



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

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

(11)



1-0039230

(51)^{2020.01} A61Q 13/00; A61K 8/11; A61K 8/84

(13) B

(21) 1-2020-04996

(22) 06/03/2019

(86) PCT/EP2019/055484 06/03/2019

(87) WO2019/174978 19/09/2019

(30) 1804038.6 14/03/2018 GB

(45) 25/03/2024 432

(43) 25/11/2020 392A

(73) GIVAUDAN SA (CH)

Chemin de la Parfumerie 5, 1214 Vernier, Switzerland

(72) EL-HABNOUNI, Sarah (FR); AUSSANT, Emmanuel (FR); BOCOKIC, Vladica (RS); GUINEBRETIERE, Sandra (FR); ROBERT, Florent (FR).

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

(54) QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM THƠM ĐƯỢC BAO NANG, CHẾ PHẨM THƠM ĐƯỢC BAO NANG THU ĐƯỢC BẰNG QUY TRÌNH NÀY VÀ SẢN PHẨM TIÊU DÙNG CHỨA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm thơm được bao nang. Chế phẩm này chứa nhiều vi nang được phân tán trong môi trường phân tán. Các vi nang bao gồm lớp nhân và lớp vỏ bao quanh nhân này. Quy trình theo sáng chế bao gồm các bước lần lượt như sau:

- Tạo ra pha nước (I) chứa ít nhất một hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A);
- Tạo ra pha hữu cơ (II) chứa ít nhất một thành phần thơm;
- Trộn lẫn pha nước (I) và pha hữu cơ (II) để thu được hỗn hợp;
- Tạo ra nhũ tương chứa các giọt nhỏ của pha hữu cơ (II) trong pha nước liên tục (I);
- Cho thêm ít nhất một amin đa chức;
- Tiến hành tạo ra lớp vỏ bao quanh các giọt nhỏ được tạo ra trong bước d) để thu được hệ phân tán của các vi nang.

Quy trình này còn bao gồm bước bổ sung là cho thêm hợp chất polyisoxyanat (B), hợp chất này khác với hợp chất polyisoxyanat (A).

Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm thơm được bao nang thu được bằng quy trình nêu trên và sản phẩm tiêu dùng chứa chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm thơm được bao nang sử dụng hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion làm chất trợ phân tán trong quy trình này và chế phẩm thơm được bao nang thu được bằng quy trình này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Phương pháp sử dụng chất thơm được bao nang trong các sản phẩm tiêu dùng như sản phẩm chăm sóc gia đình, sản phẩm chăm sóc cơ thể và chăm sóc vải là đã biết. Các vi nang là đặc biệt thích hợp cho mục đích này. Thông thường, vi nang bao gồm lớp nhân và lớp vỏ bao quanh nhân này, trong đó lớp nhân chứa ít nhất một thành phần thơm và lớp vỏ có tính không thấm hoặc không thấm một phần đối với lớp nhân. Các vi nang thường có đường kính trung bình theo thể tích nằm trong khoảng từ 0,1µm đến 1000µm. Nhiều loại vật liệu lớp vỏ để tạo ra các vi nang này là đã biết. Tùy thuộc vào loại vật liệu tạo lớp vỏ và quy trình tạo ra, các vi nang được tạo ra trong mỗi trường hợp sẽ có các đặc tính khác nhau, như đường kính, sự phân bố kích thước, các tính chất lý học và/hoặc hóa học.

Các chế phẩm thơm được bao nang với nhiều nguyên nhân khác nhau. Các vi nang có thể tách ra và bảo vệ thành phần thơm khỏi bị tác động bởi môi trường huyền phù bên ngoài, như chất nền của sản phẩm tiêu dùng mà trong đó chúng có thể không tương hợp hoặc không ổn định. Chúng cũng được sử dụng để hỗ trợ quá trình lắng đọng các thành phần thơm lên chất nền, như bề mặt da, tóc, bề mặt vải hoặc bề mặt cứng. Các vi nang cũng có thể có tác dụng làm phương tiện để kiểm soát sự giải phóng chất thơm trong không khí.

Các vi nang dạng vỏ-nhân polyure thu được bằng cách cho các hợp chất isoxyanat phản ứng với amin là đã được biết rõ trong lĩnh vực này. Chẳng hạn, Công bố đơn quốc tế số WO 2011/160733 A1 mô tả quy trình tạo ra các vi nang, trong đó lớp vỏ nang thu được bằng phản ứng của hai hợp chất isoxyanat có cấu trúc khác nhau ở dạng nhũ tương.

Mặc dù các vi nang này có hiệu quả trong việc giải phóng chất thơm đã được chứng minh, quá trình sản xuất chúng vẫn cần nhiều tài nguyên, không chỉ đối với các nguyên liệu cần thiết mà còn liên quan đến thiết bị sản xuất và nhân công. Theo quan điểm về mặt sinh thái, mức tiêu thụ tài nguyên tương đối cao này cũng không phải là lựa chọn tối ưu.

Nhược điểm khác của các vi nang polyure nêu trên là ở chỗ chúng vẫn có sự khuếch tán vào môi trường bên ngoài ở mức tương đối cao.

Do đó, vấn đề cơ bản mà sáng chế cần giải quyết là khắc phục các nhược điểm nêu trên của các giải pháp đã biết.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để khắc phục vấn đề nêu trên, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm thơm được bao nang, quy trình này được vận hành đơn giản hơn và hiệu quả hơn. Ngoài ra, quy trình này cần phải không đắt tiền và ổn định. Liên quan đến các đặc tính của các vi nang khi sử dụng, chúng cần được tạo ra có các đặc tính tương đương hoặc thậm chí tốt hơn so với các vi nang đã biết. Cụ thể, các vi nang này cần phải có mức độ khuếch tán vào môi trường bên ngoài giảm đi.

Các vấn đề nêu trên được giải quyết bằng quy trình điều chế chế phẩm thơm được bao nang theo sáng chế. Chế phẩm này chứa nhiều vi nang được phân tán trong môi trường phân tán. Các vi nang bao gồm lớp nhân và lớp vỏ bao quanh nhân này. Quy trình theo sáng chế bao gồm các bước lần lượt sau đây:

- a) Tạo ra pha nước (I) chứa ít nhất một hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A);
- b) Tạo ra pha hữu cơ (II) chứa ít nhất một thành phần thơm;
- c) Trộn lẫn pha nước (I) và pha hữu cơ (II) để thu được hỗn hợp;
- d) Tạo ra nhũ tương chứa các giọt nhỏ của pha hữu cơ (II) trong pha nước liên tục (I);
- e) Cho thêm ít nhất một amin đa chức;
- f) Tiến hành tạo ra lớp vỏ bao quanh các giọt nhỏ được tạo ra trong bước d) để thu được hệ phân tán của các vi nang.

Quy trình nêu trên còn bao gồm bước bổ sung:

- Cho thêm hợp chất polyisoxyanat (B), hợp chất này khác với hợp chất

polyisoxyanat (A).

Quy trình đã nêu trên đây cho phép cho thêm hợp chất polyisoxyanat (A) cũng như hợp chất polyisoxyanat (B) trực tiếp vào hệ phản ứng, nghĩa là không cần tạo ra hỗn hợp với pha hữu cơ (II) từ trước. Do đó, quy trình theo sáng chế được vận hành đơn giản hơn và hữu hiệu hơn, cụ thể là về chi phí, so với các quy trình đã biết trong lĩnh vực này. Cụ thể, quy trình theo sáng chế có thể được tiến hành chỉ trong một bình trộn. Không cần các bình bổ sung để tạo ra hỗn hợp sơ bộ của các hợp chất polyisoxyanat với pha hữu cơ (II). Đặc biệt là trong sản xuất công nghiệp, đây là ưu điểm đáng kể do tránh được sự chiếm không gian và làm sạch của thiết bị sản xuất. Điều này dẫn đến công suất sản xuất cao hơn và khả năng ổn định tốt hơn, trong khi chi phí sản xuất được giảm đi.

Ngoài ra, trong ngữ cảnh của sáng chế, đã phát hiện được rằng hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể có tác dụng làm chất trợ phân tán. Các chất trợ phân tán có tác dụng đảm bảo rằng nhũ tương chứa các giọt nhỏ của pha hữu cơ (II) trong pha nước liên tục (I) được tạo ra, pha này thích hợp để tạo ra lớp vỏ bao quanh các giọt nhỏ để tạo ra viên nang mong muốn. Khi có các chất trợ phân tán, một số thông số được kiểm soát như tính ổn định của nhũ tương và kích thước của các giọt nhỏ. Chúng cũng đảm bảo rằng các chất tham gia phản ứng để tạo ra lớp vỏ có mặt ở mặt phân cách pha với nồng độ cao. Các chất trợ phân tán cũng ngăn ngừa sự kết khối với nhau (sự kết tụ, sự đông tụ, sự keo tụ) của các thành phần được nhũ hóa, tạo huyền phù hoặc phân tán.

Nói chung, trong quy trình theo sáng chế, không cần chất trợ phân tán bổ sung, đây là ưu điểm khác. Tuy nhiên, để tránh hiểu nhầm, cần lưu ý rằng trong quy trình này, chất trợ phân tán bổ sung khác với hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể được thêm vào, như được bàn luận thêm dưới đây. Ngay cả khi chất trợ phân tán bổ sung được sử dụng kết hợp với hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A), vẫn có ưu điểm nữa là lượng của chất này có thể được giảm đi.

Đã phát hiện được rằng các vi nang được tạo ra theo sáng chế có đặc tính tương đương hoặc thậm chí cao hơn so với các vi nang đã biết khi sử dụng, cụ thể là về đặc tính khuếch tán và giải phóng chất thơm.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong ngữ cảnh của sáng chế, thuật ngữ “pha nước” cần được hiểu là phần đồng nhất, liên tục của hệ không đồng nhất (ví dụ, hỗn hợp thu được trong bước c), nhũ tương được tạo ra trong bước d) hoặc hệ phân tán được tạo ra trong bước f)) có nước hoặc hỗn hợp của nước với ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước làm dung môi.

