



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

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

(11) 
1-0020531

(51)⁷ **C11D 1/46, 3/50, 3/37, 17/00**

(13) **B**

-
- (21) 1-2014-00628 (22) 12.07.2012
(86) PCT/EP2012/063728 12.07.2012 (87) WO2013/026620A1 28.02.2013
(30) PCT/CN2011/001419 25.08.2011 CN
(45) 25.02.2019 371 (43) 25.07.2014 316
(73) UNILEVER N.V. (NL)
Weena 455, NL-3013 AL Rotterdam, the Netherlands
(72) BARNETT Stuart Anthony (GB), HUNTER Robert Allan (GB), JONES Christopher
Clarkson (GB), JONES Craig Warren (GB), PAN Xiaoyun (CN), WANG Jinfang
(CN)
(74) Công ty TNHH Trần Hữu Nam và Đồng sự (TRAN H.N & ASS.)
-

(54) **CHẾ PHẨM DƯỠNG VẢI DẠNG LÔNG CHỨA CHẤT HỮU ÍCH ĐƯỢC BAO
VÀ PHƯƠNG PHÁP CẢI THIỆN TÍNH NHỚT CỦA CHẾ PHẨM DƯỠNG VẢI**

(57) **Sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng vải dạng lông chứa:**

(a) nền dưỡng vải chứa hoạt chất dưỡng vải, là một hợp chất amino bậc bốn,
và có độ pH từ 2,0 đến 5,0; và

(b) hạt chứa:

(b1) viên nang, trong đó chứa:

(x) lõi chứa chất hữu ích, và

(y) vỏ; và

(b2) lớp phủ chứa rượu polyvinyl được biến đổi;

trong đó rượu polyvinyl được biến đổi chứa:

(i) nhóm kỵ nước, được chọn từ chuỗi alkyl và chuỗi aryl, có từ 4 đến 16
nguyên tử cacbon; và

(ii) nhóm ưa nước được chọn từ chuỗi alkyl và một chuỗi aryl, nhóm ưa
nước này có từ 4 đến 16 nguyên tử cacbon và chứa một nhóm amin được chọn từ
amin bậc một, bậc hai và bậc ba, và

(iii) tỷ lệ mol các nhóm kỵ nước so với các nhóm ưa nước là từ 1:0,5 đến
1:10; và

trong đó hạt có tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là từ 1:1 đến
4:1; và

rượu polyvinyl được biến đổi có mức độ biến đổi tính kỵ nước từ 2,0 đến
15,0% mol, với điều kiện là với tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ từ
1:1 đến 1,25:1 thì mức độ biến đổi tính kỵ nước là từ 2 đến 10% mol.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các chất hữu ích được bao, đặc biệt là một hoặc nhiều các thành phần hương liệu, chúng được sử dụng trong hỗn hợp được chế biến theo công thức của các chế phẩm dưỡng vải. Chế phẩm chứa các hạt theo sáng chế đem đến các lợi ích về khả năng tương thích và tính nhót cũng như độ bền lâu của hương liệu.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hương liệu là một trong những thành phần đắt nhất trong các sản phẩm giặt là và mùi thơm của nó là một trong những thuộc tính quan trọng nhất và đó là lý do để chọn mua giữa các thương hiệu giặt. Một công nghệ được biết đến trong việc cung cấp việc lưu giữ mùi thơm lâu dài của hương liệu là việc sử dụng các viên nang hương liệu melamin-formaldehyt. Các viên nang lưu trữ một lượng lớn hương liệu và có thể làm phát tán hương liệu khi cọ xát.

Công bố WO2004/031271 của tác giả sáng chế bộc lộ các lớp màng PVOH được biến đổi với độ dày trung bình được ưu tiên từ 50 đến 500 micron, được sử dụng để làm ra các viên nang. Các viên nang tốt hơn là chứa từ 0,5 ml đến 100 ml của một nguyên liệu như chất dưỡng giặt tẩy.

Công bố WO2009/103576 của tác giả sáng chế đề cập đến một hạt có đường kính nhỏ hơn 2 mm chứa một chất hữu ích, ví dụ như hương liệu, và một nguyên liệu tạo màng polyme hòa tan trong nước được biến đổi với một nhóm dẫn xuất mang điện; theo đó tấm màng vẫn không bị thay đổi về căn

bản với sự có mặt của chất hoạt đông bề mặt và tan rã khi nồng độ của chất hoạt động bề mặt giảm đáng kể, do đó giải phóng chất hữu ích.

Công bố WO 2005/103215 bộc lộ chất dưỡng vải dạng lỏng ổn định khi lưu trữ chứa hợp chất làm mềm vải bậc bốn và các hạt bao nang polyme, còn được bao phủ thêm với polyme cation.

Công bố US 2006/039934 bộc lộ chế phẩm chứa vi nang được bao phủ thêm với PVOH-copolyme.

Công bố WO2009/103615 của tác giả sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng vải có độ pH nhỏ hơn 7, chứa một chất dưỡng amoni bậc bốn, một chất bao nang hữu ích, được thực hiện, ít nhất một phần, từ một loại polyme gốc formaldehyt, và ít nhất một phần từ một loại polyme không gốc formaldehyt, và một chất tẩy tạp formaldehyt.

Tuy nhiên, chúng tôi đã xác định được một vấn đề khi viên nang được thêm vào các chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng. Các chế phẩm dưỡng vải biểu hiện sự kém ổn định, đặc biệt là khi lưu trữ, có xu hướng tăng đáng kể độ nhớt và các chế phẩm dưỡng vải trở nên khó khăn khi đổ. Vấn đề này càng trầm trọng hơn với việc lưu trữ lâu dài và dưới những thay đổi và sự khắc nghiệt của nhiệt độ.

Chúng ta đã thấy rằng các bao nang hương liệu với một công nghệ lớp phủ dựa trên PVOH được biến đổi (mPVOH) có thể giải quyết vấn đề. Các viên nang được phủ có khả năng tương thích tốt hơn với các chất dưỡng vải để độ nhớt của chế phẩm dưỡng vải được duy trì ở mức hợp lý. Do đó sự lưu giữ lâu dài của hương liệu có thể đạt được mà không cần phải làm giảm chất lượng của sản phẩm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng chứa:

(a) nền dưỡng vải chứa một hoạt chất dưỡng vải mà là hợp chất amoni bậc bốn, và có độ pH từ 2,0 đến 5,0; và

(b) hạt chứa:

(b1) bao nang, trong đó chứa:

(x) lõi chứa một chất hữu ích, và

(y) vỏ, và

(b2) lớp phủ chứa một rượu polyvinyl được biến đổi;

trong đó rượu polyvinyl được biến đổi chứa:

(i) nhóm kỵ nước, được chọn từ một chuỗi alkyl và một chuỗi aryl, có từ 4 đến 16 nguyên tử cacbon; và

(ii) nhóm ưa nước được chọn từ một chuỗi alkyl và một chuỗi aryl, nhóm ưa nước này có từ 4 đến 16 nguyên tử cacbon và chứa một nhóm amin được chọn từ một amin bậc một, bậc hai và bậc ba, và

(iii) tỷ lệ mol của các nhóm kỵ nước so với các nhóm ưa nước là từ 1:0,5 đến 1:10; và

trong đó hạt có tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ nằm trong khoảng từ 1:1 đến 4:1; và rượu polyvinyl được biến đổi có mức độ biến đổi tính kỵ nước từ 2,0 đến 15,0% mol, với điều kiện là tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là từ 1:1 đến 1,25:1, mức độ của sự biến đổi tính kỵ nước là từ 2 đến 10% mol.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất một phương pháp cải thiện tính nhớt của chế phẩm dưỡng vải lỏng, trong đó chế phẩm dưỡng vải chứa hạt chứa một lõi chứa một chất hữu ích và một vỏ; bao gồm bước cung cấp hạt với một lớp phủ chứa rượu polyvinyl được biến đổi như được định nghĩa trong khía cạnh đầu tiên của sáng chế, và trong đó hạt có tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ nằm trong khoảng từ 1:1 đến 4:1; và rượu polyvinyl được biến đổi có mức độ biến đổi tính kỵ nước là từ 2,0 đến 15,0 % mol, với điều kiện là tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là từ 1:1 đến 1,25:1, mức độ biến đổi tính kỵ nước là từ 2 đến 10 % mol, và trong đó chế phẩm dưỡng vải lỏng chứa hợp chất amoni bậc bốn.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất quy trình dưỡng vải bao gồm bước cho vải tiếp xúc với chế phẩm được định nghĩa trong khía cạnh đầu tiên của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Để sáng chế có thể được hiểu rõ hơn, nó được mô tả dưới đây với sự tham chiếu đặc biệt tới những khía cạnh được ưu tiên của các yếu tố cụ thể theo sáng chế.

Nền dưỡng vải

Nền dưỡng vải chứa một hoạt chất dưỡng vải và có độ pH từ 2,0 đến 5,0, tốt hơn là từ 2,5 đến 4,5, tốt nhất là từ 2,5 đến 4,0.

Hoạt chất dưỡng vải

Các hoạt chất dưỡng vải (còn được gọi ở đây là hoạt chất làm mềm vải) là hợp chất amoni bậc bốn.

Chế phẩm dưỡng vải của sáng chế có thể được pha loãng hoặc cô đặc. Các sản phẩm của sáng chế chứa từ 2% đến khoảng 50% hoạt chất dưỡng

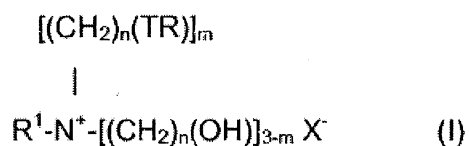
vải. Các sản phẩm loãng thường chứa đến khoảng 8%, thường là từ 2% đến 8% trọng lượng hoạt chất làm mềm vải, trong khi các sản phẩm cô đặc có thể chứa đến khoảng 50% trọng lượng, tốt hơn là từ khoảng 8,5% đến khoảng 50%, tốt hơn nữa là từ 8% đến 25% trọng lượng hoạt chất.

