thời điểm này.

Chế phẩm được bọc nang thu được, có mặt ở dạng huyền phù đặc của vi nang được tạo huyền phù trong môi trường tạo huyền phù chứa nước có thể được kết hợp như vậy trong chất nền sản phẩm tiêu dùng. Tuy nhiên, nếu muốn, huyền phù đặc có thể được khử nước để là chế phẩm được bọc nang ở dạng bột khô. Việc khử nước của huyền phù đặc vi nang là thông thường, và có thể được thực hiện theo các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, như sấy phun, bay hơi hoặc làm đông khô. Thường thường, như thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật này, vi nang đã sấy sẽ được phân tán hoặc được tạo huyền phù trong bột thích hợp, như silic oxit dạng bột hoặc tương tự, mà có thể có tác dụng như chất độn, chất trợ giúp chảy, hoặc tương tự. Bột thích hợp như vậy có thể được bổ sung vào chế phẩm được bọc nang trước, trong hoặc sau bước sấy.

Theo các phương án ưu tiên của sáng chế, các vật liệu tạo ra vỏ được chọn từ amin đa nhóm chức nêu trên, và cụ thể là melamin; và chất nhận Michael như được mô tả ở trên, và cụ thể hơn là acrylat đa nhóm chức. Cả polyamin lẫn acrylat đa nhóm chức phải có ít nhất hai nhóm chức, tức là, chúng phải chứa ít nhất hai nhóm amino phản ứng hoặc ít nhất hai nhóm acrylat phản ứng tương ứng. Hơn nữa, ít nhất một trong số polyamin, hoặc acrylat đa nhóm chức phải có ít nhất ba nhóm chức.

Trường hợp mà amin đa nhóm chức và acrylat đa nhóm chức được sử dụng dưới dạng monome tạo ra vỏ tạo nên quy trình cụ thể để tạo ra chế phẩm được bọc nang theo sáng chế, quy trình này bao gồm các bước:

tạo ra nhũ tương dầu trong nước bao gồm chất làm ổn định polyme, dầu chứa ít nhất một thành phần nước hoa, và pha nước ở độ pH nằm trong khoảng từ 3,5 đến 7, ví dụ 4,5 hoặc 6; tốt hơn nếu ở nhiệt độ nâng lên, cụ thể hơn $35 \pm 5^\circ\text{C}$;

duy trì nhũ tương này trong sự khuấy và ở nhiệt độ nêu trên trong thời gian lên đến khoảng 2 giờ hoặc lớn hơn, ví dụ 2 giờ $\pm 0,5$ giờ;

trong sự khuấy, bổ sung monome tạo ra vỏ bao gồm amin đa nhóm chức, cụ thể hơn là melamin 1,2-phenylendiamin, 1,3-phenylendiamin, hoặc 1,4-

phenylendiamin, hoặc hỗn hợp của chúng, và acrylat đa nhóm chức được chọn từ nhóm gồm ((2,4,6-trioxocyclohexan-1,3,5-triyl)tris(oxy))tris(etan-2,1-diyl) triacrylat, tris(2-acryloyloxyetyl) isoxyanurat, 1,3,5-triacryloylhexahydro-1,3,5-triazin, hoặc hỗn hợp của chúng, trong đó tốt hơn nếu acrylat đa nhóm chức được bổ sung trước khi bổ sung amin đa nhóm chức;

điều chỉnh độ pH của nhũ tương đến độ pH nằm trong khoảng từ 7,5 đến 10, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 8 đến 9, ví dụ $8,5 \pm 0,2$ bằng cách bổ sung bazơ, trong đó tốt hơn nếu sự điều chỉnh độ pH được thực hiện giữa bước bổ sung acrylat đa nhóm chức và amin đa nhóm chức;

gia nhiệt nhũ tương đến nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 50 đến 95°C, vẫn cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 70 đến 90°C, ví dụ $80 \pm 5^\circ\text{C}$, trong đó nhiệt độ được nâng lên đến nhiệt độ phản ứng qua khoảng thời gian từ 15 phút đến 2 giờ và lớn hơn, ví dụ 1,5 giờ \pm 0,5 giờ, trong đó bước gia nhiệt có thể được thực hiện trước, trong hoặc sau bước điều chỉnh độ pH;

duy trì nhũ tương này ở nhiệt độ phản ứng trong thời gian đủ để ít nhất một phần làm cho monome tạo ra vỏ phản ứng ở mặt phân cách dầu-nước để tạo ra vỏ nhựa được liên kết ngang quanh các giọt nhỏ dầu phân tán, nhờ đó tạo ra huyền phù đặc của vi nang lõi-vỏ, trong đó khoảng thời gian này có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 giờ, cụ thể hơn từ 2 đến 6 giờ, vẫn cụ thể hơn từ 2,5 đến 4 giờ, ví dụ 3 giờ;

làm nguội huyền phù đặc đến nhiệt độ phòng, ví dụ qua khoảng thời gian từ 15 phút đến 2 giờ và lớn hơn, ví dụ 2 giờ \pm 0,5 giờ;

tùy ý xử lý huyền phù đặc, trước, trong hoặc sau bước làm nguội, bằng cách bổ sung chất bảo quản kháng vi khuẩn, chất trợ giúp tạo huyền phù để trợ giúp cho sự phân tán ổn định của các vi nang trong huyền phù đặc, và chất phụ trợ khác bất kỳ mà có thể được mong muốn hoặc thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật này; và

tùy ý khử nước huyền phù đặc này để tạo ra chế phẩm được bọc nang ở dạng bột.

Đối với trình tự bổ sung monome tạo ra vỏ, monome tạo ra vỏ poly-acrylat có thể được bổ sung trước, trong hoặc sau khi tạo ra nhũ tương dầu trong nước, mặc dù ưu tiên nếu được bổ sung sau khi tạo ra nhũ tương này. Hơn nữa, ưu tiên nếu monome này được bổ sung sau khi bổ sung monome tạo ra vỏ amin đa nhóm chức.

Amin đa nhóm chức có thể được hòa tan trong pha nước hoặc sử dụng ở dạng rắn, và quy trình tạo ra vi nang và chế phẩm được bọc nang chứa chúng, trong đó amin đa nhóm chức được sử dụng ở dạng rắn là một phương án cụ thể của sáng chế. Người nộp đơn đã thấy việc sử dụng amin đa nhóm chức rắn là đặc biệt có lợi khi amin đa nhóm chức được sử dụng dưới dạng monome tạo ra vỏ là melamin. Bất ngờ là melamin ở dạng rắn có thể được sử dụng theo cách này. Tuy nhiên, không chỉ có thể thực hiện phản ứng đa cộng ở mặt phân cách dầu-nước với melamin ở dạng rắn, mà còn không phải hòa tan melamin, bước pha loãng không mong muốn và không thực tế trong công nghiệp có thể được tránh. Không dự định bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, tin rằng các hạt rắn của amin đa nhóm chức tan kém, như melamin, được hút thu hoặc hòa tan ở mặt phân cách dầu-nước và theo cách này sẽ có ở nơi có phản ứng đa cộng với monome tạo ra vỏ khác, và tiếp đó phản ứng diễn ra để dẫn động quy trình hút thu hoặc hòa tan amin đa nhóm chức ở mặt phân cách dầu-nước.

Amin đa nhóm chức ở dạng rắn có thể được sử dụng ở dạng bột, hoặc có thể được sử dụng dưới dạng thể phân tán rắn trong pha nước.

Nếu đã không được kết hợp trong nhũ tương dầu trong nước, monome tạo ra vỏ có thể được bổ sung vào nhũ tương dầu trong nước trong sự khuấy theo trình tự bổ sung nêu trên.

Theo một phương án cụ thể khác của sáng chế, monome tạo ra vỏ được chọn từ chất tiền ngưng tụ amin đa nhóm chức, cụ thể hơn chất tiền ngưng tụ melamin và ure với aldehyt, và cụ thể là formaldehyt. Phương pháp tạo ra vi nang trên cơ sở monome tạo ra vỏ như vậy gần giống phương pháp nêu trên đối với amin đa nhóm chức và acrylat đa nhóm chức, ngoại trừ (i) khoảng độ pH của phản ứng ở trong vùng axit trong trường hợp này, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 3 đến 6, ví dụ 4,4

$\pm 0,5$. Ngoài ra, theo phương án cụ thể này, chất tẩy tạp formaldehyt có thể được sử dụng để làm giảm mức formaldehyt trong huyền phù đặc cuối, trong đó chất tẩy tạp formaldehyt có thể được bổ sung trước, trong hoặc sau khi huyền phù đặc được làm nguội xuống đến nhiệt độ phòng.

Theo cách khác, hoặc ngoài ra, trong quá trình tạo ra vỏ nhựa nhiệt rắn, nếu muốn, monome acrylat có một nhóm chức có thể được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng. Theo cách này, monome acrylat có một nhóm chức sẽ được gắn trong vỏ khi vỏ đang trong quá trình được tạo ra. Mặc dù có thể bổ sung monome acrylat có một nhóm chức đồng thời với sự bổ sung melamin, nhưng tốt hơn nếu được bổ sung ở một thời điểm sau khi bổ sung melamin. Cụ thể hơn, monome acrylat có một nhóm chức này được bổ sung ở một thời điểm sau khi bổ sung melamin, và trước khi vỏ được tạo ra hoàn toàn.