Pha nước (I) có thể có độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 12, tốt hơn là từ 7 đến 10, ví dụ, khoảng 8 hoặc 9. Độ pH có thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng bazơ vô cơ, ví dụ, dung dịch natri hydroxit, hoặc các muối đệm cacbonat.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, thuật ngữ “pha hữu cơ” cần được hiểu là một phần của hệ không đồng nhất không trộn lẫn được với nước, và cụ thể là với pha nước. Pha hữu cơ (II) thường ở dạng lỏng. Tốt hơn là pha hữu cơ (II) không chứa hoặc chỉ chứa một lượng nhỏ các thành phần chất rắn. Trong ngữ cảnh của sáng chế, lượng nhỏ có nghĩa là lượng thành phần chất rắn tối đa bằng 5% trọng lượng, tốt hơn là tối đa bằng 1% trọng lượng, tốt hơn nữa là tối đa bằng 0,1% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của pha hữu cơ (II). Cụ thể, pha hữu cơ (II) không chứa các thành phần chất rắn. Pha hữu cơ (II) thường gồm các thành phần chỉ có độ tan hạn chế trong nước. Pha này bao gồm các thành phần kỵ nước, các thành phần này là chất lỏng trong điều kiện bao nang và hỗn hợp của các thành phần kỵ nước, trong đó hỗn hợp này là chất lỏng trong điều kiện bao nang.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, pha hữu cơ (II) không chứa hoặc chỉ chứa một lượng nhỏ polyisoxyanat. Trong bản mô tả này, cụm từ “lượng nhỏ polyisoxyanat” có nghĩa là tổng lượng của các hợp chất polyisoxyanat bất kỳ tối đa bằng 5% trọng lượng, tốt hơn là tối đa bằng 1% trọng lượng, tốt hơn nữa là tối đa bằng 0,1% trọng lượng, đặc biệt tốt hơn là tối đa bằng 0,01% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của pha hữu cơ (II). Cụ thể, pha hữu cơ (II) không chứa polyisoxyanat.

Trong bước d), nhũ tương được tạo ra chứa các giọt nhỏ của pha hữu cơ (II) trong pha nước liên tục (I). Để tạo ra nhũ tương ổn định, tốt hơn là cho thêm pha hữu cơ (II) lên trên pha nước (I).

Pha nước (I) và pha hữu cơ (II) có thể được nhũ hóa bằng các phương pháp đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, ví dụ, bằng cách bổ sung năng lượng vào hỗn hợp bằng cách khuấy sử dụng máy khuấy thích hợp cho đến khi

hỗn hợp này nhũ hóa. Tốt hơn là nhũ tương được tạo ra trong bước d) bằng cách khuấy. Tốc độ khuấy có thể được điều chỉnh để làm thay đổi kích thích của các giọt nhỏ của pha hữu cơ (II) trong pha nước (I). Sau một thời gian khuấy mạnh, có thể thu được nhũ tương, trong đó pha hữu cơ (II) được phân tán dưới dạng các giọt rất nhỏ trong pha nước (I). Các máy khuấy được ưu tiên là máy khuấy MIG, máy khuấy kiểu chân vịt, máy khuấy Paravisc, máy khuấy INTERMIG và máy khuấy Isojet.

Đã phát hiện được rằng có lợi nếu hỗn hợp của pha nước (I) và pha hữu cơ (II) trong bước d) được khuấy với tốc độ của máy khuấy nằm trong khoảng từ 200 vòng/phút đến 1200 vòng/phút, tốt hơn là từ 400 đến 800 vòng/phút, cụ thể là đối với bình có dung tích từ 1 đến 2 lít. Các giá trị này là đặc biệt có lợi nếu máy khuấy kiểu chân vịt được sử dụng. Hỗn hợp trong bước d) được khuấy trong thời gian từ 1 đến 120 phút, tốt hơn là từ 2 phút đến 60 phút, đặc biệt tốt hơn là từ 5 đến 30 phút. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng các điều kiện khuấy này có thể thay đổi, tùy theo kích thước của bình phản ứng và thể tích của hỗn hợp, và cũng phụ thuộc vào dạng hình học chính xác của máy khuấy, và tỷ lệ của đường kính máy khuấy với đường kính của bình phản ứng. Ví dụ, đối với máy khuấy MIG có tỷ lệ đường kính của máy khuấy với bình phản ứng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 0,9 và thể tích nằm trong khoảng từ 0,5 đến 8 tấn theo dung tích, tốc độ khuấy được ưu tiên trong ngữ cảnh của sáng chế nằm trong khoảng từ 150 vòng/phút đến 50 vòng/phút.

Để tránh hiểu nhầm, trong ngữ cảnh của sáng chế, hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào ở dạng tinh khiết hoặc dưới dạng hỗn hợp, cụ thể là dạng dung dịch. Trong trường hợp bất kỳ, hợp chất polyisoxyanat (B) được thêm vào riêng rẽ với pha hữu cơ (II). Tốt hơn là hợp chất polyisoxyanat (B) được thêm vào ở dạng tinh khiết.

Hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào pha nước (I) được tạo ra trong bước a).

Hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào trong bước c).

Hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào hỗn hợp thu được trong bước c).

Hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào sau bước c) và trước bước d).

Hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào trong bước d).

Hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào sau bước d) và trước bước e).

Hợp chất polyisoxyanat (B) có thể được thêm vào sau bước e) và trước bước f).

Tốt hơn, nếu cho thêm hợp chất polyisoxyanat (B) trong hoặc sau bước c) và/hoặc trong bước d). Không bị ràng buộc về mặt lý thuyết, sự giải phóng hợp chất polyisoxyanat (B) vào mặt phân cách của bề mặt, mà ở đó nó tham gia vào sự tạo ra lớp vỏ, được cho là hữu hiệu nhất. Ngoài ra, cách này tránh được sự tạo ra các chất kết tủa trong pha nước liên tục (I).

Để tạo ra pha nước (I) chứa ít nhất một hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) trong bước a), hợp chất polyisoxyanat (A) cũng có thể được thêm vào hỗn hợp nước hoặc nước ở dạng tinh khiết hoặc dưới dạng hỗn hợp, tốt hơn là ở dạng tinh khiết.

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

Các hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion chứa ít nhất hai nhóm isoxyanat và ít nhất một nhóm chức là nhóm anion hoặc nhóm sinh anion. Thuật ngữ “nhóm chức sinh anion” là nhóm có thể trở thành nhóm anion, tùy theo môi trường hóa học, chẳng hạn, độ pH. Các nhóm anion hoặc nhóm sinh anion thích hợp bao gồm, chẳng hạn, các nhóm axit carboxylic, nhóm axit sulfonic, nhóm axit phosphonic và các muối của chúng.

Hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể chứa một hoặc nhiều nhóm axit sulfonic hoặc các muối của chúng. Các muối thích hợp có thể là các muối natri, kali hoặc amoni. Các muối amoni là được ưu tiên.

Tốt hơn, nếu hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) thu được bằng cách cho hợp chất polyisoxyanat phản ứng với axit 2-(xyclohexylamino)-etansulfonic và/hoặc axit 3-(xyclohexylamino)-propansulfonic.

Tốt hơn nữa nếu hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) thu được bằng cách cho hợp chất polyisoxyanat phản ứng với axit 2-(xyclohexylamino)-etansulfonic

và/hoặc axit 3-(xyclohexylamino)-propansulfonic, trong đó hợp chất polyisoxyanat được chọn từ hexametylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, 2,4- và 2,6-toluylen diisoxyanat và các hỗn hợp chất đồng phân của chúng, các hợp chất diphenylmetan diisoxyanat, biuret, alophanat và/hoặc isoxyanurat của các hợp chất polyisoxyanat đã nêu trên đây.

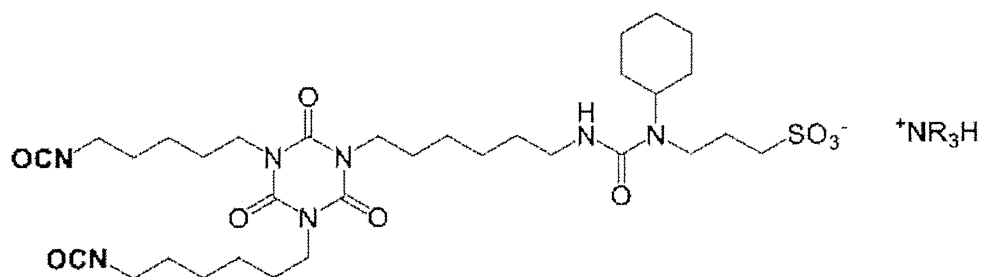
Trong mỗi trường hợp, hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể được chọn từ hợp chất hexametylen diisoxyanat, hợp chất isophoron diisoxyanat, hợp chất dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, được cải biến anion, hợp chất isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat và các hỗn hợp của chúng.

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

- số nhóm chức isoxyanat trung bình ít nhất bằng 1,8,
- hàm lượng nhóm isoxyanat (tính theo NCO; trọng lượng phân tử = 42) nằm trong khoảng từ 4,0 đến 26,0% trọng lượng,
- hàm lượng nhóm sulfonat (tính theo SO₃; trọng lượng phân tử = 80) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 7,7% trọng lượng, và
- tùy ý, hàm lượng của các đơn vị etylen oxit được liên kết trong các mạch polyete (tính theo C₂H₂O; trọng lượng phân tử = 44) nằm trong khoảng từ 0 đến 19,5% trọng lượng, trong đó các mạch polyete chứa các đơn vị etylen oxit với lượng trung bình theo thống kê nằm trong khoảng từ 5 đến 55 đơn vị etylen oxit.

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

Theo phương án được ưu tiên cụ thể, hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể có công thức (1).