Hoạt chất làm mềm được ưu tiên để sử dụng trong các chế phẩm xử lý giặt rửa của sáng chế là một hợp chất amoni bậc bốn (QAC). Chất dưỡng vải amoni bậc bốn được ưu tiên để sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế được gọi là "este bậc bốn".

Các nguyên liệu được ưu tiên đặc biệt là các hợp chất amoni bậc bốn trietanolin liên kết este (TEA) chứa một hỗn hợp của các thành phần liên kết mono, di và tri-este.

Thông thường, các hợp chất làm mềm vải gốc TEA chứa một hỗn hợp của các dạng mono, di- và tri-este của hợp chất mà thành phần liên kết di-este chứa không quá 70% tính theo trọng lượng của hợp chất làm mềm vải, tốt hơn là không quá 60 % tính theo trọng lượng của hợp chất làm mềm vải và ít nhất 10% thành phần liên kết monoeste. Một loại hoạt chất dạng hóa rắn được ưu tiên có sự phân phối mono:di:tri este điển hình là trong khoảng từ 12 đến 25 mono: từ 55 đến 65 di: từ 15 đến 27 tri. Một TEA bậc bốn mềm có thể có một sự phân phối mono: di: tri este điển hình là từ 25% đến 45%, tốt hơn là từ 30% đến 40% mono: từ 45% từ 60%, tốt hơn là từ 50% đến 55% di: và từ 5% đến 25% , tốt hơn là từ 10% đến 15% tri; ví dụ 40:60:10.

Một nhóm đầu tiên của các hợp chất amoni bậc bốn (các QAC) phù hợp để sử dụng trong sáng chế có công thức (I):



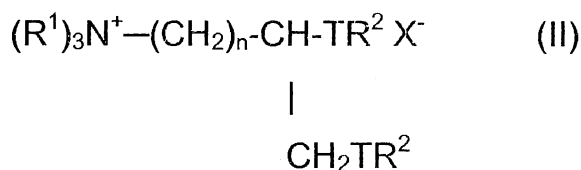
trong đó mỗi R được chọn độc lập từ một nhóm C_{5-35} alkyl hoặc alkenyl; R^1 là một nhóm C_{1-4} alkyl, C_{2-4} alkenyl hoặc C_{1-4} hydroxyalkyl, T nói chung là O-CO (nghĩa là một nhóm este liên kết với R qua nguyên tử cacbon của nó), nhưng cách khác có thể là CO-O (tức là một nhóm este liên kết với R qua nguyên tử oxy của nó); n là một số được chọn từ 1 đến 4; m là một số được chọn từ 1, 2, hoặc 3, và X^- là một ion trái dấu anion, chẳng hạn như halogen hoặc alkyl sulphat, ví dụ như clorua hoặc metylsulphat. Biến thể di-este của công thức I (tức là $m = 2$) được ưu tiên và thường có chất tương tự mono- và tri-este kết hợp với chúng. Những nguyên liệu này là đặc biệt thích hợp để sử dụng trong sáng chế.

Các chất đặc biệt được ưu tiên là chế phẩm rất giàu các di-este của trietanolamoni metylsulphat, hay còn gọi là "este TEA bậc bốn".

Các ví dụ thương mại thích hợp chứa Stepantex™ UL85 của Stepan, Prapagen™ TQL của Clariant, và Tetranyl™ AHT-1 của Kao, (cả di-[este mỡ cứng] của trietanolamoni metylsulphat), AT-1 (di-[este mỡ động vật] của trietanolamoni metylsulphat), và L5/90 (di-[este từ cây cọ] của trietanolamoni metylsulphat), cả hai đều của Kao, và Rewoquat™ WE15 (di-este của trietanolamoni metylsulphat có axyl béo dư lượng phát sinh từ các axit béo không bão hòa $C_{10}-C_{20}$ và $C_{16}-C_{18}$), của tập đoàn WITCO.

Ngoài ra, các hoạt chất amoni mềm bậc bốn như Stepantex VK90, Stepantex VT90, SP88 (của Stepan), Ceca Noramin, Prapagen TQ (của Clariant), Dehyquart AU-57 (của Cognis), Rewoquat WE18 (của Degussa) và Tetranyl L190 P, Tetranyl L190 SP và Tetranyl L190 S (tất cả của Kao) là phù hợp.

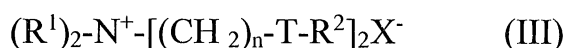
Một nhóm thứ hai của QAC phù hợp để sử dụng trong sáng chế có công thức (II):



trong đó mỗi nhóm R^1 độc lập được chọn từ nhóm C_{1-4} alkyl, hydroxyalkyl hoặc C_{2-4} alkenyl, và trong đó mỗi nhóm R^2 độc lập được chọn từ nhóm C_{8-28} alkyl hoặc alkenyl; và trong đó n , T , và X^- như được định nghĩa ở trên.

Các nguyên liệu được ưu tiên của nhóm thứ hai này bao gồm 1,2-*bis*[tallowoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua, 1,2-*bis*[tallowoyloxy cứng]-3-trimethylamoni propan clorua, 1,2-*bis*[oleoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua, và 1,2-*bis*[stearoyloxy]-3-trimethylamoni propan clorua. Các nguyên liệu như vậy được mô tả trong US 4,137,180 (Lever Brothers). Tốt hơn là, các nguyên liệu này cũng chứa một lượng tương ứng mono-este.

Một nhóm thứ ba của các QAC phù hợp để sử dụng trong sáng chế có công thức (III):



trong đó mỗi nhóm R^1 độc lập được chọn từ nhóm C_{1-4} alkyl, C_{2-4} alkenyl, và trong đó mỗi nhóm R^2 độc lập được chọn từ nhóm C_{8-28} alkyl hoặc alkenyl và n , T , và X^- như được định nghĩa ở trên. Các nguyên liệu được ưu tiên của nhóm thứ ba này bao gồm *bis*(2-tallowoyloxyetyl)dimethyl amoni clorua, các dạng cứng và cứng một phần của chúng.

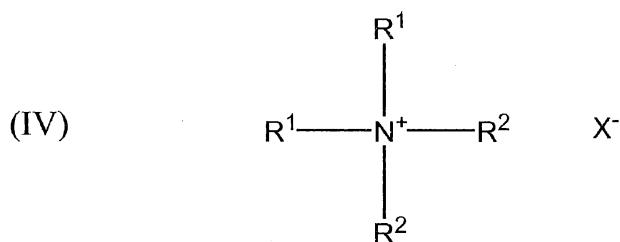
Trị số i-ốt của nguyên liệu dưỡng vải amoni bậc bốn tốt hơn là từ 0 đến 80, tốt hơn nữa là từ 0 đến 60, và tốt nhất là từ 0 đến 45. Trị số i-ốt có thể được lựa chọn cho phù hợp. Về cơ bản nguyên liệu bão hoà có một trị số i-ốt từ 0 đến 5, tốt hơn là từ 0 đến 1 có thể được sử dụng trong các chế phẩm

của sáng chế. Các nguyên liệu này được gọi là các hợp chất amoni bậc bốn "được làm cứng".

Một loạt các trị số i-ốt được ưu tiên hơn nữa là từ 20 đến 60, tốt hơn là 25 đến 50, tốt hơn nữa là từ 30 đến 45. Một nguyên liệu thuộc loại này là một hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin "mềm", tốt hơn là trietanolamin di-alkyleste metylsulphat. Hợp chất amoni bậc bốn trietanolamin liên kết este chứa chuỗi béo không bão hòa.

Trị số i-ốt được sử dụng trong phạm vi của sáng chế này để đo mức độ không bão hòa của nguyên liệu bằng phương pháp quang phổ NMR như mô tả trong Anal. Chem., 34, 1136 (1962) Johnson và Shoolery.

Một loại nữa của hợp chất làm mềm là nguyên liệu amoni bậc bốn không este có công thức (IV):



trong đó mỗi nhóm R^1 độc lập được chọn từ các nhóm C_{1-4} alkyl, hydroxyalkyl hoặc C_{2-4} alkenyl; nhóm R^2 độc lập được chọn từ các nhóm C_{8-28} alkyl hoặc alkenyl, và X^- như được định nghĩa ở trên.

Các chất dẫn xuất đường dầu

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa một loại nguyên liệu làm mềm không cation, tốt hơn là một chất dẫn xuất đường dầu. Một chất dẫn xuất đường dầu là một dẫn xuất lỏng hoặc rắn mềm của vòng polyol (CPE) hoặc của sacarit bị khử (RSE), chất dẫn xuất này được tạo ra từ 35 đến 100% các nhóm hydroxyl trong polyol hoặc sacarit được este hóa hoặc ete hoá.

Các dẫn xuất có hai hoặc nhiều este hoặc nhóm ete độc lập gắn liền với một C_8 - C_{22} alkyl hoặc chuỗi alkenyl. Thuận lợi là, CPE hay RSE không có bất kỳ đặc tính kết tinh đáng kể nào ở 20°C . Thay vào đó nó ở một trạng thái rắn lỏng hoặc lỏng như được xác định ở 20°C .

CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm (như định nghĩa dưới đây) thích hợp để sử dụng trong sáng chế thu được từ 35 đến 100% của các nhóm hydroxyl của vòng polyol hoặc saccharit khử ban đầu được este hóa hoặc ete hóa với các nhóm sao cho các CPE hoặc RSE ở trong trạng thái lỏng hoặc rắn mềm như yêu cầu. Những nhóm này thường chứa các độ dài của các chuỗi không bão hòa, mạch nhánh hoặc hỗn hợp.