Theo một phương án cụ thể khác của sáng chế, vỏ có thể được tạo ra bằng cách polyme hóa phát triển mạch bởi hóa chất gốc tự do, và cụ thể là phản ứng của divinyl benzen (DVB) và axit (met)acrylic hoặc este của nó, như metyl metacrylat. Vi nang bao gồm vỏ nhựa nhiệt rắn gồm polyme DVB-co-metyl metacrylat tạo ra các phương án cụ thể của sáng chế.

Phương pháp tạo ra vi nang dựa trên cơ chế polyme hóa gốc tự do như vậy là gần giống với phương pháp được mô tả ở trên đối với amin đa nhóm chức và acrylat đa nhóm chức, ngoại trừ (i) khoảng độ pH của phản ứng ở trong vùng axit trong trường hợp này, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 3 đến 6, ví dụ $4,4 \pm 0,5$, và (ii) sự polyme hóa gốc tự do được bắt đầu bởi chất khơi mào gốc. Chất khơi mào này có thể tan trong dầu, như hợp chất diazo và diaxyl peroxit, hoặc tan trong nước, như metal peroxodisulfat, kim loại peroxodiphosphat hoặc hydro peroxit. Theo một phương án cụ thể, cả chất khơi mào tan trong dầu lẫn chất khơi mào tan trong nước đều được sử dụng.

Trường hợp mà amin đa nhóm chức và isoxyanat được sử dụng dưới dạng monome tạo ra vỏ tạo thành quy trình cụ thể để tạo ra chế phẩm được bọc nang theo sáng chế. Quy trình này bao gồm các bước:

tạo ra nhũ tương dầu trong nước bao gồm chất làm ổn định polyme, dầu chứa ít nhất một thành phần nước hoa và pha nước;

bổ sung vào nhũ tương dầu trong nước này ít nhất một polyisoxyanat, cụ thể là bổ sung polyisoxyanat (A) và polyisoxyanat (B) mà khác với polyisoxyanat (A);

bổ sung vào nhũ tương dầu trong nước này ít nhất một amin đa nhóm chức;

thực hiện việc tạo ra vỏ quanh các giọt nhỏ của nhũ tương dầu trong nước để thu được thể phân tán của vi nang.

Nhũ tương dầu trong nước có thể được tạo ra ở độ pH nằm trong khoảng từ 3,5 đến 7, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 4,5 đến 6. Bước tạo ra này có thể được tiến hành ở nhiệt độ nâng lên, đặc biệt hơn là $35 \pm 5^\circ\text{C}$. Nhũ tương dầu trong nước có thể được duy trì tùy ý trong sự khuấy và ở nhiệt độ nêu trên trong khoảng thời gian lên đến 2 giờ hoặc lớn hơn, ví dụ $2 \text{ giờ} \pm 0,5 \text{ giờ}$.

Các isoxyanat hữu cơ là các hợp chất trong đó nhóm isoxyanat được liên kết với nhóm hữu cơ (R-N=C=O hoặc R-NCO). Trong phạm vi của sáng chế, polyisoxyanat (hoặc isoxyanat đa nhóm chức) là isoxyanat hữu cơ có hai hoặc nhiều (ví dụ 3, 4, 5, v.v.) nhóm isoxyanat trong một phân tử. Các polyisoxyanat thích hợp là, ví dụ, polyisoxyanat thơm, vòng béo hoặc béo.

Polyisoxyanat cải biến anion bao gồm ít nhất hai nhóm isoxyanat và ít nhất một nhóm chức mà là nhóm chức anion hoặc nhóm chức tạo anion. “Nhóm chức tạo anion” là nhóm mà có thể trở thành anion phụ thuộc vào môi trường hóa học, ví dụ độ pH. Các nhóm anion hoặc tạo anion thích hợp là, ví dụ, nhóm axit carboxylic, nhóm axit sulfonic, nhóm phosphonic và muối của chúng.

Polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể bao gồm một hoặc nhiều nhóm axit sulfonic hoặc muối của nó. Muối thích hợp có thể là muối natri, kali hoặc amoni. Muối amoni được ưu tiên.

Tốt hơn nếu polyisoxyanat được cải biến anion (A) được tạo ra bởi phản ứng của polyisoxyanat với axit 2-(xyclohexylamino)-etansulfonic và/hoặc axit 3-(xyclohexylamino)-propansulfonic.

Tốt hơn nữa nếu polyisoxyanat được cải biến anion (A) được tạo ra bởi phản ứng của polyisoxyanat với axit 2-(xyclohexylamino)-etansulfonic và/hoặc axit 3-

(cyclohexylamino)-propansulfonic, trong đó polyisoxyanat này được chọn từ hexametylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, 2,4- và 2,6-toluylen diisoxyanat và hỗn hợp isome của chúng, diphenylmetan diisoxyanat, biuret, alophanat và/hoặc isoxyanurat của các polyisoxyanat nêu trên.

Polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể được chọn trong mỗi trường hợp từ hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat được cải biến anion và hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn nếu polyisoxyanat được cải biến anion (A) có:

độ chức isoxyanat trung bình ít nhất là 1,8,

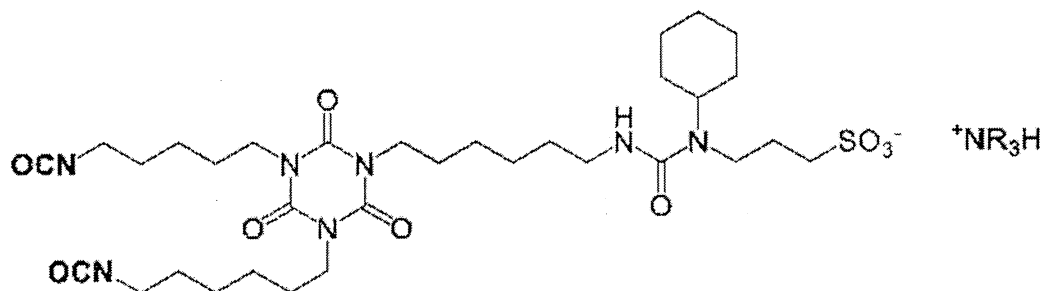
lượng nhóm isoxyanat (được tính dưới dạng NCO; khối lượng phân tử=42) nằm trong khoảng từ 4,0 đến 26,0% khối lượng,

lượng nhóm sulfonat (được tính dưới dạng SO₃; khối lượng phân tử=80) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 7,7% khối lượng và

tùy ý lượng đơn vị etylen oxit liên kết trong mạch polyete (được tính dưới dạng C₂H₂O; khối lượng phân tử=44) nằm trong khoảng từ 0 đến 19,5% khối lượng, trong đó mạch polyete chứa mức trung bình theo thống kê từ 5 đến 55 đơn vị etylen oxit.

Cụ thể, polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể được chọn từ hexametylen diisoxyanat được cải biến anion, hexametylen diisoxyanat được cải biến anion, isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat được cải biến anion và hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án đặc biệt ưu tiên, polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể có công thức II.



Công thức II

Công thức II thể hiện polyisoxyanat được cải biến anion có bán trên thị trường, mà là isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat được cải biến, được bán bởi Covestro dưới nhãn hiệu Bayhydur® XP2547.

Trong quy trình theo sáng chế, polyisoxyanat (B) có thể là polyisoxyanat không ion.

Polyisoxyanat không ion có thể được chọn từ nhóm gồm 1,6-diisoxyanatohexan, 1,5-diisoxyanato-2-metylpentan, 1,5-diisoxyanato-3-metylpentan, 1,4-diisoxyanato-2,3-dimetylbutan, 2-etyl-1,4-diisoxyanatobutan, 1,5-diisoxyanatopentan, 1,4-diisoxyanatobutan, 1,3-diisoxyanatopropan, 1,10-diisoxyanatodecan, 1,2-diisoxyanatoxyclo-butan, bis(4-isoxyanatoxyclohexyl)metan, 3,3,5-trimetyl-5-isoxyanatometyl-1-isoxyanatoxyclohexan, isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen 1,6 diisoxyanat (HDI), 4,4 diphenyl metan diisoxyanat được hydro hóa (HMDI).

Polyisoxyanat (B) cũng có thể là oligome không ion trên cơ sở các monome isoxyanat nêu trên, ví dụ như polyme đồng nhất của 1,6-diisoxyanatohexan. Tất cả các monome và oligome này được bán dưới tên thương mại Desmodur® bởi Covestro AG.

Tốt hơn nếu polyisoxyanat không ion (B) được chọn từ hexametylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, dixyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, 2,4- và 2,6 toluylen diisoxyanat và hỗn hợp isome của chúng, 2,4'- và 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat và hỗn hợp isome của chúng, xylylen diisoxyanat (ví dụ Desmodur® quix 175 được bán bởi Covestro), tùy ý dưới dạng sản phẩm cộng trimetylolpropan (TMP) (ví dụ có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu Takenate™ D-110N), biuret, alophanat và/hoặc isoxyanurat của các polyisoxyanat nêu trên hoặc hỗn hợp của chúng.