Công thức (1)

Công thức (1) thể hiện hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion có bán trên thị trường, hợp chất này là hợp chất isoxyanurat được cải biến của hexametylen diisoxyanat, sản phẩm của công ty Covestro với tên thương mại là Bayhydur® XP2547.

Trong quy trình theo sáng chế, pha nước (I) được tạo ra trong bước a) có thể còn chứa chất trợ phân tán khác với hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A), cụ thể là chất trợ phân tán không ion.

Các chất trợ phân tán khác với các hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion và đặc biệt hữu ích trong ngữ cảnh của sáng chế có thể được chọn từ nhóm gồm các hợp chất poly(vinyl axetat) được thủy phân một phần, như các rượu poly(vinyl), cụ thể là có mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 80% đến 99%, tốt hơn là từ 88% đến 96%, polyvinylpyrrolidon (còn được gọi là poly(1-vinylpyrrolidin-2-on)), và poly(natri 4-styrenesulfonat).

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, chất trợ phân tán khác với hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) là polyvinylpyrrolidon (PVP) có giá trị K lớn hơn 40, tốt hơn là bằng 60 và trọng lượng phân tử lớn hơn 150000 g/mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 350000 đến 500000 g/mol.

Các giá trị K được phân định cho các loại polyme PVP khác nhau theo hàm số của trọng lượng phân tử trung bình, mức độ polyme hóa và độ nhớt thực. Các giá trị K thu được từ các kết quả độ nhớt và được tính toán theo công thức Fikentscher (ví dụ, xem tài liệu: M. Alger, Polymer Science Dictionary, Chapman & Hall, 1997, page 196).

Các polyme PVP có giá trị K thấp có trọng lượng phân tử quá thấp để tạo ra sự phân tán hiệu quả, trong khi PVP có giá trị K cao làm cho độ nhớt của cả nhũ tương và huyền phù đặc chứa vi nang tăng lên quá mức.

Chất trợ phân tán khác với hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10% trọng lượng của pha nước (I), tốt hơn là bằng 5% trọng lượng của pha nước.

Trong quy trình theo sáng chế, pha nước (I) được tạo ra trong bước a) có thể có sức căng bề mặt nhỏ hơn 70 mN/m và tốt hơn là nhỏ hơn 60 mN/m. Cụ thể, pha nước (I) được tạo ra trong bước a) có thể có sức căng bề mặt nằm trong khoảng từ 35 đến 65 mN/m, từ 40 đến 60 mN/m hoặc từ 45 đến 57 mN/m.

Pha nước có sức căng bề mặt thấp là thích hợp hơn làm môi trường phân tán của pha hữu cơ so với pha nước có sức căng bề mặt gần bằng sức căng bề mặt của nước tinh khiết. Nếu pha nước có sức căng bề mặt thấp, năng lượng cần thiết để tạo ra sự nhũ hóa hữu hiệu là thấp hơn và tính ổn định của nhũ tương sẽ cao hơn. Sức căng bề mặt có thể được xác định bằng cách sử dụng phương pháp còn được gọi là phương pháp giọt treo, ví dụ, bằng thiết bị phân tích hình dạng giọt - DSA30, sản phẩm của công ty Krüss GmbH, Hamburg, Đức.

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

Hợp chất polyisoxyanat không ion có thể được chọn từ nhóm gồm 1,6-diisoxyanatohexan, 1,5-diisoxyanato-2-methylpentan, 1,5-diisoxyanato-3-methylpentan, 1,4-diisoxyanato-2,3-dimethylbutan, 2-ethyl-1,4-diisoxyanatobutan, 1,5-diisoxyanatopentan, 1,4-diisoxyanatobutan, 1,3-diisoxyanatopropan, 1,10-diisoxyanatodecan, 1,2-diisoxyanatoxyclobutan, 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 hydro hóa (HMDI).

Hợp chất polyisoxyanat (B) cũng có thể là oligome không ion trên cơ sở các monome isoxyanat đã nêu trên đây, ví dụ như homopolyme của hợp chất 1,6-diisoxyanatohexan. Tất cả các hợp chất monome và oligome này được bán với tên thương mại là Desmodur® bởi công ty Covestro AG.

Tốt hơn, nếu hợp chất polyisoxyanat không ion (B) được chọn từ hexametylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, 2,4- và 2,6-toluylen diisoxyanat và các hỗn hợp chất đồng phân của chúng, 2,4'- và 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat và các hỗn hợp chất đồng phân của chúng, xylylen diisoxyanat (ví dụ, Desmodur® quix 175 được bán bởi công ty Covestro), tùy ý dưới dạng sản phẩm cộng trimetylolpropan (TMP) (ví dụ, có bán trên thị trường với tên thương mại là Takenate™ D-110N), các hợp chất biuret, alophanat và/hoặc isoxyanurat của các hợp chất polyisoxyanat đã nêu trên đây hoặc các hỗn hợp của chúng.

Hợp chất polyisoxyanat không ion (B) được ưu tiên có bán trên thị trường là dicyclohexylmetan diisoxyanat, cụ thể là được bán bởi công ty Covestro AG với tên

thương mại là Desmodur® W1.

Hợp chất polyisoxyanat không ion (B) được ưu tiên có bán trên thị trường là hexametylen diisoxyanat, cụ thể là được bán bởi công ty Covestro AG với tên thương mại là Desmodur® N3200.

Hợp chất polyisoxyanat không ion (B) được ưu tiên có bán trên thị trường là isophoron diisoxyanat, cụ thể là được bán bởi công ty Covestro AG với tên thương mại là Desmodur® Z.

Các hợp chất polyisoxyanat này có ưu điểm của hợp chất không thơm và do đó ổn định hơn và ít bị oxy hóa, trong khi vẫn có khả năng phản ứng cao với các hợp chất polyamin và có cấu trúc phân tử thích hợp để tạo ra nhựa bao nang có tính không thấm.

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

Tỷ lệ trọng lượng của hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) với hợp chất polyisoxyanat không ion (B) có thể nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, tốt hơn nữa là 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 trọng lượng này sẽ tạo ra các nhựa có tính không thấm cao nhất và do đó thích hợp nhất để bao nang.

Ngoài các hợp chất isoxyanat (A) và (B), các hợp chất isoxyanat khác cũng có thể được sử dụng trong quy trình theo sáng chế. Ví dụ, việc cho thêm các hợp chất polyisoxyanat thơm có thể làm gia tăng tính không thấm của nhựa, nếu cần, trong khi việc cho thêm các hợp chất polyisoxyanat có cấu trúc hóa học khác nhau có thể cho phép thay đổi, ví dụ, các tính chất cơ học của nhựa này.

Các hợp chất isoxyanat khác có thể được chọn từ nhóm gồm các hợp chất có từ 2 đến 5 nhóm isoxyanat, các prepolymer isoxyanat có trung bình từ 2 đến 5 nhóm isoxyanat và các hỗn hợp của chúng. Các hợp chất này bao gồm, ví dụ, các hợp chất

di-, tri- và polyisoxyanat cao hơn, béo, vòng béo và thơm.

Tốt hơn là hợp chất polyisoxyanat khác được chọn từ hexametylen diisoxyanat (HDI), tetrametylen diisoxyanat, etylen diisoxyanat, 1,2-diisoxyanatododecan, 4-isoxyanatometyl-1,8-octametylen diisoxyanat, triphenylmetan-4,4',4''-triisoxyanat, 1,6-diisoxyanato-2,2,4-trimetylhexan, 1,6-diisoxyanato-2,4,4-trimetylhexan, isophoron diisoxyanat (= 3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylisoxyanat, 1-isoxyanato-3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexan, IPDI), 2,3,3-trimetylhexametylen diisoxyanat, 1,4-xyclohexylen diisoxyanat, 1-metyl-2,4-diisoxyanatocyclohexan, dixyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat (= metylen-bis(4-xyclohexylisoxyanat)), 1,3-phenylen diisoxyanat, 1,4-phenylen diisoxyanat, 2,4- và 2,6-toluylen diisoxyanat và các hỗn hợp chất đồng phân của chúng, 1,5-naphtylen diisoxyanat, 2,4'- và 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat (MOi), các hỗn hợp của diphenylmetan diisoxyanat và chất đồng đẳng đa vòng ở mức cao hơn của diphenylmetan diisoxyanat (polyme MDI), 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat hydro hóa (H12MDI), xylylen diisoxyanat (XDI), 1,3-bis(isoxyanatometyl)xcyclohexan, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xcyclohexan tetrametylxlol diisoxyanat (TMXDI), 4,4'-dibenzyl diisoxyanat, 4,4'-diphenyldimetylmetan diisoxyanat, di- và tetraalkyldiphenylmetandiisoxyanat, các hợp chất diisoxyanat của dime axit béo, các hợp chất diisoxyanat clo hóa và brom hóa, 4,4' diisoxyanatophenylperfloetan, tetrametoxybutan-1,4-diisoxyanat, các hợp chất diisoxyanat chứa phospho, các hợp chất diisoxyanat chứa lưu huỳnh, các hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion, các hợp chất isoxyanat chứa polyetylen oxit, các hợp chất oligome của polyisoxyanat nêu trên chứa các nhóm uretan, alophanat, isoxyanurat, uretdion, carbodiimit hoặc biuret, và các hỗn hợp của chúng.

Các hợp chất polyisoxyanat clo hóa và brom hóa thích hợp bao gồm các hợp chất polyisoxyanat có nguyên tử halogen có khả năng phản ứng. Tốt hơn, nếu hợp chất polyisoxyanat clo hóa và brom hóa được chọn từ 1-clometylphenyl-2,4-diisoxyanat, 1-bromometylphenyl-2,6-diisoxyanat, 3,3-bisclometylete và 4,4'-diphenyldiisoxyanat.