Thông thường các CPE hoặc RSE có 3 hoặc nhiều hơn nhóm este hoặc ete hoặc các hỗn hợp của chúng, ví dụ từ 3 đến 8, đặc biệt là từ 3 đến 5. Nó được ưu tiên nếu hai hoặc nhiều hơn các nhóm este hoặc ete của CPE hoặc RSE là độc lập với nhau và gắn liền với một chuỗi C_8 đến C_{22} alkyl hoặc alkenyl. Các nhóm C_8 đến C_{22} alkyl hoặc nhóm alkenyl có thể là chuỗi cacbon mạch nhánh hoặc mạch thẳng.

Tốt hơn là 35 đến 85% các nhóm hydroxyl, tốt nhất là từ 40 đến 80%, thậm chí tốt hơn nữa là từ 45 đến 75%, chẳng hạn như từ 45 đến 70% là este hóa hoặc ete hóa.

Tốt hơn là CPE hoặc RSE chứa ít nhất 35% tri este hoặc cao hơn, ví dụ như ít nhất là 40%.

CPE hoặc RSE có ít nhất một trong các chuỗi độc lập gắn liền với các nhóm este hoặc ete mà có ít nhất một liên kết không bão hòa. Đây là cách có lợi về chi phí khi sản xuất CPE và RSE lỏng hoặc rắn mềm. Tốt hơn là các chuỗi chất béo không bão hòa có thể được dẫn xuất từ, ví dụ, dầu nho, dầu

hạt bông, dầu đậu nành, axit oleic, mỡ động vật, axit palmitoleic, axit linoleic, eruxic hoặc các nguồn khác của các axit béo thực vật chưa bão hòa, được gắn liền với các nhóm este/ete.

Những chuỗi được đề cập dưới đây là các chuỗi este hoặc ete (của CPE hoặc RSE).

Các chuỗi este hoặc ete của CPE hoặc RSE chủ yếu tốt hơn là không bão hòa. Các CPE hoặc RSE được ưu tiên chứa tetratallowat sucroza, tetrapeat sucroza, tetraoleat sucroza, tetraeste sucroza của dầu đậu tương hoặc dầu hạt bông, tetraoleat xelobioza, tri-oleat sucroza, tri-apeat sucroza, pentaoleat sucroza, pentarapeat sucroza, hexa-oleat sucroza, hexa-rapeat sucroza, tri-este sucroza, penta-este và hexa-este của dầu đậu tương hoặc dầu hạt bông, tiroleat glucoza, tetraoleat glucoza, xyloza trioleat, hoặc sucroza tetra-, tri-, penta-hexa-este với bất kỳ hỗn hợp của các chuỗi axit béo không bão hòa. Các CPE được ưu tiên nhất hoặc RSE là những chất có axit béo không bão hòa đơn chuỗi, tức là chất mà chất đa bất bão hòa bất kỳ đã được gỡ bỏ bởi một phần hydro. Tuy nhiên, một số CPE hoặc RSE dựa trên chuỗi axit béo đa không bão hòa, ví dụ như sucroza tetralinoleat, có thể được sử dụng khi hầu hết chất đa không bão hòa đã được loại bỏ một phần bởi hydro hóa.

Tốt nhất là các CPE hoặc RSE lỏng là hợp chất bất kỳ ở trên nhưng trong đó poly không bão hòa đã được gỡ bỏ thông qua việc hydro hóa một phần.

Tốt hơn là 40% hoặc nhiều hơn các chuỗi axit béo có chứa một liên kết không bão hòa, tốt hơn nữa là 50% hoặc nhiều hơn, tốt nhất là 60% hoặc nhiều hơn. Trong hầu hết các trường hợp từ 65% đến 100%, ví dụ như 65% đến 95% có chứa một liên kết không bão hòa.

Các CPE tốt hơn được sử dụng trong sáng chế. Inositol là một ví dụ được ưu tiên của một vòng polyol. Các dẫn xuất inositol đặc biệt được ưu tiên.

Trong phạm vi của sáng chế này, thuật ngữ vòng polyol chứa tất cả các dạng sacarit. Thật vậy các sacarit đặc biệt được ưu tiên để sử dụng trong sáng chế này. Ví dụ các sacarit được ưu tiên đối với CPE hoặc RSE được bắt nguồn từ mono-sacarit và di-sacarit.

Ví dụ về các monosacarit chứa xyloza, arabinoza, galactoza, fructoza, sorboza và glucoza. Glucoza đặc biệt được ưu tiên. Ví dụ về các di-sacarit chứa maltoza, lactoza, xelobioza và sucroza. Sucroza đặc biệt được ưu tiên. Một ví dụ về sacarit khử là sorbitan.

Các CPE lỏng hoặc rắn mềm có thể được điều chế bằng các phương pháp được biết đến bởi người có trình độ trong lĩnh vực kỹ thuật. Phương pháp này bao gồm axyl hóa của vòng polyol hoặc sacarit khử với axit clorua, chuyển hóa este của este của axit béo của vòng polyol hoặc sacarit khử sử dụng nhiều chất xúc tác; axyl hóa của vòng polyol hoặc sacarit khử với axit anhydrit và axyl hóa của vòng polyol hoặc sacarit khử với một axit béo. Xem ví dụ của US 4 386 213 và AU 14416/88 (cả hai của P&G).

Tốt hơn là, nếu CPE hoặc RSE có 3 hoặc nhiều hơn, tốt hơn là 4 hoặc nhiều hơn các nhóm este hoặc ete. Nếu CPE là một disacarit nó được ưu tiên nếu disacarit có 3 hoặc nhiều hơn các nhóm este hoặc ete. Đặc biệt là, các CPE tốt hơn là các este với độ este hóa từ 3 đến 5, ví dụ, tri-, tetra- và penta-este sucroza.

Khi vòng polyol là một hợp chất nhóm đường khử, nó là lợi thế nếu mỗi vòng của CPE có một nhóm ete hoặc este, tốt nhất là tại vị trí C₁. Ví dụ

thích hợp của các hợp chất như vậy bao gồm các chất dẫn xuất methyl glucoza.

Ví dụ về các chất CPE phù hợp bao gồm các este của alkyl(poly)glucozit, đặc biệt là este alkyl glucozit có mức độ polyme hoá 2.

Chiều dài của chuỗi không bão hòa (và bão hòa nếu có) trong CPE hoặc RSE là C_8-C_{22} , tốt hơn là $C_{12}-C_{22}$. Nó có thể chứa một hoặc nhiều chuỗi C_1-C_8 , tuy nhiên điều này không được ưu tiên.

Các CPE hoặc RSE lỏng hoặc rắn mềm phù hợp để sử dụng trong các sáng chế được mô tả như là nguyên liệu có tỷ lệ rắn:lỏng nằm trong khoảng giữa 50:50 và 0:100 ở 20°C được xác định bởi T2 thời gian nghỉ NMR, tốt hơn là giữa 43:57 và 0:100, tốt nhất là giữa 40:60 và 0:100, chẳng hạn như, 20:80 và 0:100. Thời gian nghỉ NMR T2 thường được sử dụng cho việc mô tả tỷ lệ rắn:lỏng trong các sản phẩm mềm rắn như chất béo và bơ thực vật. Với mục đích của sáng chế, bất kỳ thành phần nào có tín hiệu T2 dưới 100 μs được coi là thành phần rắn và bất cứ thành phần nào có $T2 \geq 100 \mu s$ được coi là thành phần lỏng.

Đối với các CPE và RSE, các tiền tố (ví dụ như tetra và penta) chỉ cho biết mức độ trung bình của este hóa. Các hợp chất tồn tại như hỗn hợp các nguyên liệu khác nhau, từ các mono-este đến este hóa hoàn toàn. Đó là mức độ trung bình của este hóa được sử dụng ở đây để xác định CPE và RSE.

HLB của CPE hay RSE thường là nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Ở đây, tốt hơn là các CPE hoặc RSE có mặt trong chế phẩm với một lượng từ 0,5 đến 50% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm, tốt hơn nữa là từ 1 đến 30%, chẳng hạn như từ 2 đến 25%, ví dụ như từ 2 đến 20%.

Các CPE và RSE để sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế bao gồm tetraoleat sucroza, pentaerucat sucroza, tetraerucat sucroza và pentaoleat sucroza.

Hạt

Hạt chứa một viên nang và một lớp phủ. Viên nang chứa một lõi chứa một chất hữu ích và một vỏ; và lớp phủ chứa một rượu polyvinyl được biến đổi.

Hạt đặc biệt được ưu tiên là có kích thước từ 0,2 đến 50 micron, tốt hơn nữa là từ 2 đến 50 micron.

Viên nang

Viên nang (còn được gọi ở đây là một "vi nang") chứa lõi và vỏ.

Vỏ chứa một loại nguyên liệu bao phù hợp, ví dụ bao gồm aminoplast, protein, polyuretan, polyacrylat, polymetacrylat, polysacarit và các chất gồm.

Các polyme bao được ưu tiên bao gồm các polyme được hình thành từ melamin formaldehyt hoặc ure formaldehyt ngưng tụ, cũng như các loại tương tự của aminoplast. Tốt nhất là vỏ chứa melamin formaldehyt.

Ngoài ra, các vi nang có thể được điều chế bằng phương pháp sự tụ giọt đơn giản hay phức tạp. Các vi nang có vỏ chứa polyuretan, polyamit, polyolefin, polysacarit, protein, silicon, chất béo, chất gồm, polyacrylat, polystyren, và các polyeste khác hoặc cũng có thể là sự kết hợp của các nguyên liệu này.

Quy trình phổ biến được sử dụng để bao aminoplast được bộc lộ ở US Patent số 3,516,941 mặc dù được biết rằng sẽ có thể có nhiều biến đổi đối

với các nguyên liệu và các bước quy trình. Quy trình phổ biến được sử dụng để bao gelatin được bộc lộ trong US Patent số 2,800,457 mặc dù được biết rằng có thể có nhiều biến đổi đối với nguyên liệu và các bước quy trình. Cả hai quy trình được thảo luận trong việc bao hương liệu để sử dụng trong các sản phẩm tiêu dùng trong US Patent các số 4,145,184 và 5,112,688 tương ứng.