Polyisoxyanat không ion (B) có bán trên thị trường được ưu tiên là dixyclohexylmetan diisoxyanat, cụ thể là được bán bởi Covestro AG dưới nhãn hiệu Desmodur® W1.

Polyisoxyanat không ion (B) có bán trên thị trường được ưu tiên là hexametylen diisoxyanat, cụ thể là được bán bởi Covestro AG dưới nhãn hiệu Desmodur® N3200.

Polyisoxyanat không ion (B) có bán trên thị trường được ưu tiên là isophoron diisoxyanat, cụ thể là được bán bởi Covestro AG dưới nhãn hiệu Desmodur® Z.

Các polyisoxyanat này có ưu điểm là không thom và do đó bền vững hơn và ít có xu hướng oxy hóa, trong khi vẫn có độ phản ứng cao với polyamin và cấu trúc phân tử thích hợp để tạo ra nhựa bọc nang không thấm.

Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, polyisoxyanat được cải biến anion (A) được chọn từ hexametylen diisoxyanat được cải biến anion, isophoron diisoxyanat được cải biến anion, dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat được cải biến anion, isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat được cải biến anion và hỗn hợp của chúng và polyisoxyanat không ion (B) được chọn từ hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, dicyclohexylmetan-4,4' diisoxyanat, isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat và hỗn hợp của chúng.

Tỷ lệ khối lượng giữa polyisoxyanat được cải biến anion (A) với polyisoxyanat không ion (B) có thể nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:5 và cụ thể là nằm trong khoảng từ 1:2 đến 1:4. Các tỷ lệ khối lượng này tạo ra nhựa có tính không thấm cao nhất và do đó thích hợp nhất để bọc nang.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “amin đa nhóm chức” biểu thị amin bao gồm ít nhất hai nhóm có thể phản ứng với các nhóm NCO, trong đó ít nhất một trong số các nhóm có thể phản ứng với các nhóm NCO là nhóm amin bậc nhất hoặc nhóm amin bậc hai. Khi amin đa nhóm chức chứa chỉ một nhóm amin bậc nhất hoặc nhóm amin bậc hai, amin đa nhóm chức này sẽ chứa một hoặc nhiều nhóm chức bổ sung mà có thể phản ứng với các nhóm NCO trong phản ứng polyme hóa. Tốt hơn nếu các nhóm của amin đa nhóm chức mà phản ứng với các nhóm NCO được chọn từ nhóm hydroxyl và nhóm amin bậc nhất hoặc nhóm amin bậc hai. Phản ứng của các nhóm NCO với các nhóm amin dẫn đến tạo ra các nhóm ure.

Phản ứng của các nhóm NCO với nhóm OH dẫn đến tạo ra các nhóm uretan. Tuy nhiên, phản ứng với các nhóm OH thường yêu cầu chất xúc tác. Lượng amin đa nhóm chức, mà được đưa vào, thường với lượng dư mol so với lượng theo hệ số tỷ lượng cần thiết để chuyển hóa nhóm isoxyanat tự do.

Tốt hơn nếu amin đa nhóm chức được chọn từ diamin, triamin, tetramin, và amin đa nhóm chức bậc cao hơn, rượu amino, melamin, ure, hydrazin, polyamin polyme, và hỗn hợp của chúng.

Các diamin thích hợp là, ví dụ, 1,2-etylendiamin, 1,3-propylendiamin, 1,4-diaminobutan, 1,5-diaminopentan, 1,6-diaminohexan, 1,3-diamino-1-metylpropan, 1,4-diaminoxyclohexan, piperazin hoặc hỗn hợp của chúng.

Rượu amino thích hợp là, ví dụ, 2-aminoetanol, 2-(N-metylamino)etanol, 3-aminopropanol, 4-aminobutanol, 1-etylaminobutan-2-ol, 2-amino-2-metyl-1-propanol, 4-metyl-4-aminopentan-2-ol hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo nguyên lý, polyamin polyme thích hợp là polyme mạch thẳng hoặc mạch nhánh mà có ít nhất hai nhóm amin bậc nhất hoặc nhóm amin bậc hai. Ngoài ra, các polyme này có thể có các nhóm amino trong mạch polyme.

Tốt hơn nếu polyamin polyme được chọn từ polyalkylenamin, polyvinylamin, polyeteramin và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nữa nếu polyamin polyme được chọn từ polyalkylenimin, cụ thể là polyetylenimin.

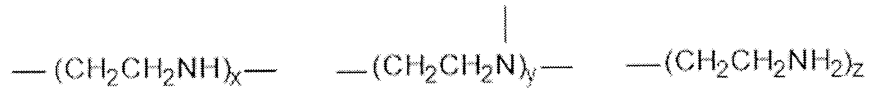
Ưu tiên là các polyamin polyme có khối lượng phân tử khối ít nhất là 300 g/mol. Ưu tiên hơn là các polyamin polyme có khối lượng phân tử khối nằm trong khoảng từ 500 đến 2000000 g/mol, cụ thể là từ 700 đến 1000000 g/mol, thậm chí cụ thể hơn là từ 800 đến 500000 g/mol.

Theo một phương án ưu tiên, amin đa nhóm chức bao gồm hoặc gồm ít nhất một polyetylenimin.

Polyetylenimin có thể là polyetylenimin mạch ngắn có công thức chung $H_2N(CH_2CH_2NH)_nH$, trong đó n là số nguyên > 1 ($n = 2$: dietylentriamin; $n = 3$: trietylentetramin; $n = 4$: tetraetylenpentamin). Các chất này đôi khi được gọi là polyetylenamin hoặc polyalkylenpolyamin. Polyetylenimin cũng có thể là polyetylenimin mạch dài.

Trong quy trình theo sáng chế sáng chế, tốt hơn nếu polyetylenimin có khối lượng phân tử ít nhất là 500 g/mol, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 600 đến 30000 hoặc 650 đến 25000 g/mol và cụ thể là từ 700 đến 10000 g/mol hoặc 850 đến 5000 g/mol, được sử dụng.

Amin đa nhóm chức có thể là polyetylenimin chứa các đơn vị lặp lại sau



trong đó

x nằm trong khoảng từ 8 đến 1500, tốt hơn nếu từ 10 đến 1000;

y nằm trong khoảng từ 0 đến 10, tốt hơn nếu từ 0 đến 5, đặc biệt là 0;

z là 2+y.

Có thể đạt được các kết quả tốt với các polyetylenimin này, cụ thể là đối với sự rò rỉ trong môi trường chiết.

Các polyetylenimin ưu tiên là polyetylenimin mạch thẳng, trong đó x nằm trong khoảng từ 8 đến 1500, y là 0 và z là 2.

Polyetylenimin có bán trên thị trường ưu tiên được bán bởi BASF SE dưới nhãn hiệu Lupasol®, cụ thể là Lupasol™ G100.

Ưu tiên là sử dụng các hợp chất polyetylenimin và isoxyanat với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:5, đặc biệt là 1:2 đến 1:3, hoặc theo tỷ lệ khối lượng khô nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:10, đặc biệt là 1:4 đến 1:6. Các tỷ lệ khối lượng này tạo ra nhựa có hiệu quả bọc nang cao nhất và do đó thích hợp nhất để bọc nang.

Việc tạo ra vỏ quanh các giọt nhỏ có thể được thực hiện bằng cách gia nhiệt. Bước này có thể được thực hiện ở nhiệt độ ít nhất là 50°C, tốt hơn nếu ít nhất 60°C, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 65°C đến 90°C, để đảm bảo tiến hành phản ứng đủ nhanh. Có thể ưu tiên tăng nhiệt độ liên tục hoặc theo giai đoạn (ví dụ trong mỗi trường hợp là 5°C) cho đến khi phản ứng cơ bản hoàn tất. Sau đó, thể phân tán có thể được làm nguội xuống đến nhiệt độ phòng.

Để tạo ra vỏ quanh các giọt nhỏ, độ pH của pha nước có thể được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 4 đến 8, tốt hơn nếu từ 5 đến 7, ví dụ khoảng 6. Độ pH có

thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng bazơ vô cơ, ví dụ dung dịch natri hydroxit, hoặc muối đệm cacbonat.

Thời gian phản ứng thường phụ thuộc vào tính chất của vật liệu tạo ra vỏ phản ứng, lượng vật liệu sử dụng, và nhiệt độ sử dụng. Khoảng thời gian để phản ứng nằm trong khoảng từ vài phút đến vài giờ. Thông thường, việc tạo ra vi nang được thực hiện trong khoảng từ gần 60 phút đến 6 giờ hoặc lên đến 8 giờ ở nhiệt độ nêu trên.

Vi nang được điều chế theo quy trình của sáng chế có thể được phủ bằng vật liệu phủ.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, vật liệu phủ có thể được liên kết cộng hóa trị với vỏ vi nang. Bước liên kết này có thể được thực hiện bằng cách xử lý vi nang lõi-vỏ bằng vật liệu phủ mà chứa các nhóm chức phản ứng với các nhóm chức có trong vỏ của vi nang lõi-vỏ, ví dụ như nhóm chức acrylat chưa phản ứng còn lại bất kỳ của monome tạo ra vỏ acrylat đa nhóm chức.