Thu được các hợp chất polyisoxyanat chứa lưu huỳnh, ví dụ, bằng cách cho 2 mol hexametylen diisoxyanat phản ứng với 1 mol thioglycol hoặc dihydroxydihexyl sulfua.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, thuật ngữ “amin đa chức” để chỉ các amin chứa ít nhất hai nhóm có khả năng phản ứng với các nhóm NCO, trong đó ít nhất một trong số các nhóm có khả năng phản ứng với các nhóm NCO là nhóm amin bậc nhất hoặc bậc hai. Nếu amin đa chức chỉ chứa một nhóm amin bậc nhất hoặc bậc hai, nó sẽ chứa một hoặc nhiều nhóm chức bổ sung có khả năng phản ứng đối với nhóm NCO trong phản ứng polyme hóa. Tốt hơn là các nhóm của amin đa chức có khả năng phản ứng với các nhóm NCO được chọn từ các nhóm hydroxyl và các nhóm amin bậc nhất hoặc bậc hai. Phản ứng của các nhóm NCO với các nhóm amin dẫn đến sự tạo ra các nhóm ure. Phản ứng của các nhóm NCO với nhóm OH dẫn đến sự tạo ra các nhóm uretan. Tuy nhiên, phản ứng với các nhóm OH thường cần có chất xúc tác. Lượng các amin đa chức được đưa vào thường là với lượng mol dư so với lượng theo hệ số tỷ lệ cần thiết để chuyển hóa các nhóm isoxyanat tự do.

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

Các hợp chất diamin thích hợp bao gồm, 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 các hỗn hợp của chúng.

Các rượu amino thích hợp bao gồm, 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 các hỗn hợp của chúng.

Các hợp chất polyme polyamin thích hợp thường là các polyme mạch thẳng hoặc mạch nhánh có ít nhất hai nhóm amin bậc nhất hoặc bậc hai. Ngoài ra, các polyme này có thể có các nhóm amin bậc ba trong mạch polyme.

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

Được ưu tiên là các hợp chất polyme polyamin có trọng lượng phân tử trung bình khối lượng ít nhất bằng 300 g/mol. Được ưu tiên hơn là các polyme polyamin có trọng lượng phân tử trung bình khối lượng nằm trong khoảng từ 500 đến 2000000 g/mol, cụ thể là từ 700 đến 1000000 g/mol, đặc biệt tốt hơn là từ 800 đến 500000

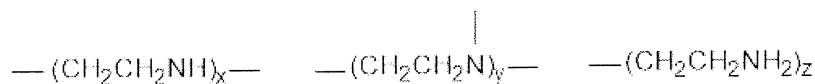
g/mol.

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

Các hợp chất 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). Đôi khi các hợp chất này được gọi là polyetylenamin hoặc polyalkylenpolyamin. Các hợp chất polyetylenimin cũng có thể là polyetylenimin mạch dài.

Trong quy trình theo sáng chế, các hợp chất polyetylenimin có trọng lượng phân tử ít nhất bằng 500 g/mol, tốt hơn là từ 600 đến 30000 hoặc từ 650 đến 25000 g/mol và cụ thể, tốt hơn là từ 700 đến 10000 g/mol hoặc 850 đến 5000 g/mol, được sử dụng.

Amin đa chức có thể là polyetylenimin chứa các đơn vị lặp lại có công thức sau đây



trong đó

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

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

z bằng $2+y$.

Với các hợp chất polyetylenimin này, có thể đạt được kết quả tốt, cụ thể là đối với sự khuếch tán vào môi trường bên ngoài.

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

Các hợp chất polyetylenimin được ưu tiên có bán trên thị trường bởi công ty BASF SE với tên thương mại là Lupasol®, cụ thể là Lupasol™ G100.

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

Trong quy trình theo sáng chế, sự tạo ra lớp vỏ bao quanh các giọt nhỏ trong

bước f) có thể được thực hiện bằng cách gia nhiệt. Quá trình này có thể đạt được ở nhiệt độ ít nhất bằng 50°C , tốt hơn là ít nhất bằng 60°C , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70°C đến 90°C và cụ thể là từ 75°C đến 85°C , để đảm bảo quá trình phản ứng đủ nhanh. Có thể được ưu tiên nếu tăng nhiệt độ theo cách liên tục hoặc theo giai đoạn (ví dụ, trong mỗi trường hợp, tăng thêm 5°C) cho đến khi phản ứng về cơ bản là hoàn thành. Sau đó, hệ phân tán có thể được để nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Thời gian của phản ứng thường phụ thuộc vào tính chất của nguyên liệu tạo ra lớp vỏ có khả năng phản ứng, lượng nguyên liệu nêu trên được sử dụng, và nhiệt độ được sử dụng. Khoảng thời gian của phản ứng nằm trong khoảng từ vài phút đến vài giờ. Thông thường, sự tạo ra vi nang được thực hiện trong khoảng thời gian từ 60 phút đến 6 giờ hoặc tối đa là 8 giờ ở nhiệt độ đã xác định trên đây.

Thông số quan trọng của chế phẩm được điều chế bằng quy trình theo sáng chế là đường kính trung bình theo thể tích của các vi nang $D_v(50)$. Các vi nang này có thể có đường kính trung bình theo thể tích $D_v(50)$ nằm trong khoảng từ 0,1 đến $500\mu\text{m}$, tốt hơn là từ 1 đến $100\mu\text{m}$, đặc biệt tốt hơn là từ 5 đến $30\mu\text{m}$. Các vi nang có đường kính nằm trong khoảng được ưu tiên tạo ra sự cân bằng tối ưu giữa tính ổn định và vẻ bề ngoài quan sát được bằng mắt thường của sản phẩm mà trong đó chúng được sử dụng, cũng như tạo ra sự lắng phủ tốt trên các chất nền khác nhau.

Đối với các ứng dụng cụ thể, đường kính trung bình theo thể tích cụ thể có thể có lợi. Ví dụ, đối với sản phẩm dưỡng tóc cần xả sạch sau khi sử dụng, các viên nang có đường kính $D_v(50)$ nằm trong khoảng từ 10 đến $13\mu\text{m}$ là được ưu tiên, do mức độ lắng phủ của các vi nang có đường kính này tốt hơn.

Cỡ hạt trung bình theo thể tích của các vi nang có thể được xác định bằng các phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S và lý thuyết tán xạ Mie. Nguyên lý của lý thuyết Mie và phương pháp tán xạ ánh sáng có thể được sử dụng để xác định kích thước nang có thể được tìm thấy, ví dụ, trong tài liệu: H. C. van de Hulst, *Light scattering by small particles*, Dover, New York, 1981. Thông tin chủ yếu được cung cấp bởi phương pháp tán xạ ánh sáng tĩnh là sự phụ thuộc góc của cường độ tán xạ ánh sáng, cường độ này lại có liên quan với kích thước và hình dạng của các viên nang. Tuy nhiên, trong phương pháp thực hiện thông thường, cỡ hạt của hình cầu có kích thước tương đương với kích thước của vật thể nhiễu xạ, bất kể hình dạng của vật thể này, được tính toán bằng phần mềm độc quyền của Malvern được

cung cấp kèm theo thiết bị. Trong trường hợp các mẫu đa phân tán, sự phụ thuộc góc của tổng cường độ tán xạ chứa thông tin về sự phân bố kích thước trong mẫu. Kết quả là thu được biểu đồ phân bố thể hiện tổng thể tích của các viên nang thuộc về nhóm kích thước cho trước dưới dạng hàm số của kích thước viên nang, trong khi số lượng tùy ý của 50 nhóm kích thước thường được chọn.

Để thử nghiệm, vài giọt hệ phân tán chứa khoảng 10% viên nang được cho vào dòng tuần hoàn của nước đã loại khí chảy qua ô tán xạ. Sự phân bố góc của cường độ tán xạ được xác định và phân tích bằng phần mềm độc quyền của Malvern để cung cấp kích thước và sự phân bố kích thước trung bình của các viên nang có mặt trong mẫu. Trong ngữ cảnh của sáng chế, các phân vị $D_v(10)$, $D_v(50)$ và $D_v(90)$ được xác định làm đặc tính của sự phân bố kích thước nang, trong đó giá trị $D_v(10)$ là đường kính trung bình theo thể tích mà khi đó 10% tổng thể tích của các giọt nhỏ gồm các giọt nhỏ có đường kính nhỏ hơn giá trị này, giá trị $D_v(50)$ là đường kính giọt nhỏ trung bình của sự phân bố thể tích và tương ứng với đường kính trung bình theo thể tích mà khi đó 50% tổng thể tích của các giọt nhỏ gồm các giọt nhỏ có đường kính nhỏ hơn giá trị này, và giá trị $D_v(90)$ là đường kính mà khi đó 90% thể tích các mẫu gồm các giọt nhỏ có đường kính nhỏ hơn giá trị này. Trong ngữ cảnh của sáng chế, thuật ngữ “cỡ hạt” để chỉ “cỡ hạt trung bình theo thể tích” hoặc “đường kính hạt trung bình theo thể tích”.

Phương án được ưu tiên là quy trình, trong đó:

- Khoảng đích của đường kính trung bình theo thể tích của các giọt nhỏ của pha kỵ nước (pha phân tán) của nhũ tương tạo thành được xác định từ trước;
- Đường kính trung bình theo thể tích thực tế của các giọt nhỏ của pha kỵ nước trong nhũ tương của pha hữu cơ (II) trong pha nước (I) được định;
- Tốc độ của thiết bị khuấy và/hoặc thời gian khuấy của hỗn hợp được điều chỉnh cho đến khi đạt được giá trị đường kính trung bình theo thể tích đích của các giọt nhỏ của pha kỵ nước của nhũ tương tạo thành để thu được đường kính trung bình theo thể tích đích đã được xác định từ trước của các giọt nhỏ của pha kỵ nước.