Phương pháp bao có thể cung cấp các khoảng trống dạng lỗ hổng hoặc kẽ hở tùy thuộc vào các kỹ thuật bao được sử dụng.

Các viên nang hương liệu được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật và phù hợp để sử dụng trong sáng chế chứa một vỏ chứa một mạng lưới liên kết ngang ba chiều của một loại nhựa aminoplast, cụ thể hơn là một polyme axit acrylic được thể hoặc ko được thể hoặc copolyme liên kết ngang với một ure-formaldehyt hoặc một melamin-formaldehyt trước khi ngưng tụ.

Sự hình thành vi nang sử dụng cơ chế tương tự như cơ chế đã nói ở trên, sử dụng (i) melamin-formaldehyt hoặc ure-formaldehyt trước khi ngưng tụ và (ii) polymer có chứa đơn vị vinyl monomeric được thể có các gốc nhóm chức cho proton (ví dụ nhóm axit sulfonic hoặc cacboxylic anhydrit). Phương pháp này đã được bộc lộ trong Patent US 4,406,816 B (nhóm axit sulfonic 2-acrylamido-2-metyl-propan), Patent GB 2,062,570 A (nhóm axit sulfonic styren) và GB 2,006,709 A (nhóm axit cacboxylic anhydrit).

Đối với các chế phẩm lỏng, các viên nang có thể được sử dụng dưới dạng của huyền phù, mà tốt hơn là chứa khoảng 40% các chất rắn. Lượng huyền phù 40% như vậy được sử dụng trong chế phẩm lên đến 10%, tốt hơn là từ 0,1 đến 5%, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 2% trọng lượng của tổng chế phẩm.

Kích thước hạt và đường kính trung bình của các viên nang có thể thay đổi từ khoảng 10 nanomet đến khoảng 1000 micron, tốt hơn là từ khoảng 50 nanomet đến khoảng 100 micron, tốt hơn nữa là từ khoảng 2 đến khoảng 40 micron, thậm chí tốt hơn nữa là từ khoảng 4 đến 15 micron. Khoảng đường kính được đặc biệt ưu tiên là từ khoảng 5 đến 10 micron, ví dụ 6-7 micron. Sự phân phối viên nang có thể hẹp, rộng hoặc đa phương thức. Sự phân phối đa phương thức có thể bao gồm các loại khác nhau của chất hóa học viên nang.

Chất hữu ích

Trong các chế phẩm và các phương pháp được mô tả ở đây, các chất hữu ích là hợp chất kỵ nước có thể cung cấp một hiệu ứng hữu ích cho sợi vải.

Các chất hữu ích được ưu tiên theo sáng chế có ClogP lớn hơn 0,5.

Các chất hữu ích được ưu tiên bao gồm hương liệu, chất bôi trơn hay bất kỳ nguyên liệu dầu nào khác. Các chất hữu ích được đặc biệt ưu tiên bao gồm, nhưng không bị giới hạn bởi, những chất sau đây:

a) dầu silicon, nhựa, và các chất biến đổi của chúng như polydimethylsiloxan mạch thẳng hoặc vòng, amino-được biến đổi, axyl, aryl, và dầu silicon alkylaryl, chất mà tốt hơn là có độ nhớt lớn hơn 50.000 cst;

b) các thành phần hương liệu chứa hương liệu, nước hoa, và các loại tinh dầu và nhựa, và các nguyên liệu thơm đặc biệt;

c) các hoạt chất chống nắng hữu cơ, ví dụ, xinatamat octylmetoxy;

d) các chất kháng khuẩn, ví dụ, 2-hydroxy-4,2,4- tricodiphenylete;

e) các dung môi este, ví dụ, isopropyl myristat;

- f) các chất béo và chất nền lipit, ví dụ, cholesterol;
- g) các hydrocacbon như parafin, petrolatum, và dầu khoáng
- h) dầu cá và dầu thực vật;
- i) các chiết xuất của thực vật kỵ nước;
- j) sáp;
- k) các bột màu bao gồm hợp chất vô cơ với bề mặt được biến đổi kỵ nước và/hoặc được phân tán trong dầu hoặc chất lỏng kỵ nước, và;
- l) các este đường, chẳng hạn như polyeste sucroza (SPE).

Các chất hữu ích ưu tiên nhất là các thành phần hương liệu. Thành phần hương liệu bao gồm cả các nguyên liệu có mùi thơm và các nguyên liệu có mùi thơm đặc biệt.

Các hương liệu

Hương liệu thông thường có mặt với lượng từ 10 đến 85% tính trên tổng trọng lượng của hạt, tốt hơn là từ 20 đến 75% tính trên tổng trọng lượng của hạt. Hương liệu phù hợp có trọng lượng phân tử khoảng từ 50 đến 500.

Các hợp chất hữu ích của hương liệu chứa các nguyên liệu có gốc tự nhiên và tổng hợp. Chúng bao gồm các hợp chất đơn và hỗn hợp của chúng. Ví dụ cụ thể của các thành phần này có thể được tìm thấy trong các tài liệu hiện tại, ví dụ như, trong Handbook of Flavor Ingredients, 1975 của Fenaroli, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, được viết bởi MB Jacobs, được chỉnh sửa bởi Van Nostrand, hoặc Perfume and Flavor Chemicals của S. Arctander 1969, Montclair, NJ (USA). Những chất này cũng được biết đến với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực về hương liệu, hương vị, và/ hoặc các sản phẩm tiêu dùng tạo mùi thơm, tức là truyền mùi và/ hoặc

một hương vị hay vị để sản phẩm tiêu dùng tạo hương thơm hoặc hương vị theo cách truyền thống, hoặc biến đổi mùi và/ hoặc mùi vị cho sản phẩm tiêu dùng này.

Hương liệu ở đây không chỉ có nghĩa là một sản phẩm hương thơm được đưa vào công thức đầy đủ, mà còn chọn các thành phần của hương thơm đó, đặc biệt là những loại dễ bị mất, chẳng hạn như loại được là "hương đầu tiên".

Hương đầu tiên được xác định bởi Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Các ví dụ về hương đầu phổ biến bao gồm các loại dầu cây quýt, linalol, linalyl axetat, hoa oải hương, dihydromyrcenol, oxit hoa hồng và cis-3-hexanol. Các hương đầu tiên thường chiếm từ 15% đến 25% trọng lượng của ete hương liệu và trong các phương án của sáng chế có chứa mức độ gia tăng của các hương đầu tiên dự kiến là ít nhất 20% trọng lượng có mặt trong bao nang.

Các thành phần hương liệu tiêu biểu mà thuận lợi để bao, chứa các thành phần có nhiệt độ sôi tương đối thấp, tốt hơn là các ete có nhiệt độ sôi thấp hơn 300, tốt hơn nữa là từ 100 đến 250°C.

Cũng thuận lợi để bao các thành phần hương liệu mà có LogP thấp (ví dụ những chất mà sẽ bị phân chia trong nước), tốt hơn là có LogP dưới 3.0. Những nguyên liệu này, ở nhiệt độ sôi tương đối thấp và LogP tương đối thấp được gọi là các thành phần hương liệu "chậm tỏa hương" và chứa các nguyên liệu sau đây:

Alilic caproat, amyl axetat, amyl propionat, anisic aldehyt, anisol, benzaldehyt, benzyl axetat, benzyl axeton, rượu benzyl, benzyl format, benzyl iso valerat, benzyl propionat, beta gamma hexenol, gồm long não.

laevo-carvon, d-carvon, rượu xinamic, xinamyl format, cis-jasmon, cis-3-hexenyl axetat, rượu cuminic, xyclal c, dimetyl benzyl carbinol, dimetyl benzyl carbinol axetat, etyl axetat, etyl axetat axeto, etyl keton amyl, etyl benzoat, etyl butyrat, etyl hexyl keton, etyl axetat phenyl, eucalyptol, eugenol, fenchyl axetat, flor axetat (trixyclo dextrin axetat), fruten (trixyclo dextrin propionat), geraniol, hexenol, hexenyl axetat, hexyl axetat, hexyl format, rượu hydratropic, hydroxyxitronellal, indon, rượu isoamyl, isomenton, isopulegyl axetat, isoquinolon, ligustral, linalool, oxit linalool, linalyl format, menton, mentyl axetphenon, metyl amyl keton, metyl anthranilat, metyl benzoat, metyl axetat benyl, metyl eugenol, metyl heptenon, metyl heptine cacbonat, metyl heptyl keton, metyl hexyl keton, metyl phenyl carbiny axetat, metyl salixylat, metyl-n-metyl anthranilat, nerol, octalacton, rượu octyl, p-cresol, p-cresol metyl ete, p-metoxaxetophenon, p-metylaxetophenon, phenoxy etanol, phenyl axetaldehyt, phenyl etyl axetat, rượu phenyl etyl, etyl phenyl dimetyl carbinol, prenyl axetat, propyl bornat, pulegon, oxit hoa hồng, safrol, 4 terpinenol, alpha-terpinenol, và/ hoặc viridin.

Thông thường nhiều thành phần hương liệu cùng có mặt trong chế phẩm được điều chế theo công thức. Trong các bao nang của sáng chế, ước tính sẽ có bốn hoặc nhiều hơn, tốt hơn là năm hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là sáu hoặc nhiều hơn hoặc thậm chí bảy hoặc nhiều hơn các thành phần hương liệu khác nhau từ danh sách các hương liệu chậm tỏa hương được đưa ra ở trên trong hương liệu được bao.

Một nhóm các hương liệu khác mà sáng chế có thể áp dụng được gọi là các nguyên liệu "trị liệu bằng tinh dầu". Những nguyên liệu này gồm nhiều thành phần được sử dụng trong quá trình tạo hương liệu, chứa các

thành phần từ các loại tinh dầu chính như cây xô thơm, bạch đàn, phong, oải hương, triết xuất vỏ nhục đậu khấu, dầu hoa cam, hạt nhục đậu khấu, bạc hà, lá violet ngọt và nữ lang. Bằng phương pháp của sáng chế các nguyên liệu này có thể được chuyển tới cho các sản phẩm dệt sẽ được mặc hoặc tiếp xúc với cơ thể con người (ví dụ như khăn tay và khăn trải giường).