Như nêu trên, vật liệu phủ có thể là polyme được tạo ra trước, mà có thể được liên kết cộng hóa trị với vi nang vỏ. Theo cách khác, vật liệu phủ có thể là polyme mà được tạo ra tại chỗ bằng cách polyme hóa các monome thích hợp trong quá trình phủ.

Tốt hơn nếu vật liệu phủ được tạo ra từ các monome có thể polyme mà, khi hoạt hóa, có thể phản ứng với các nhóm chức acrylat còn lại có trong vi nang vỏ. Các monome có thể polyme cụ thể thích hợp để tạo ra vật liệu phủ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, acrylat hoặc metacrylat, như metyl metacrylat (MMA), dimethylaminoethyl metacrylat (DMAEMA), và butyl metacrylat (BMA), và hợp chất bậc bốn chứa nhóm olefin, như dialyldimethylamoni clorua (DADMAC).

Do vậy, theo một phương án cụ thể, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra vi nang và chế phẩm được bọc nang chứa vi nang, phương pháp này bao gồm các bước:

tạo ra huyền phù đặc vi nang theo quy trình được mô tả ở trên;

bổ sung monome có thể polyme hóa được vào huyền phù đặc này và làm cho monome này polyme hóa và phản ứng với các nhóm chức acrylat còn lại có trong

vỏ vi nang để tạo ra vật liệu phủ được liên kết cộng hóa trị với vỏ của vi nang lõi-vỏ.

Tốt hơn nếu việc tạo ra vật liệu phủ và liên kết nó với vi nang lõi-vỏ được thực hiện ở nhiệt độ nâng lên, ví dụ nằm trong khoảng từ 50°C đến 100°C, cụ thể hơn từ 55 đến 95°C, vẫn cụ thể hơn từ 60 đến 90°C, ví dụ 80 ±5°C. Phản ứng có thể được thực hiện qua khoảng thời gian từ 1 giờ đến 10 giờ, cụ thể hơn từ 2 giờ đến 8 giờ, vẫn cụ thể hơn từ 3 giờ đến 6 giờ. Phản ứng có thể được khơi mào bằng chất khơi mào gốc tự do như 2,2'-azobisisobutyronitril (AIBN), kali persulfat, benzoyl peroxit, hoặc chất khơi mào khác bất kỳ thích hợp cho mục đích này.

Vật liệu phủ có thể là polyme cation, cụ thể trong trường hợp mà vỏ của ít nhất một vi nang lõi-vỏ là vỏ polyure.

Trong phương pháp điều chế vi nang polyure nêu trên, polyme cation có thể được bổ sung trong quá trình tạo ra vỏ, trong trường hợp đó polyme có thể tham gia vào việc tạo ra vỏ và, ví dụ, bị bẫy theo cách vật lý trong vỏ hoặc được liên kết cộng hóa trị với vỏ. Polyme cation cũng có thể được bổ sung sau khi tạo ra vỏ, trong trường hợp đó polyme không tham gia vào việc tạo ra vỏ nhưng có thể lắng phủ trên bề mặt vỏ.

Các nhóm cation trong polyme cation có thể không phụ thuộc vào độ pH. Các nhóm cation trong polyme cation có thể là nhóm amoni thế bốn lần.

Polyme cation có thể thu được từ ít nhất một monome mang nhóm chức amoni thế bốn lần. Cụ thể, monome cation có thể được chọn từ nhóm gồm dimetylaminoethyl acrylat được thế bốn lần (ADAME), dimetylaminoethyl metacrylat được thế bốn lần (MADAME), dimetyldialyl amoni clorua (DADMAC), acrylamidopropyltrimetylamoni clorua (APTAC) và metacrylamidopropyltrimetylamoni clorua (MAPTAC).

Polyme cation có thể còn thu được bổ sung từ monome không ion được chọn từ nhóm gồm monome vinyl tan trong nước, cụ thể hơn acrylamit, metacrylamit, N-isopropylacrylamit, N,N-dimetylacrylamit, N-metylolacrylamit, N-vinylformamit, N-vinyl axetamit, N-vinylpyridin và/hoặc N-vinylpyrrolidon.

Theo cách khác, vật liệu phủ có thể là polyme lưỡng tính. Trong phạm vi của sáng chế, “polyme lưỡng tính” cần được hiểu là polyme bao gồm cả nhóm cation lẫn nhóm anion, hoặc bao gồm các nhóm có thể ion hóa tương ứng. Polyme lưỡng tính có thể bao gồm nhiều nhóm cation hơn so với nhóm anion hoặc nhóm mà có thể tạo ra anion, và như vậy, có thể có điện tích dương thực.

Polyme lưỡng tính có thể bao gồm các nhóm cation với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 99% mol và các nhóm anion hoặc nhóm có thể tạo ra anion với lượng từ 1 đến 99% mol. Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, polyme lưỡng tính bao gồm các nhóm cation với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 99% mol, cụ thể là từ 30 đến 95% mol, và cụ thể hơn từ 60 đến 90% mol, và các nhóm anion hoặc nhóm có thể tạo ra anion với lượng từ 1 đến 98% mol, cụ thể là từ 5 đến 70% mol, và cụ thể hơn từ 10 đến 40% mol.

Polyme lưỡng tính có thể là copolyme thu được từ monome cation hoặc monome có thể tạo ra cation, cụ thể là chứa ít nhất một nhóm amoni thế bốn lần, monome anion hoặc monome mà có thể tạo ra anion, cụ thể là trên cơ sở axit acrylic, axit metacrylic hoặc dẫn xuất của chúng, và tùy ý monome không ion. Các polyme như vậy tạo ra sự kết hợp tối ưu có thể tương thích với vỏ, có hiệu quả phân tán tốt, tính chất chảy tốt và ái lực tốt với các nền khác nhau nêu trên.

Polyme lưỡng tính có thể thu được từ monome được chọn từ nhóm gồm monome trên cơ sở acrylic, bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit maleic, axit fumaric và monome axit mạnh, ví dụ monome có nhóm chức loại axit sulfonic hoặc axit phosphonic như 2-axit acrylamido-2-metylpropan sulfonic, axit vinylsulfonic, axit vinylphosphonic, axit alylsulfonic, axit alylphosphonic, axit styren sulfonic. Monome trên cơ sở acrylic cũng có thể là muối tan trong nước bất kỳ của các monome này trong đó muối là muối của kim loại kiềm, kim loại kiềm thổ hoặc amoni. Monome trên cơ sở acrylic ưu tiên nhất là axit acrylic, axit metacrylic, hoặc muối tan trong nước của nó.

Theo một phương án cụ thể khác, copolyme lưỡng tính là copolyme của axit acrylic dimetyldialyl amoni clorua (DADMAC).

Polyme lưỡng tính có thể được điều chế bằng cách sử dụng phương pháp polyme hóa mà được biết rõ với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các phương pháp polyme hóa đã biết này bao gồm polyme hóa dung dịch, polyme hóa gel, polyme hóa kết tủa, polyme hóa nhũ tương ngược, polyme hóa nhũ tương nước, polyme hóa dung dịch và polyme hóa mixen.

Polyme lưỡng tính có thể được sử dụng trong chế phẩm có hương thơm được bọc nang theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 20% khối lượng, cụ thể hơn từ 2 đến 10% khối lượng, trên cơ sở khối lượng của chế phẩm.

Chế phẩm nước hoa được bọc nang được tạo ra theo sáng chế gồm huyền phù đặc của nang lõi-vỏ được tạo huyền phù trong môi trường tạo huyền phù chứa nước, mà có thể chứa một mức nang lõi-vỏ trên cơ sở khối lượng/khối lượng trong khoảng từ 20 đến 50% huyền phù đặc. Vẫn hơn nữa, nang lõi-vỏ có thể bao gồm dầu được bọc nang với lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 95% khối lượng và vỏ với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 20%.

Huyền phù đặc có thể được sử dụng trực tiếp dưới dạng chế phẩm nước hoa trong tất cả các kiểu sản phẩm tiêu dùng.

Theo cách khác, huyền phù đặc có thể được khử nước, bằng phương pháp bất kỳ trong số các phương pháp sấy đã biết, ví dụ bằng phương pháp sấy phun, để làm cho chế phẩm nước hoa được bọc nang ở dạng bột khô.

Vật liệu có hương thơm để sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế có thể được chọn từ các sản phẩm tự nhiên như tinh dầu, sản phẩm nguyên chất, chất giống nhựa, nhựa, bê tông và các thành phần nước hoa tổng hợp như các hydrocacbon, rượu, aldehyt, keton, ete, axit, axetal, ketal và nitril, bao gồm hợp chất bão hòa và hợp chất chưa bão hòa, hợp chất béo, hợp chất béo vòng và hợp chất dị vòng, hoặc tiền chất của chất bất kỳ nêu trên.