Lớp nhân của các vi nang thường chiếm từ 60 đến 97% trọng lượng và lớp vỏ của vi nang thường chiếm từ 40 đến 3% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của vi nang, tốt hơn là lớp nhân chiếm từ 70 đến 95% trọng lượng và lớp vỏ chiếm từ 30 đến

5% trọng lượng, và cụ thể, lớp nhân chiếm từ 80 đến 90% trọng lượng và lớp vỏ chiếm từ 20 đến 10% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của vi nang.

Các vi nang có thể có điện thế zeta ở độ pH = 4 nằm trong khoảng từ -100 đến +100mV, tốt hơn là từ -50 đến +50mV, đặc biệt tốt hơn là từ -10 đến +40 mV. Các thể phân tán của vi nang có điện thế zeta nằm trong khoảng được ưu tiên ít bị tách pha hơn so với các vi nang có điện thế zeta nằm ngoài khoảng được ưu tiên này.

Điện thế zeta có thể được xác định bằng cách sử dụng thiết bị Zetasizer Nano Z. Trước khi đo, tốt hơn là các viên nang được xử lý như sau:

- Hệ phân tán viên nang được lọc, rửa 5 lần bằng nước cất và được tái phân tán lại;
- Cho thêm 2g hệ phân tán nêu trên vào 8g dung dịch đệm ở độ pH = 4.

Tốt hơn là máy phát lượng tử ánh sáng có bước sóng 633nm được sử dụng để đo.

Trong quy trình theo sáng chế, pha nước (I) có thể còn chứa polyme cation. Mặt khác, các polyme cation đã được biết là có tác dụng cải thiện hệ phân tán và độ bền khi rửa của các vi nang trên các chất nền khác nhau, như vải, da và tóc. Mặt khác, polyme cation cũng có thể có tác dụng làm chất trợ phân tán. Do đó, quy trình theo sáng chế có thể còn bao gồm bước:

- Cho thêm polyme cation.

Polyme cation có thể được thêm vào sau bước c) và trước bước d), trong trường hợp này, polyme có thể tham gia vào cả quá trình tạo nhũ tương và lớp vỏ và, ví dụ, được gắn về mặt vật lý trong lớp vỏ này.

Polyme cation có thể được thêm vào sau bước d) và trước bước e).

Polyme cation có thể được thêm vào sau bước e) và trước bước f).

Polyme cation có thể được thêm vào trong bước f).

Trong các trường hợp này, polyme có thể tham gia vào quá trình tạo lớp vỏ và, ví dụ, được gắn về mặt vật lý trong lớp vỏ này.

Polyme cation có thể được thêm vào sau bước f), trong trường hợp này, polyme không tham gia vào quá trình tạo lớp vỏ nhưng có thể lắng phủ trên bề mặt của lớp vỏ.

Polyme cation có thể polyme lưỡng tính. Trong ngữ cảnh của sáng chế, thuật ngữ “polyme lưỡng tính” cần được hiểu là polyme chứa cả nhóm cation và nhóm anion, hoặc chứa các nhóm có thể ion hóa tương ứng. Polyme lưỡng tính loại cation

chứa nhiều nhóm cation hơn so với các nhóm anion hoặc các nhóm có thể tạo ra các anion, và do đó có điện tích dương thực.

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

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

Polyme cation có thể có nguồn gốc từ ít nhất một monome mang nhóm chức amoni bậc bốn. Cụ thể, monome cation có thể được chọn từ nhóm gồm dimethylaminoethyl acrylat được thế bốn bậc (ADAME), dimethylaminoethyl metacrylat được thế bốn bậc (MADAME), dimethyldialyl amoni clorua (DADMAC), acrylamidopropyltrimetylamonium clorua (APTAC) và metacrylamidopropyltrimetylamonium clorua (MAPTAC).

Khi polyme cation chứa các nhóm anion hoặc các nhóm có thể tạo ra anion, nó có thể còn có nguồn gốc từ monome được chọn từ nhóm gồm các monome trên cơ sở acrylic, bao gồm các monome của axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit maleic, axit fumaric và axit mạnh, ví dụ, các monome có nhóm chức loại axit sulfonic hoặc axit phosphonic như axit 2-acrylamido- 2-metylpropan sulfonic, axit vinylsulfonic, axit vinylphosphonic, axit allylsulfonic, axit allylphosphonic, axit styren sulfonic. Monome trên cơ sở acrylic cũng có thể là các 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 được ưu tiên nhất là axit acrylic, axit metacrylic, hoặc muối tan trong nước của nó.

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

Polyme cation có thể là copolyme lưỡng tính có nguồn gốc từ monome cation

hoặc monome có thể tạo ra các cation, cụ thể là chứa ít nhất một nhóm amoni bậc bốn, monome anion hoặc monome có thể tạo ra các anion, cụ thể là trên cơ sở axit acrylic, axit metacrylic hoặc dẫn xuất của nó, và tùy ý, monome không ion. Các polyme này tạo ra tổ hợp tối ưu có thể tương hợp với lớp vỏ, có hiệu quả phân tán tốt, đặc tính chảy tốt và có ái lực rất tốt với các chất nền khác nhau đã nêu trên đây.

Theo phương án cụ thể hơn, copolyme lưỡng tính là copolyme của axit acrylic hoặc axit metacrylic, và acrylamidopropyltrimethylamoni clorua (APTAC) hoặc metacrylamidopropyltrimethylamoni clorua (MAPTAC), ví dụ, như được mô tả trong Công bố đơn quốc tế số WO 2016/207180 A1.

Theo phương án cụ thể hơn nữa, copolyme lưỡng tính là terpolyme được tạo ra từ monome axit acrylic, monome MAPTAC và monome acrylamit.

Theo phương án được ưu tiên hơn nữa, copolyme axit acrylic/MAPTAC, và cụ thể hơn là terpolyme, được tạo ra bằng cách cho từ 1 đến 2 đương lượng mol của monome axit acrylic phản ứng với 4 đương lượng mol của monome MAPTAC, cụ thể hơn là cho 1 đương lượng mol của monome axit acrylic phản ứng với 4 đương lượng mol của monome MAPTAC (ví dụ, Floset CAPS 371L), và cụ thể hơn nữa là cho 1,6 đương lượng mol của monome axit acrylic phản ứng với 4 đương lượng mol của monome MAPTAC.

Mặc dù trong ngữ cảnh của sáng chế, Floset CAPS 371L là polyme cation được ưu tiên, hợp chất này cũng có thể được thay thế bằng copolyme axit acrylic/MAPTAC khác bất kỳ đã được mô tả trong đoạn trước đó. Các polyme cation được ưu tiên khác trên cơ sở MAPTAC/acrylamit là Salcare SC60, sản phẩm có bán trên thị trường của BASF. Theo một phương án của sáng chế, copolyme có trọng lượng phân tử ít nhất bằng 100000 g/mol, và cụ thể hơn là ít nhất bằng 500000 g/mol.

Các polyme có trọng lượng phân tử thấp hơn không tạo ra tính năng mong muốn, trong khi các polyme có trọng lượng phân tử cao hơn làm cho độ nhớt của cả hệ phân tán nhũ tương và vi nang tăng lên quá mức.

Polyme lưỡng tính có thể được sử dụng trong chế phẩm thơm được bao nang theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 20% trọng lượng, cụ thể hơn là từ 2 đến 10% trọng lượng, so với trọng lượng của chế phẩm này.

Polyme lưỡng tính có thể được điều chế bằng cách sử dụng các kỹ thuật polyme hóa đã được biết rõ với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Các

kỹ thuật polyme hóa đã biết này bao gồm phương pháp polyme hóa dung dịch, polyme hóa gel, polyme hóa kết tủa, polyme hóa nhũ tương đảo pha, polyme hóa nhũ tương trong nước, polyme hóa huyền phù và polyme hóa mixen.

Polyme lưỡng tính có thể được tạo cấu trúc bằng ít nhất một chất tạo cấu trúc, chất này có thể được chọn từ nhóm gồm các monome không no loại polyetylen (có ít nhất hai nhóm chức không no, ví dụ như vinyl, allyl và acryl) và các hợp chất có nhóm chức epoxy. Chẳng hạn, các chất tạo cấu trúc này có thể bao gồm metylen bisacrylamit (MBA), triallyamin và polyetylen glycol diacrylat. Theo cách khác, các chất khơi mào phân tử lớn như polyperoxit, các hợp chất polyazo và các chất chuyển mạch như các polyme polymecaptan có thể được sử dụng.

Như đã nêu trên đây, trong quy trình theo sáng chế, pha hữu cơ (II) chứa ít nhất một thành phần thơm. Thành phần thơm này có thể được chọn từ thành phần bất kỳ trong số các thành phần thơm được mô tả trong tài liệu: S. Arctander, *Fragrance and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, New Jersey, Mỹ.

Sự duy trì chất thơm trong khi tạo ra vi nang, cũng như tính ổn định đối với sự khuếch tán khi viên nang được tạo ra, được thúc đẩy bằng cách sử dụng lượng lớn các thành phần thơm có giá trị $\log_{\text{pC}}$ tương đối cao. Cụ thể, ít nhất khoảng 50%, cụ thể hơn là khoảng 60%, và cụ thể hơn nữa là khoảng trên 80% các thành phần cần có giá trị $\log_{\text{pC}}$ lớn hơn hoặc bằng khoảng 2,5, và cụ thể hơn là lớn hơn hoặc bằng 3,3, và cụ thể hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 4,0. Việc sử dụng các thành phần thơm này được cho là hữu ích trong việc làm giảm sự khuếch tán chất thơm qua lớp vỏ vi nang và đi vào lớp nền của sản phẩm tiêu dùng trong các điều kiện thời gian, nhiệt độ và nồng độ cụ thể.

Giá trị $\log_{\text{pC}}$ của các thành phần thơm đã được thông báo trong nhiều cơ sở dữ liệu, bao gồm cơ sở dữ liệu Pomona 92, sản phẩm của Daylight Chemical Information Systems, Inc., Daylight CIS, Irvine, California.