Các viên nang sử dụng trong sáng chế cũng có thể chứa một loại dầu của chất mang trong lõi. Dầu phải phù hợp với chất hữu ích, mà tốt hơn là một hương liệu. Các loại dầu làm chất mang nên là nguyên liệu kỵ nước mà có thể trộn lẫn trong các tài liệu hương liệu được sử dụng trong sáng chế. Các loại dầu thích hợp là những loại có ái lực hợp lý với các hóa chất hương liệu. Nguyên liệu phù hợp bao gồm, nhưng không giới hạn, dầu triglyxerit, mono và diglyxerit, dầu khoáng, dầu silicon, dietyl phthalat, polyalpha olefin, dầu thầu dầu và isopropyl myristat. Tốt hơn là, dầu là dầu triglyxerit, tốt nhất dầu capric/caprilic triglyxerit.

Viên nang cũng có thể chứa một chất độn. Chất độn thích hợp có thể là vô cơ, hữu cơ hoặc hỗn hợp của cả hai bao gồm nhưng không giới hạn, ví dụ, xenluloza vi tinh thể, các axit béo chuỗi dài, silica kết tủa và khói, đất sét tự nhiên và tổng hợp, nano-metaol, cacbon đen, bột màu, kẽm sulfua, zinc pyrythron, bari sulfat, oxit nhôm, lignin, sulfat lignin, canxi cacbonat và đá talc.

Lớp phủ

Lớp phủ chứa một rượu polyvinyl được biến đổi.

Rượu polyvinyl được biến đổi

Rượu polyvinyl biến đổi (m-PVOH) có nguồn gốc từ rượu polyvinyl gốc (còn gọi ở đây là rượu polyvinyl ban đầu, và được gọi tên là PVOH).

Một ví dụ về một PVOH phù hợp là Mowiol range (tên nhãn hiệu), của Kuraray Specialities Europe GmBh.

Rượu polyvinyl gốc tốt hơn là có trọng lượng phân tử từ 1.000 đến 300.000, tốt hơn từ 2.000 đến 100.000, tốt nhất là từ 2.000 đến 75.000.

Các PVOH biến đổi chứa:

(A) một nhóm kỵ nước, được chọn từ một chuỗi alkyl và aryl, có từ 4 đến 16, tốt hơn là từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon; các nhóm kỵ nước tốt hơn là một chuỗi alkyl; và

(B) một nhóm ưa nước được chọn từ một chuỗi alkyl và aryl, có từ 4 đến 16, tốt hơn là từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon và chứa một nhóm amin được chọn từ một amin bậc một, bậc hai và bậc ba, tốt hơn là amin bậc một. Nhóm ưa nước được ưu tiên là một alkyl amin .

Trong phạm vi của sáng chế này, alkyl được thiết kế để phủ các nhóm chức bão hòa và không bão hòa, tốt hơn là bão hòa.

Tỷ lệ mol của các nhóm kỵ nước với các nhóm ưa nước là từ 1:0,5 đến 1:10, tốt hơn nữa là từ 1:1,5 đến 1:7 và tốt nhất 1:2 đến 1:7, dựa trên mức độ thay đổi của nhóm OH trên rượu polyvinyl ban đầu.

Nhóm kỵ nước

Nhóm kỵ nước được gắn vào rượu polyvinyl ban đầu bằng phản ứng của PVOH ban đầu với một loại nguyên liệu phù hợp gốc (nguyên liệu gốc này cũng được nhắc đến ở đây như nguyên liệu gốc loại HB).

Nhóm kỵ nước là tốt hơn là có mặt trong rượu polyvinyl ở mức từ 2,0% mol đến 15% mol, tốt hơn từ 2,0% mol đến 14% mol, tốt nhất là từ 2,0

đến 13% mol. Các % mol dựa trên số lượng các nhóm OH có trong rượu polyvinyl ban đầu (chưa biến đổi).

Tốt hơn là, nguyên liệu gốc loại HB lựa chọn từ aldehyt, axetan, ketal, este, các hợp chất hữu cơ flo, ete, alkan, alken và các hợp chất thơm, mà còn chứa các nhóm kỵ nước mong muốn phù hợp với sáng chế, tốt nhất là aldehyt và axetal.

Nhóm ưa nước

Nhóm ưa nước được gắn vào rượu polyvinyl ban đầu bằng phản ứng của PVOH ban đầu với một loại nguyên liệu phù hợp gốc (gốc cho biết các tài liệu cũng được gọi ở đây là một loại HL nguyên liệu gốc).

Tốt hơn là, các loại nguyên liệu HL gốc được chọn từ một chất có ClogP từ 0,5 đến 6, tốt hơn nữa là từ 1 đến 6 và tốt nhất là từ 2 đến 6, ví dụ từ 3 đến 5.

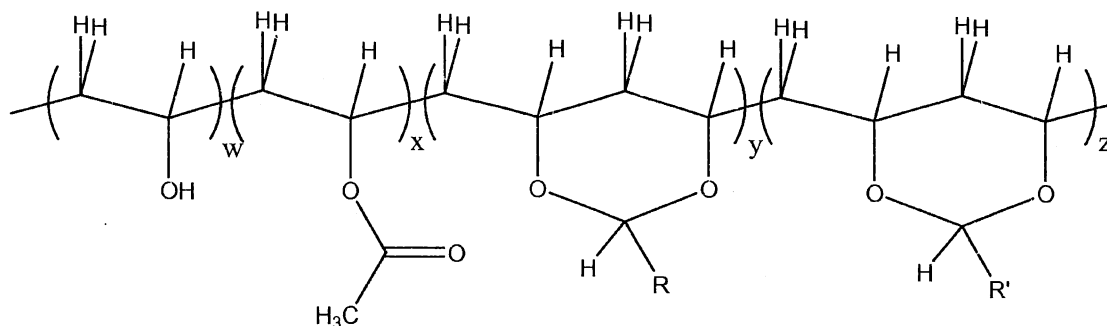
Trong phạm vi của sáng chế, ClogP được tính toán bằng cách sử dụng các phương pháp được đưa ra trong: Ghose, Viswanadhan và Wendoloski, Prediction of Hydrophobic (Lipophilic) Properties of Small Organic Molecules Using Fragment Methods: An Analysis of AlogP and CLogP Methods. J. Phys. Chem. A, 1998, 102, 3762-3772. Phương pháp này được thực hiện trong phần mềm: "Pipeline Pilot", có sẵn từ SciTegic, một công ty con phụ thuộc toàn bộ vào Accelrys, Inc.

Nhóm ưa nước là tốt hơn là có mặt trong rượu polyvinyl ở một mức độ ít nhất từ 0,1% đến 20% mol, tốt hơn là từ 5% đến 18 % mol, tốt nhất là từ 8% đến 15 % mol. % mol dựa trên số lượng các nhóm OH có mặt trong rượu polyvinyl ban đầu (chưa biến đổi).

Các nhóm ưu tiên có thể được bắt nguồn từ các nguyên liệu gốc loại HL được chọn từ aldehyt, axetan, ketal, este, các hợp chất hữu cơ được flo hóa, ete, alkan, alken, các hợp chất thơm, mà còn chứa các nhóm ưa nước mong muốn phù hợp với sáng chế.

Các nhóm gốc loại HL đặc biệt ưu tiên là các aldehyt như: amino-butyraldehyt, amino-octyl aldehyt, amino-dodexyl aldehyt, amino-2-etyl hexanal, amino-xyclohexan cacboxy-aldehyt, amino-xitral, amino-propionaldehyt, amin (2 -metoxyetoxi) axetaldehyt, amino-dimetylaxetal và amino-benzaldehyt, mặc dù nó sẽ được rõ ràng với người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật rằng các nhóm gốc phù hợp khác có ClogP cần thiết cũng rất thích hợp để sử dụng trong sáng chế.

Một mPVOH đặc biệt ưu tiên để sử dụng trong sáng chế có thể được đại diện bởi công thức sau:



Trong đó R là nhóm kỵ nước và R' là nhóm ưa nước (amin).

Nhóm ưa nước (R') tốt hơn là được dẫn xuất từ một hoặc nhiều hợp chất sau:

4 aminobutyraldehyt dimetyl axetan,

aminoaxetaldehyt dietyl axetan,

anilinoaxetaldehyt dietyl axetan,

N, N-dimetylformamit dimetyl axetan,
N-dietyl benzylaminoaxetaldehyt axetan,
aminoaxetaldehyt dimetyl axetan,
pyridin-4-cacboxaldehyt,
1-metylpyrol-2-cacboxaldehyt,
pyridin-2-cacboxaldehyt,
4-dimetylaminobenzaldehyt,
4-dietylaminobenzaldehyt,
pyrol-2-cacboxaldehyt,
2-clobenzaldehyt thiosemicacbazon,
pyridin-3-cacboxaldehyt,
indol-3-cacboxaldehyt,
3,5-dinitrosalixylaldehyt,
2-phenylindol-3-cacboxaldehyt,
4-dimetylamino-xinamaldehyt,
4-dimetylaminobutyraldehyt dietyl axetan,
5-cloindol-3-cacboxaldehyt,
indol-5-cacboxaldehyt,
1-metylbenzimidazol-2-cacboxaldehyt,
2-(2,2,2-trimetylaxetamido)pyridin-3-cacboxaldehyt,
2-amino-5-iodopyridin-3-cacboxaldehyt,

3-aminopyridin-4-carboxaldehyd,
4-aminopyridin-3-carboxaldehyd,
4-amino-5-iodopyridin-3-carboxaldehyd,
2-chloro-4-iodopyridin-3-carboxaldehyd,
5-bromo-2-methoxypyridin-3-carboxaldehyd,
2-methoxypyridin-3-carboxaldehyd,
2-ethoxypyridin-3-carboxaldehyd,
2-isopropoxypyridin-3-carboxaldehyd,
2-(cyclopropylmethoxy)pyridin-3-carboxaldehyd,
2-chloropyridin-4-carboxaldehyd,
2-n-propoxypyridin-3-carboxaldehyd,
2-cyclopentylloxypyridin-3-carboxaldehyd,
2-(2,2,2-trifluoroethoxy)pyridin-3-carboxaldehyd,
6-(1-pyrrolidino)pyridin-3-carboxaldehyd,
6-(1-piperidino)pyridin-3-carboxaldehyd,
6-cyclopentyl-oxypyridin-3-carboxaldehyd,
6-cyclohexylloxypyridin-3-carboxaldehyd,
5-bromopyridin-2-carboxaldehyd,
2-(3-dimethylaminopropoxy)benzaldehyd,
1,3,5-trimethyl-1H-pyrazol-4-carboxaldehyd,
5-benzyloxy-6-azaindol-3-carboxaldehyd,

3-(p-tolyl)-1H-pyrazol-4-carboxaldehyt,

N-dimetyl metylaminoaxetaldehyt axetan, dimethylaminoaxetaldehyt
dietyl axetan,

4-Diethylaminosalixylaldehyt,

4-aminobutyraldehyt dietyl axetan,

2-amino-5-clobenzaldehyt,

2-bromopyritin-4-carboxaldehyt,

2-aminopyridin-3-carboxaldehyt, và

4-dimethylaminobenzaldehyt.