Ví dụ về các thành phần nước hoa ưu tiên là thành phần bất kỳ được chọn từ ADOXAL (2,6,10-trimetylundec-9-enal); AGRUMEX (2-(tert-butyl)cyclohexyl axetat); ALDEHYDE C 10 DECYLIC (decanal); ALDEHYDE C 11 MOA (2-metyldecanal); ALDEHYDE C 11 UNDECYLENIC (undec-10-enal); ALDEHYDE C 110 UNDECYLIC (undecanal); ALDEHYDE C 12 LAURIC

(dodecanal); ALDEHYDE C 12 MNA PURE (2-methylundecanal); ALDEHYDE ISO C 11 ((E)-undec-9-enal); ALDEHYDE MANDARINE 10%/TEC ((E)-dodec-2-enal); ALLYL AMYL GLYCOLATE (allyl 2-(isopentyloxy)acetate); ALLYL CYCLOHEXYL PROPIONATE (allyl 3-cyclohexylpropanoate); ALLYL OENANTHATE (allyl heptanoate); AMBER CORE (1-((2-(tert-butyl)cyclohexyl)oxy)butan-2-ol); AMBERMAX (1,3,4,5,6,7-hexahydro- β ,1,1,5,5-pentamethyl-2H-2,4a-methanonaphthalen-8-ethanol); AMYL SALICYLATE (pentyl 2-hydroxybenzoate); 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 ((etoxymethoxy)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 acetate); BUTYL BUTYRO LACTATE (1-butoxy-1-oxopropan-2-yl butyrate); BUTYL CYCLOHEXYL ACETATE PARA (4-(tert-butyl)cyclohexyl acetate); 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 acetate); CITRONELLYL FORMATE (3,7-dimethyloct-6-en-1-yl formate); CITRONELLYL NITRILE (3,7-dimethyloct-6-enitril); CITRONELLYL PROPIONATE (3,7-dimethyloct-6-en-1-yl propionate); CLONAL (dodecannitril); CORANOL (4-cyclohexyl-2-methylbutan-2-ol); COSMONE ((Z)-3-methylcyclotetradec-5-enone); CYCLAMEN ALDEHYDE (3-(4-isopropylphenyl)-2-methylpropanal); CYCLOGALBANATE (allyl 2-(cyclohexyloxy)acetate); CYCLOHEXYL SALICYLATE (cyclohexyl 2-hydroxybenzoate); CYCLOMYRAL (8,8-dimethyl-1,2,3,4,5,6,7,8-octahydronaphthalen-2-carbaldehyde); DAMASCENONE ((E)-1-

(2,6,6-trimetylxyclohexa-1,3-dien-1-yl)but-2-en-1-one); DAMASCONE ALPHA ((E)-1-(2,6,6-trimetylxyclohex-2-en-1-yl)but-2-en-1-on); DAMASCONE DELTA ((E)-1-(2,6,6-trimetylxyclohex-3-en-1-yl)but-2-en-1-on); DECENAL-4-TRANS ((E)-dec-4-enal); DELPHONE (2-pentylxyclopentanon); DIHYDRO ANETHOLE (este 1-(1-(3,3-dimetylxyclohexyl)etyl) 3-etyl của axit propandioic); DIHYDRO 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 butyrat); DIMETHYL OCTENONE (4,7-dimetyloct-6-en-3-on); DI METOL (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-trimetylxyclopent-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-trimetylxyclohexa-1,3-dien-1-cacboxylat); 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-metyldecannitrit); GALBANONE PURE (1-(3,3-dimetylxyclohex-1-en-1-yl)pent-4-en-1-on); GARDOCYCLENE ((3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahydro-1H-4,7-metanoinden-6-yl isobutyrat); 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 isobutyrat); GIVESCONE (etyl 2-etyl-6,6-dimetylxyclohex-2-encacboxylat); HABANOLIDE ((E)-oxaxyclohexadex-12-en-2-on); HEDIONE (metyl 3-oxo-2-pentylxyclopentanaxetat); HERBANATE ((2S)-etyl 3-isopropylbixyclo[2.2.1]hept-5-en-2-cacboxylat); HEXENYL-3-CIS BUTYRATE ((Z)-hex-3-en-1-yl butyrat); HEXYL CINNAMIC ALDEHYDE ((E)-2-benzylidenoctanal); HEXYL ISOBUTYRATE (hexyl isobutyrat); HEXYL SALICYLATE (hexyl 2-hydroxybenzoat); INDOFLOR (4,4a,5,9b-tetrahydroindeno[1,2-d][1,3]dioxin); IONONE BETA ((E)-4-(2,6,6-trimetylxyclohex-1-en-1-yl)but-3-en-2-on); IRISONE ALPHA ((E)-4-(2,6,6-trimetylxyclohex-2-en-1-yl)but-3-en-2-on); IRONE ALPHA ((E)-4-(2,5,6,6-tetrametylxyclohex-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); ISOXYCLOCITRAL (2,4,6-trimetylxyclohex-3-encarbaldehyt); ISONONYL ACETATE (3,5,5-trimetylhexyl axetat); ISOPROPYL METHYL-2-BUTYRATE (isopropyl 2-metyl butanoat); ISORALDEINE 70 ((E)-3-metyl-4-(2,6,6-trimetylxyclohex-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-dimetylxyclohex-3-en-1-yl)-5-metyl-1,3-dioxan); KOAVONE ((Z)-3,4,5,6,6-pentametylhept-3-en-2-on); LEAF ACETAL ((Z)-1-(1-etoxyetoxy)hex-3-en); LEMONILE ((2E,6Z)-3,7-dimetylnona-2,6-dienenitril); 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); MAHONIAL ((4E)-9-hydroxy-5,9-dimetyl-4-decenal); MALTYL ISOBUTYRATE (2-metyl-4-oxo-4H-pyran-3-yl isobutyrat); MANZANATE (etyl 2-metylpentanoat); MELONAL (2,6-dimetylhept-5-enal); MENTHOL (2-isopropyl-5-metylxyclohexanol); MENTHONE (2-isopropyl-5-metylxyclohexanon); METHYL CEDRYL KETONE (1-((1S,8aS)-1,4,4,6-tetrametyl-2,3,3a,4,5,8-hexahydro-1H-5,8a-metanoazulen-7-yl)etanon); METHYL

NONYL KETONE EXTRA (undecan-2-on); METHYL OCTYNE CARBONATE (metyl non-2-ynoat); METHYL PAMPLEMOUSSE (6,6-dimetoxy-2,5,5-trimetylhex-2-en); MYRALDENE (4-(4-metylpent-3-en-1-yl)xyclohex-3-encarbaldehyt); NECTARYL (2-(2-(4-metylxclohex-3-en-1-yl)propyl)xyclopentanon); NEOBERGAMATE FORTE (2-metyl-6-metylenoct-7-en-2-yl axetat); NEOFOLIONE ((E)-metyl 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-dimetylnonan-2-ol); NONENAL-6-CIS ((Z)-non-6-enal); NYMPHEAL (3-(4-isobutyl-2-metylphenyl)propanal); ORIVONE (4-(tert-pentyl)xyclohexanon); PARADISAMIDE (2-etyl-N-metyl-N-(m-tolyl)butanamit); PELARGENE (2-metyl-4-metylen-6-phenyltetrahydro-2H-pyran); PEONILE (2-xyclohexyliden-2-phenylaxetonitril); PETALIA (2-xyclohexyliden-2-(o-tolyl)axetonitril); PIVAROSE (2,2-dimetyl-2-pheyletyl propanoat); PRECYCLEMONE B (1-metyl-4-(4-metylpent-3-en-1-yl)xyclohex-3-encarbaldehyt); PYRALONE (6-(sec-butyl)quinolin); RADJANOL SUPER ((E)-2-etyl-4-(2,2,3-trimetylxclopent-3-en-1-yl)but-2-en-1-ol); RASPBERRY KETONE (N112) (4-(4-hydroxyphenyl)butan-2-on); RHUBAFURANE (2,2,5-trimetyl-5-pentylxyclopentanon); ROSACETOL (2,2,2-triclo-1-phenyletyl axetat); ROSALVA (dex-9-en-1-ol); ROSYFOLIA ((1-metyl-2-(5-metylhex-4-en-2-yl)xyclopropyl)-metanol); ROSYRANE SUPER (4-metylen-2-phenyltetrahydro-2H-pyran); SERENOLIDE (2-(1-(3,3-dimetylxclohexyl)etoxy)-2-metylpropyl xyclopropanocarboxylat); SILVIAL (3-(4-isobutylphenyl)-2-metylpropanal); SPIROGALBANONE (1-(spiro[4.5]dex-6-en-7-yl)pent-4-en-1-on); STEMONE ((E)-5-metylheptan-3-on oxim); SUPER MUGUET ((E)-6-etyl-3-metyloct-6-en-1-ol); SYLKOLIDE ((E)-2-((3,5-dimetylhex-3-en-2-yl)oxy)-2-metylpropyl xyclopropanocarboxylat); 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-metylxclohex-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-dimetylxclohexyl)pyridin); và hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án cụ thể khác, vi nang lõi-vỏ có thể bọc nang thành phần có hoạt tính mỹ phẩm ngoài hoặc thay vì các thành phần nước hoa. Tuy nhiên, hoạt chất mỹ phẩm có hệ số phân chia (ClogP) octanol/nước tính được bằng 1,5 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 3 hoặc lớn hơn. Tốt hơn nếu ClogP của hoạt chất mỹ phẩm nằm trong khoảng từ 2 đến 7.