Ngoài các thành phần thơm, các dung môi có thể được sử dụng trong các vi nang của sáng chế. Các dung môi là chất kỵ nước trộn lẫn được với các thành phần thơm, và các chất này gần như không có mùi thơm hoặc không có mùi thơm với lượng được sử dụng. Các dung môi thường được sử dụng có giá trị $\log_{\text{pC}}$ cao, ví dụ, lớn hơn 6 và thậm chí lớn hơn 10. Các dung môi bao gồm dầu triglycerit, mono và diglycerit, dầu khoáng, dầu silicon, diethyl phthalat, polyalpha olefin, dầu thầu dầu và isopropyl

myristat.

Tuy nhiên, cũng có thể gần như không sử dụng chất dung môi trong lớp nhân của các vi nang. Thật vậy, đã phát hiện được rằng có thể điều chế chế phẩm thơm được bao nang trong đó lớp nhân của vi nang bao gồm toàn bộ các thành phần thơm và không có dung môi. Các chất thơm được bao nang không chứa dung môi có thể được sử dụng, cụ thể là khi các thành phần thơm tạo thành vật liệu lớp nhân có độ tan trong nước giới hạn. Cụ thể, vật liệu lớp nhân cần được tạo ra với tỷ lệ lớn các thành phần thơm có độ tan trong nước nhỏ hơn hoặc bằng 15000 ppm, cụ thể hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5000 ppm, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3000 ppm. Cụ thể hơn là ít nhất 60%, cụ thể hơn là ít nhất 70% và cụ thể hơn nữa là ít nhất 80% các thành phần thơm cần có độ tan trong nước nhỏ hơn hoặc bằng 15000 ppm, cụ thể hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5000 ppm, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3000 ppm. Việc tránh sử dụng dung môi trong lớp nhân của vi nang thường là có lợi trong việc làm giảm chi phí và các yếu tố liên quan đến môi trường.

Quy trình theo sáng chế có thể còn bao gồm bước bổ sung:

- làm khô các vi nang được phân tán trong môi trường phân tán để tạo ra các vi nang ở dạng rắn.

Sau đó là quy trình điều chế chế phẩm thơm được bao nang, chế phẩm này chứa nhiều vi nang ở dạng rắn. Trong ngữ cảnh của sáng chế, phương tiện làm khô loại bỏ môi trường phân tán. Vật liệu lớp nhân của các vi nang vẫn được bao nang. Điều này có nghĩa là các vi nang đã khô chứa ít nhất một thành phần thơm.

Các vi nang hoặc hệ phân tán của các vi nang có thể được làm khô bằng cách sử dụng các kỹ thuật đã biết trong lĩnh vực này. Ví dụ, các viên nang dạng rắn có thể được tách ra bằng cách lọc và làm khô. Việc làm khô các viên nang tách được có thể được thực hiện bằng cách gia nhiệt, ví dụ, trong lò hoặc bằng cách cho tiếp xúc với dòng khí đã được gia nhiệt.

Tốt hơn là bước làm khô hệ phân tán được tiến hành bằng cách sấy phun hoặc làm khô tầng sôi.

Các kỹ thuật sấy phun là đã được biết rõ trong lĩnh vực này. Quy trình sấy phun đẩy viên nang đã được tạo huyền phù qua vòi phun và đi vào buồng làm khô. Các viên nang có thể bị cuốn vào chất lưu (như không khí) để di chuyển bên trong buồng làm khô. Chất lưu này (có thể được gia nhiệt, ví dụ, ở nhiệt độ 150 và 120°C, tốt hơn là

nằm trong khoảng từ 170°C đến 200°C, và vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 175°C đến 185°C) để làm cho chất lỏng bay hơi, để lại viên nang đã khô mà sau đó các viên này có thể được thu gom ra khỏi thiết bị của quy trình và được xử lý thêm.

Thông thường, các viên nang đã sấy phun được trộn với chất trợ chảy để tạo ra bột có thể chảy mà không dễ bị vón cục. Các chất trợ chảy bao gồm các hợp chất silic oxit hoặc silicat, như silic oxit kết tủa, silic oxit sinh nhiệt hoặc silic oxit dạng keo; các tinh bột; canxi cacbonat; natri sulfat; xenluloza được cải biến; zeolit; hoặc các hạt vô cơ khác đã biết trong lĩnh vực này.

Cách khá phổ biến là sử dụng nhiệt độ cao và lực va đập xuất hiện trong quá trình sấy phun làm cho viên nang dạng vỏ-nhân bị mất đi một lượng vật liệu lớp nhân của chúng.

Ngoài ra, có thể không thực hiện được công việc ở nhiệt độ đủ cao trong khoảng thời gian đủ dài để loại bỏ toàn bộ hơi ẩm ra khỏi hệ phân tán mà không làm ảnh hưởng đến tính bền nhiệt của các viên nang. Do đó, viên nang polyure hoặc polyuretan thu được từ quy trình sấy phun, như được mô tả ở đây, có thể chứa một lượng nhỏ dầu ở bề mặt cũng như lượng ẩm dư.

Nếu các vi nang của sáng chế được dự định để bảo quản ở dạng hệ phân tán, độ pH của hệ phân tán này có thể được điều chỉnh đến mức nằm trong khoảng từ 5 đến 10. Điều này có thể đạt được bằng cách cho thêm axit thích hợp, như axit xitric hoặc axit formic, vào hệ phân tán kiềm.

Hệ phân tán vi nang có thể được điều chế theo cách liên tục hoặc theo từng mẻ, tốt hơn là theo từng mẻ.

Hệ phân tán của các vi nang có thể chứa các thành phần không được bao nang, nghĩa là các thành phần thơm tự do, bên ngoài các viên nang trong hệ phân tán trong nước.

Theo khía cạnh khác, sáng chế mô tả việc sử dụng hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion làm chất trợ phân tán trong quy trình điều chế chế phẩm thơm được bao nang. Việc sử dụng này có thể có các tính năng tối ưu như được mô tả trên đây đối với quy trình theo sáng chế.

Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm thơm được bao nang thu được bằng quy trình đã mô tả trên đây. Nói chung, chế phẩm này có đặc tính lắng phủ và độ bám dính tốt của các vi nang trên chất nền để đảm bảo lợi ích cả các viên nang này trong các

lĩnh vực chăm sóc cơ thể, chăm sóc gia đình, lĩnh vực công nghiệp hoặc cơ quan hoặc bệnh viện, bảo vệ vật liệu, ngành dược phẩm hoặc bảo vệ cây trồng.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến sản phẩm tiêu dùng chứa chế phẩm thơm được bao nang nêu trên, cụ thể là sản phẩm chăm sóc cơ thể, sản phẩm chăm sóc gia đình, hoặc sản phẩm chăm sóc khi giặt là.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ưu điểm khác và dấu hiệu cụ thể của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng qua phần bản luận của một số ví dụ sau đây.

Ví dụ 1: Tổng hợp viên nang với poly(vinylpyrrolidon) làm chất trợ phân tán

Dung dịch nước chứa 130g polyvinylpyrrolidon (PVP K60, sản phẩm của Ashland), 6g isoxyanat ura nước và có thể phân tán trong nước trên cơ sở hexametylen diisoxyanat (Bayhydur® XP 2547, sản phẩm của Covestro) và 450g nước được điều chế và độ pH được điều chỉnh đến mức 9 bằng cách sử dụng các muối đệm. 300g chất thơm cần được bao nang được trộn với pha nước. 25g diisoxyanat 4,4 dicyclohexylmetandiyl (Desmodur® W1, sản phẩm của Covestro) được cho thêm vào hỗn hợp này. Hỗn hợp tạo thành được nhũ hóa ở nhiệt độ trong phòng bằng thiết bị khuấy. Quá trình nhũ hóa được tiến hành đến khi thu được kích thước giọt nhỏ mong muốn. Sau đó, 10g dung dịch polyetylenimin (Lupasol® G100, sản phẩm của BASF, sử dụng ở dạng như khi mua về) được thêm vào theo một bước. Hỗn hợp này được gia nhiệt từ từ đến nhiệt độ 80°C trong 4 giờ. Sau khi polyme hóa, 18g dung dịch amoniac và 3g hydroxyetylxenluloza (Natrosol 250HX, sản phẩm của Ashland) được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Thu được chế phẩm thơm được bao nang. Sự phân bố kích thước viên nang trung bình theo thể tích thu được bằng các phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S, là $D(50) = 16\mu\text{m}$ và $D(90) = 30\mu\text{m}$. Điện thế zeta bằng -5mV.

Ví dụ 2: Ví dụ so sánh với Ví dụ 1 có isoxyanat trong pha hữu cơ (không phải ví dụ theo sáng chế)

Dung dịch nước chứa 130g polyvinylpyrrolidon (PVP K60, sản phẩm của Ashland) được điều chế và độ pH được điều chỉnh đến mức 9 bằng cách sử dụng các

muối đệm. Hỗn hợp chứa 300g chất thơm cần được bao nang, 20g Desmodur® W1 và 8g Bayhydur® XP 2547 được điều chế. Pha nước và pha hữu cơ được kết hợp và nhũ hóa ở nhiệt độ trong phòng bằng thiết bị khuấy. Quá trình nhũ hóa được tiến hành đến khi thu được kích thước giọt nhỏ mong muốn. Sau đó 10g dung dịch polyetylenimin (Lupasol® G100, sản phẩm của BASF, sử dụng ở dạng như khi mua về) được cho thêm vào theo một bước. Hỗn hợp này được gia nhiệt từ từ đến nhiệt độ 80°C trong 4 giờ. Sau khi polyme hóa, 18g dung dịch amoniac và 3g hydroxyetylxenluloza (Natrosol™ 250HX, sản phẩm của Ashland) được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Thu được chế phẩm thơm được bao nang. Sự phân bố kích thước viên nang trung bình theo thể tích, thu được bằng các phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S, là $D(50) = 20\mu\text{m}$ và $D(90) = 40\mu\text{m}$ với trọng lượng lớp vỏ. Điện thế zeta bằng -5mV.