Sẽ có một số nhóm axetat có mặt trong PVOH được biến đổi, phát sinh từ các nguyên liệu PVOH ban đầu. Những nhóm này thường có mặt với lượng từ 1 đến 12 % mol, tốt hơn là từ 1 đến 2 % mol, tính trên tổng số lượng của các nhóm OH có mặt trong nguyên liệu PVOH ban đầu.

Nhóm kỵ nước (R) là tốt nhất được dẫn xuất từ một hoặc nhiều hợp chất: butyraldehyt, octyl aldehyt, dodecyl aldehyt, hexanal 2-etyl, xyclohexan cacboxy-aldehyt, xitral, propionaldehyt, (2-metoxyetoxy) axetaldehyt dimethylaxetal, và benzaldehyt.

Các hạt có tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ trong khoảng từ 1:1 đến 4:1, tốt hơn là từ 1:1 đến 3:1. Trong một phương án khác được ưu tiên, tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là trong khoảng từ 2:1 đến 4:1.

Rượu polyvinyl được biến đổi có một mức độ biến đổi của tính kỵ nước từ 2,0 đến 15,0% mol với điều kiện là tỷ lệ trọng lượng của viên nang

so với lớp phủ khoảng 1:1, tốt hơn là từ 1:1 đến 1,25:1, mức độ biến đổi của tính kỵ nước là từ 2 đến 10 % mol.

Các thành phần PVOH biến đổi tùy chọn :

Nó có thể thuận lợi cho PVOH biến đổi được đề xuất là có cấu trúc polyme liên kết ngang. Mức độ liên kết ngang nên được giữ ở mức thấp để tránh sự hình thành của một nguyên liệu không hòa tan.

Các chất liên kết ngang đặc biệt thích hợp bao gồm formaldehyt; polyeste; epoxit; amidoamin; anhydrit; phenol; isoxyanat; este vinyl; uretan; polyimit; aryl; bis(metacrylkoxypopyl) tetrametylsiloxan (styren, metylmetacrylat); n-diazopyruvat; axit phenylboronic; cis-platin; divinylbenzen; polyamit; dialdehyt; xyanurat triallyl; N-(2-ethanesulfonyl) halogen pyridinium; tetraalkyltitanat, hỗn hợp của các titanat và borat hoặc các zirconat; ion đa năng lượng Cr, Zr, Ti; dialdehyt, diketon; phức rượu của các organotitanat, các zircoat và borat và đồng (II) phức hợp. Cho lớp màng dựa trên PVOH, các chất liên kết ngang ưu tiên là một oxit kim như borat, telurat, asenat, và tiền thân của nó. Các liên kết ngang khác được biết chứa các ion vanadyl, ion titan ở trạng thái hóa trị cộng ba, hoặc ion permanganat (bộc lộ trong patent US 3,518,242). Các liên kết ngang thay thế được đưa ra trong cuốn sách: Polyvinylalcohol - Properties and applications, Chương 9 của C.A. Finch (John Wiley & Sons, New York, 1973).

Quy trình sản xuất:

Sự biến đổi của polyme có thể được thực hiện bằng một loạt các quy trình đã biết. Ví dụ trong sản xuất của PVOH được biến đổi, một dung dịch

có tính axit của PVOH (tốt hơn là hình thành ở nhiệt độ trên 80°C) được phản ứng ở khoảng 70°C với aldehyt/axetal (tốt hơn là được bổ sung từng giọt). Sau khi bổ sung các thành phần, phản ứng được tiến hành trong vài giờ tại STP.

PVOH biến đổi sản xuất như nêu trên của sáng chế có thể được thêm vào huyền phù bao nang trước khi thêm vào sản phẩm cuối cùng, hoặc nó có thể được thêm vào hỗn hợp có chứa các bao nang. Quá trình thông thường được ưu tiên.

Các thành phần khác

Các chất đồng làm mềm và các chất tạo phức béo

Các chất đồng làm mềm có thể được sử dụng. Khi được sử dụng, các chất đồng làm mềm thường có mặt từ 0,1 đến 20% và đặc biệt là ở mức 0,5 đến 10%, tính trên tổng trọng lượng của hợp chất. Các chất đồng làm mềm được ưu tiên chứa các este béo, và N-oxit béo. Các este béo có thể được sử dụng chứa các monoeste béo, như glyxerol monostearat, este đường béo, chẳng hạn như những chất được bộc lộ trong WO 01/46361 (Unilever).

Chế phẩm sử dụng trong sáng chế có thể chứa một chất tạo phức béo.

Các chất tạo phức béo đặc biệt thích hợp bao gồm các rượu béo và các axit béo. Trong số này, rượu béo là tốt nhất.

Nguyên liệu tạo phức béo có thể được sử dụng để cải thiện độ nhớt của chế phẩm.

Axit béo được ưu tiên bao gồm axit béo mỡ động vật cứng (phổ biến theo tên thương mại Pristerene TM, của Uniqema). Rượu béo được ưu tiên

bao gồm rượu mỡ cứng (có sẵn dưới tên thương mại Stenol™ và Hydrenol™, của Cognis và Laurex™ CS, Albright và Wilson).

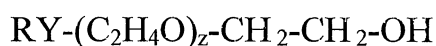
Chất tạo phức béo tốt hơn là có mặt với lượng lớn hơn 0,3-5% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm. Tốt hơn nữa là, thành phần chất béo có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,4 đến 4%. Tỷ lệ trọng lượng của thành phần mono-este của nguyên liệu làm vải mềm amoni bậc bốn với chất tạo chất phức béo, tốt hơn là từ 5:1 đến 1:5, tốt hơn nữa là từ 4:1 đến 1:4, tốt nhất là từ 3:1 đến 1:3, ví dụ như từ 2:1 đến 1:2.

Chất hoạt động bề mặt không ion

Các chế phẩm có thể chứa thêm một chất hoạt động bề mặt không ion. Thông thường những chất hoạt động bề mặt này có thể được thêm vào với mục đích ổn định các chế phẩm. Đặc biệt thích hợp cho các chế phẩm chứa các hợp chất amoni bậc bốn cứng.

Các chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp bao gồm các sản phẩm cộng của etylen oxit và/hoặc propylen oxit với rượu béo, axit béo và các amin béo. Bất cứ hợp chất nào được alkoxylat hóa của loại đặc biệt được mô tả sau đây có thể được sử dụng như các chất hoạt động bề mặt không ion.

Các chất hoạt động bề mặt thích hợp là chất hoạt động bề mặt tan trong nước có công thức chung sau:



trong đó R được chọn từ nhóm bao gồm chuỗi alkyl bậc một, bậc hai và mạch nhánh và/ hoặc các nhóm hydrocacbyl axyl (khi $Y = -C(O)O$, $R \neq$ một nhóm hydrocacbyl axyl); các nhóm hydrocacbyl alkenyl chuỗi bậc một, bậc hai và mạch nhánh; các nhóm hydrocacbyl phenolic được thế alkenyl

bậc một, bậc hai và mạch nhánh; các nhóm hydrocacbyl có chiều dài chuỗi từ 8 đến 25, tốt hơn là từ 10 đến 20, ví dụ như 14 đến 18 nguyên tử cacbon.

Trong công thức chung cho chất hoạt động bề mặt không ion được etoxilat hóa, Y thường là:



trong đó R có ý nghĩa như nêu trên hoặc có thể là hydro, và Z là ít nhất khoảng 8, tốt hơn là khoảng 10 hoặc 11.

Tốt hơn là chất hoạt động bề mặt không ion có HLB từ khoảng 7 đến khoảng 20, tốt hơn nữa là từ 10 đến 18, ví dụ như 12 đến 16. Genapol™ C200 (Clariant) dựa trên chuỗi dừa và nhóm 20 EO là một ví dụ của một chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp.

Nếu có, chất hoạt động bề mặt không ion có mặt với lượng từ 0,01 đến 10%, tốt hơn là từ 0,1 đến 5% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Thuốc nhuộm bóng

Thuốc nhuộm bóng tùy chọn có thể được sử dụng. Thuốc nhuộm ưu tiên là màu tím hoặc xanh. Các dòng phù hợp và ưu tiên của thuốc nhuộm sẽ được thảo luận dưới đây. Hơn nữa các hợp chất amoni bậc bốn không bão hòa là đối tượng tự động oxy hóa gốc xúc tác bởi một số mức độ của ánh sáng tia cực tím và/ hoặc ion kim loại chuyển tiếp, có nguy cơ kèm theo là gây vàng ố vải. Sự có mặt của thuốc nhuộm bóng cũng làm giảm nguy cơ vàng ố từ nguồn này.