Các hoạt chất mỹ phẩm đặc biệt hữu dụng có thể được chọn từ nhóm gồm chất làm mềm, hoạt chất làm mượt, hoạt chất hydrat hóa, hoạt chất làm dịu và làm yếu, hoạt chất trang trí, chất khử mùi, hoạt chất chống lão hóa, hoạt chất tháo khô, hoạt chất tạo mẫu lại, hoạt chất làm bằng da, chất bảo quản, chất chống oxy hóa, hoạt chất kháng khuẩn hoặc kìm hãm vi khuẩn, hoạt chất làm sạch, hoạt chất bôi trơn, hoạt chất tạo cấu trúc, hoạt chất dưỡng tóc, hoạt chất làm trắng, hoạt chất tạo bề mặt, hoạt chất làm mềm, hoạt chất trị gàu và hoạt chất chống bong da.

Các hoạt chất mỹ phẩm đặc biệt hữu dụng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở polyme kỵ nước, như alkyldimetylsiloxan, polymetylsilsesquioxan, polyetylen, polyisobutylen, styren-etylen-styren và copolyme khối styren-butylen-styren, và tương tự; dầu khoáng, như isoparafin được hydro hóa, dầu silicon và tương tự; dầu thực vật, như dầu argan, dầu jojoba, dầu lô hội, và tương tự; axit béo và rượu béo và este của chúng; glycolipit; phospholipit; sphingolipit, như ceramit; sterol và steroid; terpen, sesquiterpen, triterpen và dẫn xuất của chúng; tinh dầu, như tinh dầu kim sa, tinh dầu ngải cứu, tinh dầu vỏ quế, tinh dầu lá bạch dương, tinh dầu cúc vạn thọ, tinh dầu quế, tinh dầu hoa cúc tím, tinh dầu khuynh diệp, tinh dầu nhân sâm, tinh dầu táo ta, tinh dầu hướng dương, tinh dầu hoa nhài, tinh dầu hoa oải hương, tinh dầu hạt sen, tinh dầu tía tô, tinh dầu hương thảo, tinh dầu gỗ đàn hương, tinh dầu trà, tinh dầu cỏ xạ hương, tinh dầu nữ lang, tinh dầu ngải đắng, tinh dầu ngọc lan tây, tinh dầu ngọc giá và tương tự.

Theo một phương án, hoạt chất mỹ phẩm có thể được chọn từ nhóm gồm tinh dầu gỗ đàn hương, như tinh dầu lõi đàn hương, panthenyl triaxetat (CAS-số: 94089-18-6), tocopheryl axetat (CAS-số: 7695-91-2), tocopherol (CAS-số: 1406-66-2 / 10191-41-0 / 2074-53-5 / 59-02-9 / 148-03-8 / 119-13-1 / 54-28-4), naringinin (CAS-số: 480-41-1), etyl linoleat, farnesyl axetat, farnesol, xitronelyl metyl crotonat (CAS-số: 20770-40-5), ceramit-2 (1-stearoilyl-C18-sphingosine, CAS-số: 100403-19-8), và hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm được bọc nang theo sáng chế có thể được sử dụng làm hệ phân phối để phân phối thành phần có hoạt tính, như nước hoa để sử dụng trong tất cả các kiểu sản phẩm tiêu dùng. Thuật ngữ “sản phẩm tiêu dùng” đề cập cụ thể đến sản phẩm chăm sóc nhà cửa, sản phẩm chăm sóc hàng dệt hoặc sản phẩm chăm sóc cá nhân, như sản phẩm chăm sóc cơ thể và sản phẩm chăm sóc tóc.

Chế phẩm được bọc nang theo sáng chế được sử dụng đặc biệt hữu dụng dưới dạng phương tiện phân phối nước hoa trong các sản phẩm tiêu dùng mà yêu cầu rằng, để phân phối nước hoa một cách tối ưu, các vi nang dính tốt vào nền trên đó chúng được áp dụng. Các sản phẩm tiêu dùng như vậy bao gồm dầu gội và dầu xả, cũng như sản phẩm xử lý hàng dệt, như bột giặt và nước xả.

Dưới đây là một loạt các ví dụ dùng để minh họa thêm sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Điều chế vi nang melamin-acrylat không chứa formaldehyt

Trong ví dụ thứ nhất (Ví dụ 1.1), vi nang melamin-pentaerytritol tetraacrylat không chứa formaldehyt được điều chế bằng cách thực hiện các bước:

1) điều chế chế phẩm lõi chứa 3-aminopropyltriethoxysilan bằng cách trộn 0,5 g 3-aminopropyltriethoxysilan và 40 g chế phẩm có hương thơm;

2) nhũ hóa chế phẩm lõi thu được trong bước 1) trong hỗn hợp gồm 35 g nước và 15 g dung dịch nước ZeMac E400 ở 10% khối lượng (=1,5 g ZeMac E400 rắn), bằng cách sử dụng bộ khuấy thanh ngang với thanh dốc vận hành ở tốc độ khuấy 600 vòng/phút ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$;

3) điều chỉnh độ pH đến $4,4 \pm 0,2$ bằng 0,7 g dung dịch NH_3 20% trong nước và duy trì hệ ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 1 giờ trong khi duy trì việc khuấy như trong bước 2);

4) bổ sung 1,1 g melamin ở dạng bột và 2,9 g pentaerytritol tetraacrylat (PETA), và tiếp đó tăng độ pH đến $8,7 \pm 0,2$ bằng cách bổ sung $3,8 \pm 1$ g dung dịch NH_3 20% trong nước, trong khi duy trì việc khuấy như trong bước 2;

5) gia nhiệt hỗn hợp thu được trong bước 2 đến $80 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 1 giờ và duy trì nhiệt độ này và khuấy trong 3 giờ để thu được huyền phù đặc của vi nang;

6) làm nguội huyền phù đặc xuống đến nhiệt độ phòng trong thời gian 120 phút.

Lượng chất rắn của huyền phù đặc được đo bằng cách sử dụng cân bằng nhiệt vận hành ở 120°C . Lượng chất rắn này, được biểu thị dưới dạng tỷ lệ phần trăm khối lượng của huyền phù đặc ban đầu được lắng phủ ở cân bằng được lấy ở thời điểm mà ở đó tốc độ thay đổi khối lượng do khô đã giảm xuống dưới 0,1%/phút. Lượng chất rắn của ví dụ 1.1 là 45% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của huyền phù đặc. Hiệu suất bọc nang, được biểu thị dưới dạng tỷ lệ của chế phẩm có hương thơm được bọc nang chia cho lượng danh định của chế phẩm có hương thơm là 100%. Đường kính trung bình thể tích của nang là $D_v(50)=19 \mu\text{m}$.

Theo ví dụ khác (ví dụ 1.2), quy trình được thực hiện như đối với ví dụ 1.1, nhưng trong bước bổ sung 7), 1 g methyl metacrylat, 3 g dung dịch kali peroxodisulfat 4% trong nước và 0,2 g azoisobutyronitril (AIBN) được bổ sung vào huyền phù đặc thu được trong bước 5) và methyl metacrylat để polyme hóa bằng cách polyme hóa gốc tự do trong một giờ ở $80 \pm 5^\circ\text{C}$, và trong sự khuấy liên tục. Lượng chất rắn ở 120°C là 44,7% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của huyền phù đặc. Hiệu suất bọc nang là 98% và đường kính trung bình thể tích của nang là $D_v(50)=16 \mu\text{m}$.

Theo ví dụ khác (ví dụ 1.3), quy trình được thực hiện như trong ví dụ 1.1, nhưng 0,5 g poly(styren-co-anhydrit maleic) (PSMA), PSMA kết thúc bởi cumen, và 10 g dung dịch ZeMac E400 như được sử dụng trong bước 2). Lượng chất rắn ở

120°C là 45% khối lượng, so với huyền phù đặc, và đường kính trung bình thể tích của nang là $D_v(50)=12 \mu\text{m}$.

Trong ví dụ so sánh (ví dụ 1.4), 3-aminopropyltriethoxysilan được loại bỏ và ZeMac E400 được sử dụng dưới dạng chất nhũ hóa thông thường. Không thu được nang trong trường hợp này.