Ví dụ 3: Tổng hợp các viên nang với poly(vinylpyrrolidon) làm chất trợ phân tán và terpolyme cation làm chất lắng phủ

Dung dịch nước chứa 130g polyvinylpyrrolidon (PVP K60, sản phẩm của Ashland), 6g isoxyanat ura nước và có thể phân tán trong nước trên cơ sở hexametylen diisoxyanat (Bayhydur® XP 2547, sản phẩm của Covestro) và 450g nước được điều chế và độ pH được điều chỉnh đến mức 9 bằng cách sử dụng các muối đệm. 300g chất thơm cần được bao nang được trộn với pha nước. 25g diisoxyanat 4,4 dicyclohexylmetandiyl (Desmodur® W1, sản phẩm của Covestro) được cho thêm vào hỗn hợp này. Hỗn hợp tạo thành được nhũ hóa ở nhiệt độ trong phòng bằng thiết bị khuấy. Quá trình nhũ hóa được tiến hành đến khi thu được kích thước giọt nhỏ mong muốn. Sau đó, 10g dung dịch polyetylenimin (Lupasol® G100, sản phẩm của BASF, sử dụng ở dạng như khi mua về) được cho thêm vào theo một bước. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt từ từ đến nhiệt độ 60°C) và dung dịch nước chứa 30g dung dịch copolyme của metacrylamidopropyltrimetylmoni clorua và axit acrylic (Floset™ DP CAPS 371L, sản phẩm của SNF, sử dụng ở dạng như được cung cấp với lượng 26,5% trọng lượng trong nước) được thêm vào. Tiếp đó, hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt tiếp đến nhiệt độ 80°C trong 2 giờ. Sau đó, 18g dung dịch amoniac và 3g hydroxyetylxenluloza (Natrosol™ 250HX, sản phẩm của Ashland) được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Thu được chế phẩm thơm được bao nang. Sự phân bố kích thước viên nang trung bình theo thể tích, thu được bằng các phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S, là $D(50) = 10\mu\text{m}$ và $D(90) = 30\mu\text{m}$. Điện thế zeta bằng +5 mV.

Ví dụ 4: Ví dụ so sánh với Ví dụ 3 có isoxyanat trong pha hữu cơ (không phải ví dụ theo sáng chế)

Dung dịch nước chứa 130g polyvinylpyrrolidon (PVP K60, sản phẩm của Ashland) và 450g nước được điều chế và độ pH được điều chỉnh đến mức 9 bằng cách sử dụng các muối đệm. Hỗn hợp chứa 300g chất thơm cần được bao nang, 20g Desmodur® W1 và 8g Bayhydur® XP 2547 được điều chế. Pha nước và pha hữu cơ được kết hợp và nhũ hóa ở nhiệt độ trong phòng bằng thiết bị khuấy. Quá trình nhũ hóa được tiến hành đến khi thu được kích thước giọt nhỏ mong muốn. Sau đó, 10g dung dịch polyetylenimin (Lupasol® G100, sản phẩm của BASF, sử dụng ở dạng như khi mua về) được cho thêm vào theo một bước. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt từ từ đến nhiệt độ 60°C và dung dịch nước chứa 30g copolyme của metacrylamidopropyltrimetylamonium clorua và axit acrylic (Floset™ CAPS 371L, sản phẩm của SNF, sử dụng ở dạng như được cung cấp với lượng 26,5% trọng lượng trong nước) được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt tiếp đến nhiệt độ 80°C trong 2 giờ. Tiếp đó, 18g dung dịch amoniac và 3g hydroxyetylxenluloza (Natrosol™ 250HX, sản phẩm của Ashland) được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Thu được chế phẩm thơm được bao nang. Sự phân bố kích thước viên nang trung bình theo thể tích, thu được bằng các phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S, là $D(50) = 20\mu\text{m}$ và $D(90) = 40\mu\text{m}$. Hàm lượng chất rắn của huyền phù đặc bằng 45% trọng lượng. Điện thế zeta bằng +5mV.

Ví dụ 5: Tổng hợp các viên nang với copolyme cation làm chất tạo khuôn và các hợp chất isoxyanat trong pha nước

Dung dịch nước chứa 100g copolyme của metacrylamidopropyltrimetyl-amonium clorua và axit acrylic (Floset™ DP CAPS 371L, sản phẩm của SNF, sử dụng ở dạng như được cung cấp với lượng 26,5% trọng lượng trong nước), 6g isoxyanat ưa nước và có thể phân tán trong nước trên cơ sở hexametylen diisoxyanat (Bayhydur® XP

2547, sản phẩm của Covestro) và 450g nước được điều chế và độ pH được điều chỉnh đến mức 9 bằng cách sử dụng các muối đệm. 300g chất thơm cần được bao nang được trộn với pha nước. 25g diisoxyanat 4,4 dixyclohexylmetandiyl (Desmodur® W1, sản phẩm của Covestro) cũng được cho thêm vào hỗn hợp này. Hỗn hợp tạo thành được nhũ hóa ở nhiệt độ trong phòng bằng thiết bị khuấy. Quá trình nhũ hóa được tiến hành đến khi thu được kích thước giọt nhỏ mong muốn. Sau đó, 10g dung dịch polyetylenimin (Lupasol® G100, sản phẩm của BASF, sử dụng ở dạng như khi mua về) được cho thêm vào theo một bước. Hỗn hợp này được gia nhiệt từ từ đến nhiệt độ 80°C trong 4 giờ. Sau khi polyme hóa, 18g dung dịch amoniac và 10g acrylamit cation (Flosoft™ FS555, sản phẩm của SNF) được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Thu được chế phẩm thơm được bao nang. Sự phân bố kích thước viên nang trung bình theo thể tích, thu được bằng các phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S, là $D(50) = 10\mu\text{m}$ và $D(90) = 30\mu\text{m}$. Điện thế zeta (mV) bằng +30mV.

Ví dụ 6: Ví dụ so sánh với Ví dụ 5 có isoxyanat trong pha hữu cơ (không phải ví dụ theo sáng chế)

Dung dịch nước chứa 100g copolyme của metacrylamidopropyltrimetyl-amoni clorua và axit acrylic (Floset™ DP CAPS 371L, sản phẩm của SNF, sử dụng ở dạng như được cung cấp với lượng 26,5% trọng lượng trong nước) và 450g nước được điều chế và độ pH được điều chỉnh đến mức 9 bằng cách sử dụng các muối đệm. Hỗn hợp chứa 300g chất thơm cần được bao nang, 20g Desmodur® W1 và 8g Bayhydur® XP 2547 được điều chế. Pha nước và hỗn hợp được kết hợp và nhũ hóa ở nhiệt độ trong phòng bằng thiết bị khuấy. Quá trình nhũ hóa được tiến hành đến khi thu được kích thước giọt nhỏ mong muốn. Sau đó, 10g dung dịch polyetylenimin (Lupasol® G100, sản phẩm của BASF, sử dụng ở dạng như khi mua về) được cho thêm vào theo một bước. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt từ từ đến nhiệt độ 80°C trong 4 giờ. Sau khi polyme hóa mặt phân cách, 18g dung dịch amoniac và 0,4g Natrosol™ 250HX được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Thu được chế phẩm thơm được bao nang. Sự phân bố kích thước viên nang trung bình theo thể tích, thu được bằng các phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S, là $D(50) = 10\mu\text{m}$ và $D(90) = 30\mu\text{m}$. Hàm lượng chất rắn

của huyền phù đặc bằng 45% trọng lượng. Điện thế zeta (mV) bằng +38 mV.

Ví dụ 7: Sự ảnh hưởng của quá trình đến tính ổn định của các vi nang về sự khuếch tán trong môi trường chiết theo mô hình

Môi trường chiết theo mô hình là hệ thống gồm 1,8ml dung dịch nước chứa etanol với nồng độ ban đầu là 20% theo thể tích có mặt đồng thời với 10ml pha xyclohexan không trộn lẫn được.

Huyền phù đặc cần được đánh giá được pha loãng theo cách sao cho nồng độ chất thơm trong huyền phù đặc đã pha loãng bằng khoảng 10% trọng lượng và 200 microlit huyền phù đặc đã pha loãng này được cho vào lọ nhỏ.

Lọ nhỏ nêu trên được trộn theo chiều ngang trên thiết bị trộn có trục x,y nằm ngang hình elip vận hành với tốc độ 250 vòng/phút trong 4 giờ (tránh lắc theo hướng z).

Pha xyclohexan phía trên chứa chất thơm chiết được được phân tích bằng phương pháp phổ quang kế bằng cách sử dụng phổ kế UV/ánh sáng trông thấy. Nồng độ chất thơm được xác định bằng cách xác định cường độ UV/ánh sáng trông thấy đã hấp thụ ở bước sóng hấp thụ lớn nhất, giá trị này đã được xác định trước đó bằng cách sử dụng dung dịch chất thơm tham chiếu/xyclohexan có nồng độ đã biết. Dung dịch tham chiếu này được sử dụng làm chất chuẩn ngoại để định lượng chất thơm đã chiết được. Giá trị mức độ khuếch tán được xác định theo tỷ lệ % chất thơm đã bao nang thu hồi được trong pha hexan.

Các giá trị mức độ khuếch tán làm đại diện được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1: Giá trị mức độ khuếch tán của các chế phẩm thơm được bao nang khác nhau

Ví dụ	Mức độ khuếch tán trong môi trường chiết theo mô hình
Ví dụ 1	22 ± 8% trọng lượng
Ví dụ 2 (so sánh)	70% trọng lượng
Ví dụ 3	33 ± 17% trọng lượng
Ví dụ 4 (so sánh)	70% trọng lượng
Ví dụ 5	55 ± 5% trọng lượng
Ví dụ 6 (so sánh)	70% trọng lượng

Từ Bảng 1, có thể thấy rằng việc cho thêm các hợp chất polyisoxyanat vào pha nước thay vì hòa tan chúng từ trước trong pha hữu cơ (chất thơm) có tác dụng cải thiện tính ổn định của các vi nang đối với sự khuếch tán trong môi trường chiết theo mô hình.