Thuốc nhuộm bóng khác nhau cho cấp độ khác nhau của màu. Do đó, mức độ thuốc nhuộm bóng có mặt trong chế phẩm theo sáng chế phụ thuộc vào loại thuốc nhuộm bóng. Phạm vi tổng thể được ưu tiên, phù hợp với

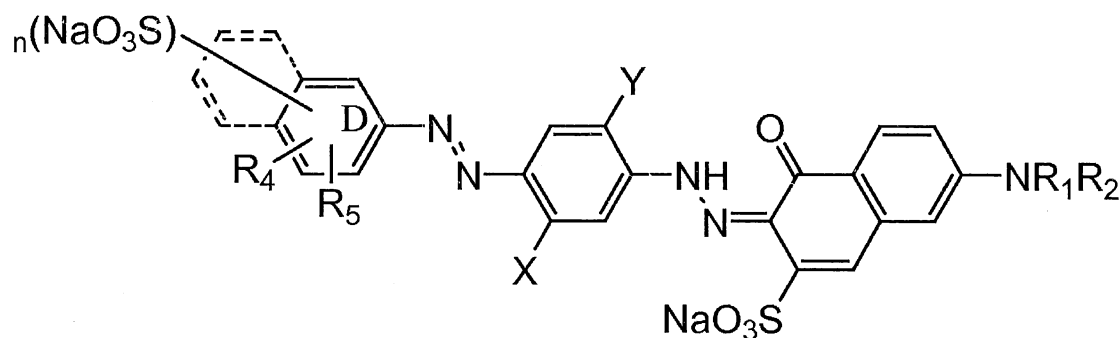
sáng chế là 0,00001 đến 0,1% trọng lượng, tốt hơn nữa là 0,0001 đến 0,01% trọng lượng, tốt nhất là 0,0005 đến 0,005% trọng lượng tính trên trọng lượng của tổng chế phẩm.

Các thuốc nhuộm trực tiếp

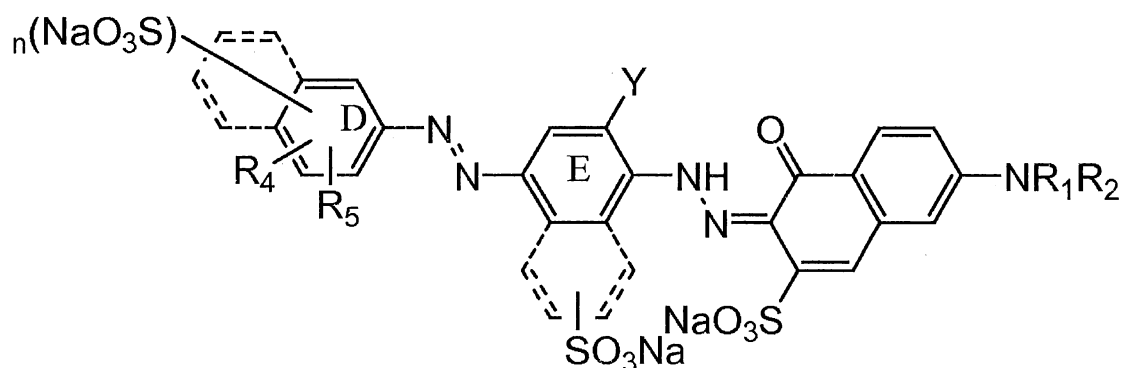
Thuốc nhuộm trực tiếp (hay còn gọi là thuốc nhuộm chính) là những loại thuốc nhuộm hòa tan trong nước có độ kết dính với sợi và được hấp thụ trực tiếp. Các thuốc nhuộm màu xanh da trời và màu tím trực tiếp được ưu tiên.

Tốt hơn là, thuốc nhuộm bis-azo hoặc tris-azo được sử dụng.

Tốt nhất là, thuốc nhuộm trực tiếp là một thuốc nhuộm màu tím trực tiếp có cấu trúc sau đây:



hoặc



trong đó:

vòng D và E có thể độc lập là naphtyl hoặc phenyl như trong hình cấu trúc;

R_1 được chọn từ: hydro và C_1 - C_4 -alkyl, tốt hơn là hydro;

R_2 được chọn từ: hydro, C_1 - C_4 -alkyl, phenyl được thế hoặc không được thế và naphtyl được thế hoặc không được thế, tốt hơn là phenyl;

R_3 và R_4 được lựa chọn độc lập từ: hydro và C_1 - C_4 -alkyl, tốt hơn là hydro hoặc metyl;

X và Y được lựa chọn độc lập từ: hydro, C_1 - C_4 -alkyl và C_1 - C_4 -alkoxy; tốt hơn là thuốc nhuộm có X = metyl; và, Y = metoxy và n là 0, 1 hoặc 2, tốt hơn là 1 hoặc 2.

Thuốc nhuộm được ưu tiên là màu tím trực tiếp 7, màu tím trực tiếp 9, màu tím trực tiếp 11, tím trực tiếp 26, màu tím trực tiếp 31, tím trực tiếp 35, màu tím trực tiếp 40, màu tím trực tiếp 41, màu tím trực tiếp 51, và màu tím trực tiếp 99. Đồng bis-azo có chứa các thuốc nhuộm như thuốc nhuộm màu tím trực tiếp 66 có thể được sử dụng.

Thuốc nhuộm bazơ hóa benziden ít được ưu tiên.

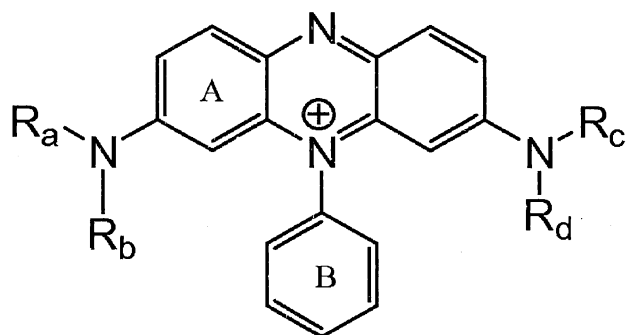
Tốt hơn là thuốc nhuộm trực tiếp có mặt với lượng 0,00001% trọng lượng đến 0,0010% trọng lượng của chế phẩm.

Theo một phương án khác thuốc nhuộm trực tiếp có thể là liên kết hóa trị với thuốc tẩy quang, ví dụ như được mô tả trong WO2006/024612.

Các thuốc nhuộm axit

Các thuốc nhuộm riêng biệt axit cho bông đem lại những lợi ích cho hàng may mặc chứa bông. Các thuốc nhuộm và hỗn hợp của thuốc nhuộm được ưu tiên là màu xanh da trời hoặc tím. Thuốc nhuộm axit được ưu tiên là:

(i) các thuốc nhuộm azin, trong đó thuốc nhuộm có cấu trúc cốt lõi sau đây:



trong đó R_a , R_b , R_c and R_d được chọn từ: H, một chuỗi C_1 - C_7 -alkyl mạch nhánh hoặc mạch thẳng, benzyl phenyl, và naphtyl;

thuốc nhuộm màu được thể bằng ít nhất một nhóm SO_3 hoặc nhóm $-COO^-$;

vòng B không mang nhóm điện tích âm hoặc muối của chúng;

và vòng A có thể được thể nữa để tạo thành một naphtyl;

chất nhuộm màu tùy ý được thể bằng các nhóm được chọn từ: amin, metyl, etyl, hydroxyl, metoxy, etoxy, phenoxy, Cl, Br, I, F, và NO₂.

Các thuốc nhuộm azin được ưu tiên là: axit xanh da trời 98, axit tím 50, và axit xanh da trời 59, tốt hơn nữa là axit tím 50 và axit xanh da trời 98.

Các thuốc nhuộm axit không azin được ưu tiên khác là axit tím 17, axit đen 1 và axit xanh da trời 29.

Tốt hơn là thuốc nhuộm axit có mặt từ 0,0005% trọng lượng đến 0,01% trọng lượng của chế phẩm.

Các thuốc nhuộm kỵ nước

Chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều các thuốc nhuộm kỵ nước được chọn từ benzodifuran, metin, triphenylmetan, naphthalimit, pyrazol, naphthoquinon, anthraquinon và các chromophor thuốc nhuộm mono-azo hoặc di-azo. Các thuốc nhuộm kỵ nước là thuốc nhuộm không chứa bất kỳ nhóm hòa tan trong nước mang điện tích nào. Các thuốc nhuộm kỵ nước có thể được chọn từ các nhóm dung môi và phân tán. Thuốc nhuộm mono-azo và anthraquinon màu xanh da trời và màu tím được ưu tiên.

Các thuốc nhuộm được ưu tiên bao gồm tím dung môi 13, tím phân tán 27, tím phân tán 26, tím phân tán 28, tím phân tán 63 và tím phân tán 77.

Tốt hơn là thuốc nhuộm kỵ nước có mặt với lượng 0,0001% trọng lượng đến 0,005% trọng lượng của công thức.

Thuốc nhuộm bazơ:

Các thuốc nhuộm bazơ là các thuốc nhuộm hữu cơ mang điện tích thực dương. Chúng lắng đọng vào bông. Chúng là lợi ích đặc biệt cho việc sử dụng trong chế phẩm có chứa chủ yếu là các chất hoạt động bề mặt

cation. Các thuốc nhuộm có thể được chọn từ các thuốc nhuộm bazơ tím và bazơ xanh da trời được liệt kê trong Chỉ số màu quốc tế.

Các ví dụ được ưu tiên bao gồm các thuốc nhuộm bazơ triarylmetan, các thuốc nhuộm bazơ metan, các thuốc nhuộm bazơ anthraquinon, màu xanh bazơ 16, màu xanh bazơ 65, màu xanh bazơ 66, màu xanh bazơ 67, màu xanh bazơ 71, màu xanh bazơ 159, màu tím bazơ 19, màu tím bazơ 35, màu tím bazơ 38, màu tím bazơ 48, màu xanh bazơ 3, màu xanh bazơ 75, màu xanh bazơ 95, màu xanh bazơ 122, màu xanh bazơ 124, màu xanh bazơ 141.