Ví dụ 2

Điều chế vi nang chất dẻo amin

Vi nang chất dẻo amin đã được điều chế bằng cách thực hiện các bước:

- 1) điều chế chế phẩm lõi chứa 3-aminopropyltriethoxysilan bằng cách trộn 0,5 g 3-aminopropyltriethoxysilan và 40 g chế phẩm có hương thơm;
- 2) nhũ hóa chế phẩm lõi thu được trong bước 1) trong hỗn hợp gồm 35 g nước và 1 g dung dịch nước ZeMac E400 ở 10% khối lượng (=1,5 g ZeMac E400 rắn), bằng cách sử dụng bộ khuấy thanh ngang với thanh dọc vận hành ở tốc độ khuấy 600 vòng/phút ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$;
- 3) điều chỉnh độ pH đến $4,4 \pm 0,2$ bằng 0,7 g dung dịch NH_3 20% trong nước và duy trì hệ ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 1 giờ, trong khi duy trì việc khuấy như trong bước 2);
- 4) bổ sung 1,65 g sản phẩm ngưng tụ trước melamin Luracoll SD và 1,04 g ure và duy trì nhiệt độ ở $35 \pm 2^\circ\text{C}$ trong một giờ nữa trong sự khuấy;
- 5) tăng nhiệt độ đến $88 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 1 giờ và tiếp đó duy trì nhiệt độ này và điều kiện khuấy trong một giờ nữa, để thu được huyền phù đặc của vi nang không được phủ.
- 6) bổ sung 1,65 g Luracoll SD và 3,8 g dung dịch etylen ure ở nồng độ 30% trong nước, duy trì nhiệt độ ở 88°C trong 10 phút nữa và tiếp đó làm nguội huyền phù đặc đến dưới 40°C và điều chỉnh độ pH của huyền phù đặc đến $7 \pm 0,5$ bằng 2,16 g dung dịch NaOH 10% khối lượng trong nước, để thu được huyền phù đặc của vi nang chất dẻo amin theo sáng chế (ví dụ 2.1).

Huyền phù đặc thu được trong ví dụ 2.1 khác biệt như được mô tả trong ví dụ 1. Lượng chất rắn của huyền phù đặc được tạo ra trong ví dụ 2.1 là 48% khối lượng. Hiệu suất bọc nang, biểu thị dưới dạng tỷ lệ của chế phẩm có hương thơm

được bọc nang chia cho lượng danh định của chế phẩm có hương thơm là 100%. Đường kính trung bình thể tích của nang là $Dv(50)=13 \mu\text{m}$.

Trong ví dụ so sánh (ví dụ 2.2), vi nang chất dẻo amin thông thường được điều chế theo WO 2017/001672 A1, ví dụ 1.

Ví dụ 3

Điều chế vi nang acrylat-co-divinylbenzen

Vi nang acrylat-co-divinylbenzen được điều chế bằng cách thực hiện các bước:

1) điều chế chế phẩm lõi chứa 3-aminopropyltriethoxysilan bằng cách trộn 0,56 g 3-aminopropyltriethoxysilan và 40 g chế phẩm có hương thơm;

2) nhũ hóa chế phẩm lõi thu được trong bước 1) trong hỗn hợp gồm 35 g nước và 15 g dung dịch nước ZeMac E400 ở 10% khối lượng (=1,5 g ZeMac E400 rắn), bằng cách sử dụng bộ khuấy thanh ngang với thanh dọc vận hành ở tốc độ khuấy 600 vòng/phút ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$, giờ trong khi duy trì việc khuấy;

3) điều chỉnh độ pH đến $4,4 \pm 0,2$ bằng 0,7 g dung dịch NH_3 20% trong nước và duy trì hệ ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 1 giờ;

4) bổ sung 1,72 g divinylbenzen, 0,98 g metyl metacrylat và 0,48 g azoisobutyronitril (AIBN) vào huyền phù đặc, tăng nhiệt độ đến $65^\circ \pm 5^\circ\text{C}$ và duy trì nhiệt độ này trong 3 giờ trong sự khuấy;

5) bổ sung 5,48 g kali peroxodisulfat 4% khối lượng trong nước và thiết lập nhiệt độ ở 85°C trong hai giờ nữa trong sự khuấy;

6) làm nguội huyền phù đặc xuống dưới 40°C và điều chỉnh độ pH của huyền phù đặc đến $7 \pm 0,5$ bằng dung dịch NaOH 10% khối lượng trong nước, để thu được huyền phù đặc của vi nang acrylat-co-divinylbenzen theo sáng chế (ví dụ 3.1).

Huyền phù đặc thu được trong ví dụ 3.1 khác biệt như được mô tả trong ví dụ 1. Lượng chất rắn của huyền phù đặc được tạo ra trong ví dụ 3.1 là 42% khối lượng. Hiệu suất bọc nang, biểu thị dưới dạng tỷ lệ của chế phẩm có hương thơm được bọc nang chia cho lượng danh định của chế phẩm có hương thơm là 97%. Đường kính trung bình thể tích của nang là $Dv(50)=10 \mu\text{m}$.

Trong ví dụ so sánh (ví dụ 3.2), quy trình của ví dụ 3.1 được lặp lại, nhưng 3-aminopropyltriethoxysilan được loại bỏ. Nang không được tạo ra trong trường hợp này.

Ví dụ 4

Điều chế vi nang trên cơ sở ure

Vi nang trên cơ sở ure được điều chế bằng cách thực hiện các bước:

1) điều chế chế phẩm lõi chứa 3-aminopropyltriethoxysilan bằng cách trộn 2,0 g 3-aminopropyltriethoxysilan và 300 g chế phẩm có hương thơm;

2) nhũ hóa chế phẩm lõi thu được trong bước 1) trong 556g dung dịch nước ZeMac E400 ở 3% khối lượng (=556 g ZeMac E400ZeMac E400 rắn) bằng cách sử dụng bộ khuấy cơ học ở 900 vòng/phút ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$;

3) điều chỉnh độ pH đến 6,0 bằng cách bổ sung dung dịch NaOH 10% khối lượng trong nước và duy trì việc khuấy hệ trong sự khuấy như trong bước 2) ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 1 giờ;

4) bổ sung 2 g isoxyanat phân tán được trong nước trên cơ sở hexametylen diisoxyanat (Bayhydur® XP2547, Covestro) và 22 g diisoxyanat 4,4 dicyclohexylmetandiyl (Desmodur® W1, Covestro) vào nhũ tương và duy trì việc khuấy hệ như trong các bước 2) và 3) ở nhiệt độ $35 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 30 phút;

5) bổ sung 8 g dung dịch polyetylenimin (Lupasol® G100, BASF) trong một bước và gia nhiệt hỗn hợp phản ứng dần đến 70°C trong 2 giờ;

6) bổ sung 12,5g dung dịch nước 40% khối lượng của copolyme của axit acrylic và dialyldimetylmoni clorua (Merquat 281, Lubrizol) và gia nhiệt thêm hỗn hợp phản ứng đến 85°C trong 2 giờ;

7) bổ sung 10 g dung dịch amoniac và 3 g hydroxyetylxenluloza (Natrosol™ 250HX, Ashland) và làm nguội hỗn hợp xuống nhiệt độ phòng.

8) điều chỉnh độ pH của huyền phù đến $4,0 \pm 0,2$ bằng dung dịch axit xitric (ví dụ 4.1).

Phân bố kích cỡ nang trung bình thể tích, thu được bằng cách đo tán xạ ánh sáng sử dụng thiết bị Malvern 2000S, là $Dv(50)=18 \mu\text{m}$ và $Dv(90)=27 \mu\text{m}$. Thế Zeta là +25 mV.

Ví dụ 5

So sánh cỡ hạt và phân bố cỡ hạt

Lượng chất rắn và phân bố cỡ hạt của các nang thu được trong các ví dụ 1 đến ví dụ 4, khi được đo bằng tán xạ ánh sáng sử dụng lý thuyết Mie, được nêu trong bảng dưới đây. Phân bố cỡ hạt được thể hiện bởi các giá trị Dv(10), Dv(50) và Dv(90) của nó, trong đó giá trị Dv(10) là đường kính tại đó 10% khối lượng mẫu thử bao gồm các nang có đường kính nhỏ hơn giá trị này, giá trị Dv(50) là đường kính nang trung bình và được xem là cỡ nang trung bình thể tích, và giá trị Dv(90) là đường kính tại đó 90% khối lượng mẫu thử bao gồm các nang có đường kính nhỏ hơn giá trị này. Biên độ được xác định dưới dạng $(Dv(90)-Dv(10))/Dv(50)$ và được xem là số đo thô của độ đa phân tán.

Bảng dưới đây cũng thể hiện phân bố kích cỡ của nhũ tương thu được bằng cách thực hiện chỉ bước 1) đến 3) của ví dụ 1, có 3-aminopropyltriethoxysilan (ví dụ 1,1) và không có 3-aminopropyltriethoxysilan (ví dụ 1.4).