Ví dụ 8: Sự ảnh hưởng của quy trình đối với đặc tính khứu giác của các vi nang

Các vi nang được cho vào nước xả vải dạng lỏng tiêu chuẩn, không có mùi thơm và được bảo quản trong 1 tháng ở nhiệt độ 37°C và 45°C. Lượng vi nang trong nước xả vải này là 0,5% trọng lượng.

35g chất nền được sử dụng trong máy giặt cửa ngang (dung tích 20 lít, chứa 1 kg khăn bông trong đó, tốt hơn là được giặt từ trước bằng sản phẩm giặt không có mùi thơm); chu trình xả nước được thực hiện ở nhiệt độ 20°C, sau đó là vắt khô.

Trong cả chu trình giặt và xả nước, tiến hành đánh giá về mặt khứu giác trước khi chà sát đối với sản phẩm giặt ướt được lấy ngay ra khỏi máy giặt và ở thời điểm sau 4 giờ. Để tiến hành việc đánh giá này, khăn bông được giặt ở chế độ giặt cẩn thận để làm giảm đến mức tối thiểu nguy cơ làm vỡ các vi nang về mặt cơ học. Sau khi phơi khô khăn bông trên dây phơi trong 24 giờ ở nhiệt độ trong phòng, tiến hành đánh giá về mặt khứu giác sau khi chà sát. Việc đánh giá này được thực hiện bằng cách chà sát nhẹ trên phần khác của chính khăn bông này. Đặc tính về khứu giác (cường độ mùi) được đánh giá bởi nhóm gồm 4 chuyên gia với thang điểm từ 1 đến 5 (1 = hầu như không phát hiện được mùi, 2 = cường độ mùi nhẹ, 3 = cường độ mùi trung bình, 4 = cường độ mùi mạnh và 5 = cường độ mùi rất mạnh). Nếu có liên quan, các nhận xét định tính về mức độ cảm nhận mùi được ghi lại

Các kết quả đánh giá đặc tính khứu giác được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2: Điểm số đánh giá về khứu giác đối với khăn khô (sau khi làm khô trong 24 giờ ở nhiệt độ trong phòng)

Ví dụ	Đặc tính khứu giác sau 2 tháng ở nhiệt độ 37°C		Đặc tính khứu giác sau 2 tuần ở nhiệt độ 45°C	
	Điểm số trước khi chà sát	Điểm số sau khi chà sát	Điểm số trước khi chà sát	Điểm số sau khi chà sát
Ví dụ 3	2	3	2	3
Ví dụ 4 (so sánh)	2	3	2	3
Ví dụ 5	1,2	1,3	0,8	1,1
Ví dụ 6 (so sánh)	0,7	0,5	0	0

Từ Bảng 2, có thể thấy rằng việc cho thêm các hợp chất polyisoxyanat vào pha nước thay vì hòa tan chúng từ trước trong pha hữu cơ (chất thơm) không làm ảnh hưởng tiêu cực đến đặc tính khứu giác của các mẫu sau khi bảo quản. Tính ổn định về khứu giác có thể còn được cải thiện, như trong trường hợp Ví dụ 5 so với Ví dụ 6.

Ví dụ 9: Sức căng bề mặt

Sức căng bề mặt của các pha nước chứa hợp chất isoxyanat được cải biến anion có thể phân tán trong nước khác nhau và/hoặc các polyme làm ổn định được xác định. Phép đo được thực hiện bằng cách sử dụng phương pháp còn được gọi là giọt treo. Thiết bị được sử dụng là thiết bị phân tích hình dạng giọt - DSA30, sản phẩm của công ty Krüss GmbH, Hamburg, Đức. Kết quả sức căng bề mặt được tính toán bằng phần mềm thiết bị được mô tả trong tài liệu Krüss Technical Note TN316e, tháng 10 năm 2010 và có sẵn, ví dụ, trên trang web:

https://www.kruss-scientific.com/fileadmin/user_upload/website/literature/kruss-tn316-en.pdf

Bảng 3: Sức căng bề mặt

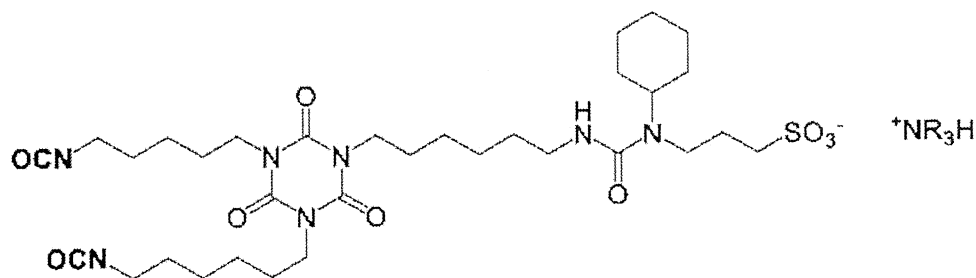
Chế phẩm pha lỏng	Sức căng bề mặt [mN/m]
Poly(vinylpyrrolidon) (PVP) K60 13% trọng lượng	67,7 ± 0,3
PVP K60 13% trọng lượng + Bayhydur™ XP2547 6% trọng lượng	55,8 ± 0,3
Floset™ DP CAPS 371L 10% trọng lượng	51,3 ± 0,3
Floset™ DP CAPS 371L 10% trọng lượng + Bayhydur™ XP2547 5% trọng lượng	47,6 ± 0,2

Từ Bảng 3, có thể thấy rằng việc cho thêm các hợp chất polyisoxyanat vào pha nước chứa polyme làm ổn định làm giảm sức căng bề mặt của pha nước này. Không bị ràng buộc về mặt lý thuyết, các kết quả này chứng minh rằng các hợp chất polyisoxyanat được cho thêm vào pha nước nằm trên phía nước của mặt phân cách nước/dầu, mà ở đó chúng tham gia vào quá trình nhũ hóa và có sẵn nhiều hơn cho phản ứng khác với polyamin trong khi tạo ra vi nang.

Các kết quả của sức căng bề mặt cho thấy rằng việc cho thêm sản phẩm Bayhydur XP2547 vào pha nước giúp kiểm soát cỡ hạt của nhũ tương, tạo ra cỡ hạt nhỏ hơn (ví dụ, 10µm so với 20µm).

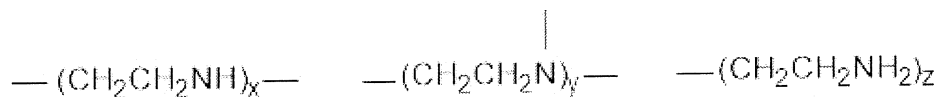
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình điều chế chế phẩm thơm được bao nang, chế phẩm này chứa nhiều vi nang được phân tán trong môi trường phân tán, các vi nang này bao gồm lớp nhân và lớp vỏ bao quanh nhân này, trong đó quy trình này bao gồm các bước lần lượt sau đây:
 - a) tạo ra pha nước (I) chứa ít nhất một hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A);
 - b) tạo ra pha hữu cơ (II) chứa ít nhất một thành phần thơm;
 - c) trộn lẫn pha nước (I) và pha hữu cơ (II) để thu được hỗn hợp;
 - d) tạo ra nhũ tương chứa các giọt nhỏ của pha hữu cơ (II) trong pha nước liên tục (I);
 - e) cho thêm ít nhất một amin đa chức;
 - f) tiến hành tạo ra lớp vỏ bao quanh các giọt nhỏ được tạo ra trong bước d) để thu được hệ phân tán của các vi nang;
 trong đó quy trình này còn bao gồm bước bổ sung:
 cho thêm hợp chất polyisoxyanat (B), hợp chất này khác với hợp chất polyisoxyanat (A).
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó hợp chất polyisoxyanat (B) được cho thêm trong bước c).
3. Quy trình theo điểm 1, trong đó hợp chất polyisoxyanat (B) được cho thêm sau bước c) và trước bước d).
4. Quy trình theo điểm 1, trong đó hợp chất polyisoxyanat (B) được cho thêm trong bước d).
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A) có công thức (1).



công thức (1).

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó pha nước (I) được tạo ra trong bước a) còn chứa chất trợ phân tán khác với hợp chất polyisoxyanat được cải biến anion (A), cụ thể là chất trợ phân tán không ion.
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó hợp chất polyisoxyanat (B) là polyisoxyanat không ion.
8. Quy trình theo điểm 7, trong đó polyisoxyanat không ion được chọn từ nhóm bao gồm dixyclohexylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat và isophoron diisoxyanat.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó amin đa chức là polyetylenimin chứa các đơn vị lặp lại có công thức sau đây



trong đó

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

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

z bằng 2+y.

10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó pha nước (I) còn chứa polyme cation.
11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó quy trình này

còn bao gồm bước:

cho thêm polyme cation.

12. Quy trình theo điểm 10 hoặc 11, trong đó polyme cation là copolyme lưỡng tính có nguồn gốc từ monome cation hoặc monome có thể tạo ra các cation, cụ thể là chứa ít nhất một nhóm amoni bậc bốn, monome anion hoặc monome có thể tạo ra các anion, cụ thể là trên cơ sở axit acrylic, axit metacrylic hoặc dẫn xuất của nó, và tùy ý, monome không ion.
13. Chế phẩm thơm được bao nang thu được bằng quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12.
14. Sản phẩm tiêu dùng chứa chế phẩm thơm được bao nang theo điểm 13, cụ thể là sản phẩm chăm sóc cơ thể, sản phẩm chăm sóc gia đình, hoặc sản phẩm chăm sóc khi giặt là.