Ví dụ	Lượng chất rắn [% khối lượng]	Dv(10) [μm]	Dv(50) [μm]	Dv(90) [μm]	Biên độ độ đa phân tán
Nhũ tương của ví dụ 1.1 có ZeMac E400/aminosilan trong chất nhũ hóa tại chỗ	25	9,8	15,2	23,3	1,5
Nhũ tương của ví dụ 1.4 (ví dụ so sánh) có ZeMac E400 dưới dạng chất nhũ hóa thông thường	6,1	4,6	19,1	44,6	2
Ví dụ 1.1	45	11,8	18,9	29,8	0,9
Ví dụ 1.2	44,7	9,3	15,7	26	1,1
Ví dụ 1.3	45	4	12	17	1,1
Ví dụ 1.4 (ví dụ so sánh) có ZeMac E400 dưới dạng chất nhũ hóa thông thường	2	-	-	-	-
Ví dụ 2.1	48	7,6	13,5	23	1,1
Ví dụ 2.2	42	3	18	32	1,6
Ví dụ 3.1	42	5,5	9,6	15,8	1,1
Ví dụ 3.2 (ví dụ so sánh) có ZeMac E400 dưới dạng chất nhũ hóa thông thường	0	-	-	-	-
Ví dụ 4.1	n.a.	5	18	27	1,2

n.a: không có

Như thấy rõ từ các giá trị biên độ, các vi nang thu được bằng cách thực hiện quy trình theo sáng chế, tức là sử dụng chất nhũ hóa mới mà được tổng hợp tại chỗ bằng cách cho 3-aminopropyltriethoxysilan phản ứng với ZeMac E400 hoặc PSMA, là đơn phân tán rõ rệt. Các vi nang tương tự về mặt hóa học có thể thu được với ZeMac E400 dưới dạng chất nhũ hóa thông thường (ví dụ 2.2), vi nang sau này là lớn hơn và đa phân tán hơn đáng kể. Tuy nhiên, như được thể hiện trên trong các ví dụ 1 và ví dụ 3, các hợp chất khác, như hợp chất melamin-acrylat hoặc hợp chất poly(divinyl benzen-co-metyl metacrylat) là không khả thi nếu chất nhũ hóa mới được thay thế bằng chất nhũ hóa thông thường.

Ví dụ này và các ví dụ 1 đến ví dụ 3 xác nhận tính ưu việt của các chất nhũ hóa Zemac và PSMA cải biến so với chất nhũ hóa ZeMac E400 không được cải biến thông thường.

Ví dụ 6

So sánh đặc tính khử giác của vi nang chất dẻo amin mới và thông thường

Vi nang theo sáng chế và vi nang thông thường được đánh giá trong chất nền bột giặt không có nước hoa độc quyền. 75 g chất nền này được sử dụng trong máy giặt cửa bên (dung tích 20 L, được nạp 1 kg vải bông xù); một chu trình giặt được thực hiện ở nhiệt độ 40°C, tiếp theo là sấy quay.

Đánh giá khử giác cọ xát trước được thực hiện trên vải giặt ướt ngay khi ra khỏi máy giặt và sau 4 giờ. Đối với sự đánh giá này, vải bông xù được thao tác cẩn thận để giảm thiểu nguy cơ vỡ các vi nang theo cách cơ học. Đánh giá khử giác cọ xát sau được thực hiện sau khi phơi khô trên dây vải bông xù trong 24 giờ ở nhiệt độ phòng. Đánh giá này được thực hiện bằng cách cọ xát nhẹ một phần vải bông xù lên phần khác của cùng một vải bông xù. Đặc tính khử giác (độ mạnh) đã được đánh giá bởi nhóm gồm 4 chuyên gia đánh giá trên thang điểm 1-5 (1 = ít có thể nhận thấy, 2 = yếu, 3 = trung bình 4 = mạnh và 5 = rất mạnh). Khi thích hợp, các bình luận chất lượng dựa trên hương mùi được nhận thấy được ghi lại.

	Độ mạnh ở t=0 (vải ướt)	Độ mạnh sau 2 giờ (vải ẩm)	Độ mạnh sau 24 giờ (cọ xát trước)	Độ mạnh sau 24 giờ (cọ xát sau)
Ví dụ 2.1	3,5	3	3	4
Ví dụ 2.2 (ví dụ so sánh)	2	1,5	2,5	4
Ví dụ 3.1	2,5	2	1	3
Ví dụ 3.2 (ví dụ so sánh)	1	0,5	1	1,5
Ví dụ 4.1	3,5	3	2,5	4

Kết quả thể hiện rằng vi nang trên cơ sở nhựa amin và vi nang trên cơ sở ure theo sáng chế tạo ra sự giải phóng nước hoa tăng cường trên vải ướt và vải ẩm, so với vi nang trên cơ sở nhựa amin và vi nang trên cơ sở ure thông thường, trong khi duy trì đặc tính cọ xát trước và cọ xát sau tương đương trên vải khô.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nước hoa được bọc nang chứa ít nhất một vi nang lõi-vỏ được tạo huyền phù trong môi trường tạo huyền phù, trong đó ít nhất một vi nang lõi-vỏ này chứa lõi chứa ít nhất một thành phần nước hoa, và vỏ bao quanh hoặc bao quanh ít nhất một phần lõi, trong đó vỏ này chứa nhựa nhiệt rắn được tạo ra bởi phản ứng của các vật liệu tạo ra vỏ được chọn từ nhóm bao gồm các monome, chất tiền polyme và chất tiền ngưng tụ, và trong đó chế phẩm nước hoa được bọc nang chứa chất làm ổn định polyme mà là sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt polyme và silan chứa nhóm chức có thể tạo ra các liên kết cộng hóa trị với vỏ.
2. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, trong đó chất làm ổn định polyme là sản phẩm phản ứng của aminosilan, và copolyme của hợp chất không được thể etylen và anhydrit maleic.
3. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, trong đó chất làm ổn định polyme là sản phẩm phản ứng của 3-aminopropyltriethoxysilan, và ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm poly(etylen-co-anhydrit maleic) và poly(styren-co-anhydrit maleic).
4. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, trong đó vỏ là nhựa nhiệt rắn được tạo ra bởi sự đa ngưng tụ của amin đa nhóm chức được alkyl hóa và aldehyt.
5. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, trong đó vỏ là nhựa nhiệt rắn được tạo ra bởi phản ứng của amin đa nhóm chức và acrylat đa nhóm chức.
6. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 5, trong đó amin đa nhóm chức được chọn từ nhóm bao gồm etylen diamin, bis(2-aminoetyl)amin, melamin, 3,5-diamino-1,2,4-triazol, 2,4-diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin, 6-metyl-1,3,5-triazin-2,4-diamin, 1,2-phenylendiamin, 1,3-phenylendiamin hoặc 1,4-phenylendiamin và hỗn hợp của chúng.
7. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 5, trong đó acrylat đa nhóm chức được chọn từ nhóm bao gồm pentaerytritol-tetraacrylat, pentaerytritol triacrylat,

1,4-butandiol diacrylat, etylen glycol dimetacrylat, trimetylolpropan triacrylat, hexan diol diacrylat, ((2,4,6-trioxocyclohexan-1,3,5-triyl)tris(oxy))tris(etan-2,1-diyl) triacrylat, tris(2-acryloyloxyetyl) isoxyanurat, 1,3,5-triacryloylhexahydro-1,3,5-triazin và hỗn hợp của chúng.

8. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, trong đó vỏ là nhựa nhiệt rắn được tạo ra bởi phản ứng của amin đa nhóm chức và ít nhất một isoxyanat.

9. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, trong đó ít nhất một vi nang lõi-vỏ được phủ ít nhất một phần bằng vật liệu phủ chức năng.

10. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 9, trong đó vật liệu phủ chức năng được liên kết cộng hóa trị với vỏ của ít nhất một vi nang lõi-vỏ.

11. Chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 9, trong đó vật liệu phủ chức năng là polymethylmetacrylat.

12. Phương pháp điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, phương pháp này bao gồm các bước:

a) tạo ra nhũ tương dầu trong nước chứa ít nhất một giọt nhỏ dầu chứa nước hoa được phân tán trong pha nước bên ngoài, với sự có mặt của chất làm ổn định polyme mà là sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt polyme và silan chứa nhóm chức có thể tạo ra các liên kết cộng hóa trị với vỏ; và

b) làm cho các vật liệu tạo ra vỏ có trong nhũ tương dầu trong nước phản ứng và tạo ra ở mặt phân cách dầu-nước một vỏ nhựa nhiệt rắn bao quanh hoặc bao quanh ít nhất một phần ít nhất một giọt nhỏ dầu này.

13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó chất làm ổn định polyme được tạo ra tại chỗ.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó việc tạo ra chất làm ổn định polyme tại chỗ được thực hiện bởi phản ứng của amino-silan và chất hoạt động bề mặt polyme

mà là copolyme của hợp chất không được thế etylen và anhydrit maleic, có trong nhũ tương dầu trong nước.

15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó phương pháp này bao gồm bước bổ sung:

c) phủ ít nhất một phần vi nang lõi-vỏ bằng vật liệu phủ chức năng.

16. Phương pháp điều chế chế phẩm nước hoa được bọc nang theo điểm 1, phương pháp này bao gồm các bước:

a) tạo ra nhũ tương dầu trong nước chứa ít nhất một giọt nhỏ dầu chứa nước hoa được phân tán trong pha nước bên ngoài, với sự có mặt của chất làm ổn định polyme mà là sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt polyme và silan chứa nhóm chức có thể tạo ra các liên kết cộng hóa trị với vỏ;

b) làm cho các vật liệu tạo ra vỏ có trong nhũ tương dầu trong nước phản ứng và tạo ra ở mặt phân cách dầu-nước một vỏ nhựa nhiệt rắn bao bọc lấy ít nhất một giọt nhỏ dầu này.