Thuốc nhuộm phản ứng

Các thuốc nhuộm phản ứng là các thuốc nhuộm có chứa một nhóm hữu cơ có khả năng phản ứng với xenluloza và liên kết thuốc nhuộm với xenluloza bằng một liên kết cộng hóa trị. Chúng lắng đọng vào bông.

Tốt hơn là nhóm phản ứng được thủy phân hoặc nhóm phản ứng của thuốc nhuộm đã phản ứng với một chất hữu cơ như một polyme, để liên kết thuốc nhuộm với chất hữu cơ này. Các thuốc nhuộm có thể được chọn từ các thuốc nhuộm màu tím phản ứng và màu xanh phản ứng được liệt kê trong Chỉ số màu quốc tế.

Các ví dụ được ưu tiên chứa màu xanh da trời phản ứng 19, màu xanh da trời phản ứng 163, màu xanh da trời phản ứng 182 và màu xanh da trời phản ứng 96.

Thuốc nhuộm liên hợp

Các thuốc nhuộm liên hợp được hình thành bằng cách kết hợp các thuốc nhuộm bazơ hoặc axit trực tiếp với các polyme hoặc các hạt thông qua lực vật lý.

Phụ thuộc vào sự lựa chọn của polyme hoặc hạt chúng lắng đọng lên bông hoặc các sợi tổng hợp. Phần mô tả được đưa ra trong WO2006/055787. Chúng không được ưu tiên.

Các thuốc nhuộm đặc biệt được ưu tiên là: màu tím trực tiếp 7, màu tím trực tiếp 9, màu tím trực tiếp 11, màu tím trực tiếp 26, màu tím trực tiếp 31, màu tím trực tiếp 35, màu tím trực tiếp 40, màu tím trực tiếp 41, màu tím trực tiếp 51, màu tím trực tiếp 99, axit màu xanh 98, axit màu tím 50, axit màu xanh 59, axit màu tím 17, axit màu đen 1, axit màu xanh 29, dung môi tím 13, tím phân tán 27, tím phân tán 26, tím phân tán 28, tím phân tán 63, tím phân tán 77 và các hỗn hợp của chúng.

Hương liệu

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều hương liệu nếu muốn. Tốt hơn là hương liệu có mặt với lượng từ 0,01 đến 10% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 5% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 4,0%, tốt nhất là từ 0,15 đến 4,0% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Các thành phần hữu ích của hương liệu chứa các các nguyên liệu có nguồn gốc tự nhiên và tổng hợp. Chúng bao gồm các hợp chất đơn lẻ và các hỗn hợp. Các ví dụ cụ thể của các thành phần này có thể được tìm thấy trong các tài liệu hiện tại, ví dụ như, Handbook of Flavor Ingredients của Fenaroli, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947 viết bởi M. B. Jacobs, do Van Nostrand biên tập; hoặc Perfume and Flavor Chemicals của S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (USA) Hoa Kỳ). Những chất này được biết đến rộng rãi bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực tạo hương liệu,

mùi thơm và/hoặc các sản phẩm tiêu dùng tạo hương thơm, tức là, trong việc truyền một mùi và/ hoặc một hương vị hoặc vị giác cho một sản phẩm tiêu dùng theo cách truyền thống được tạo hương thơm hay tạo mùi vị thơm, hoặc thay đổi mùi và/ hoặc hương vị của sản phẩm tiêu dùng nêu trên.

Hương liệu ở đây không chỉ có nghĩa là một sản phẩm hương thơm được chế biến đầy đủ theo công thức, mà còn được chọn từ các thành phần của hương thơm đó, đặc biệt là những loại dễ bị mất, chẳng hạn như loại được gọi là "hương đầu tiên".

Hương đầu tiên được xác định bởi Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Các ví dụ về các hương đầu tiên phổ biến chứa các loại dầu cây quýt, linalool, linalyl axetat, hoa oải hương, dihydromyrcenol, oxit hoa hồng và cis-3-hexanol. Hương đầu tiên thường chiếm từ 15% đến 25% trọng lượng của chế phẩm hương liệu và trong các phương án của sáng chế có chứa một mức độ gia tăng của các hương đầu tiên dự kiến là ít nhất 20% trọng lượng có mặt trong bao nang.

Một số hoặc tất cả các loại hương liệu hoặc hương liệu có thể được bao, các thành phần hương liệu đặc trưng mà thuận lợi để bao, bao gồm các hương liệu có điểm sôi tương đối thấp, tốt hơn là những thành phần có điểm sôi thấp hơn 300, tốt hơn là 100 đến 250°C và hương liệu có thể sản xuất các thành phần như vậy.

Nó cũng là thuận lợi để bao các thành phần hương liệu có clog P thấp (tức là những thành phần sẽ được phân chia trong nước), tốt hơn với một clog P nhỏ hơn 3,0. Các hương liệu có điểm sôi tương đối thấp và clog P tương đối thấp được gọi là các thành phần hương liệu "chậm tỏa hương" và bao gồm các nguyên liệu sau đây:

Alilic caproat, amyl axetat, amyl propionat, anisic aldehyt, anisol, benzaldehyt, benzyl axetat, benzyl axeton, rượu benzyl, benzyl format, benzyl iso valerat, benzyl propionat, beta gamma hexenol, long não gum, laevo-carvon, d-carvon, rượu xinamic, xinamyl format, cis-jasmon, cis-3-hexenyl axetat, rượu cuminic, xyclal c, dimetyl benzyl carbinol, dimetyl benzyl carbinol axetat, etyl axetat, etyl axetat axeto, etyl keton amyl, etyl benzoat, etyl butirat, etyl hexyl keton, etyl axetat phenyl, eucalyptol, eugenol, fenchyl axetat, flor axetat (trixyclo dhexenyl axetat), fruten (tricyclco dhexenyl propionat), geraniol, hexenol, hexenyl axetat, hexyl axetat, hexyl format, rượu hydratropic, hydroxyxitronellal, indon, rượu isoamyl, iso menton, isopulegyl axetat, isoquinolon, ligustral, linalool, linalool oxit, linalyl format, menton, mentyl axetphenon, metyl amyl keton, metyl anthranilat, metyl benzoat, metyl axetat benyl, metyl eugenol, metyl heptenon, metyl heptine cacbonat, metyl heptyl keton, metyl hexyl keton, metyl phenyl carbinyll axetat, metyl salixylat, metyl-n-metyl anthranilat, nerol, octalacton, octyl rượu, p-cresol, p-cresol metyl ete, p-metoxaxetophenon, p-metyl axetophenon, phenoxy etnol, phenyl axetaldehyt, phenyl etyl axetat, rượu phenyl etyl , etyl phenyl dimetyl carbinol, prenyl axetat, propyl bornat, pulegon, oxit hoa hồng, safrol, 4 terpinenol, alpha-terpinenol, và/ hoặc viridin.

Các thành phần hương liệu không bao được ưu tiên là những thành phần hương liệu kỵ nước với ClogP trên 3. Như sử dụng ở đây, thuật ngữ "ClogP" có nghĩa là logarit được tính toán đến bazơ 10 của hệ số phân chia octanol/ nước (P). Hệ số phân chia octanol/nước của một nguyên liệu hương liệu thô (PRM) là tỷ lệ giữa nồng độ cân bằng của nó trong octanol và nước. Cho rằng trị số này là tỷ lệ giữa nồng độ cân bằng của một PRM trong một

dung môi không phân cực (octanol) với nồng độ của nó trong một dung môi phân cực (nước), ClogP cũng là một thước đo của tính kỵ nước của nguyên liệu – trị số ClogP càng cao, tính kỵ nước của nguyên liệu càng cao. Các trị số ClogP có thể dễ dàng tính toán bởi một chương trình gọi là "CLOGP" trong đó có sẵn từ Daylight Chemical Information Systems Inc., Irvine Calif., USA. Các hệ số phân chia octanol/nước được mô tả chi tiết hơn trong U.S. Pat. Số. 5,578,563.

Các thành phần hương liệu với ClogP trên 3 bao gồm: iso e super, xitronellol, etyl xinamat, bangalol, 2,4,6-trimetylbenzaldehyt, hexyl aldehyt xinamic, 2,6-dimetyl-2-heptanol, diisobutylcarbinol, etyl salixylat, phenetyl isobutytrat, etyl hexyl xeton, propyl amyl xeton, dibutyl xeton, heptyl metyl keton, 4,5-dihydrotoluen, caprilic aldehyt, xitral, geranial, isopropyl benzoat, axit xyclohexanpropionic, campholen aldehyt, axit caprilic, rượu caprilic, cuminaldehyt, 1-etyl-4 -nitrobenzen, heptyl format, 4 isopropylphenol, 2 isopropylphenol, 3 isopropylphenol, alilic disulfit, 4-metyl-1-phenyl-2-pentanon, 2 propylfuran, alilic caproat, styren, isoeugenyl metyl ete, indonaphthen, dietyl suberat, l-menton, menton racemic, p-cresyl isobutirat, butyl butirat, etyl hexanoat, propyl valerat, n-pentyl propanoat, hexyl axetat, metyl heptanoat, trans-3,3,5-trimetylxyclohexanol, 3,3,5-trimetylxyclohexanol, etyl p-anisat, 2-etyl-1-hexanol, benzyl isobutytrat, 2,5-dimetylthiofen, isobutyl 2 butenoat, caprylnitril, gamma-nonolacton, nerol, trans-geraniol, 1-vinylheptanol, eucalyptol, 4 terpinenol, dihydrocavicol, etyl 2 metoxybenzoat, etyl ciklohexancacboxylat, 2 etylhexanal, etyl amyl carbinol, 2-octanol, 2-octanol, etyl metylphenylglycidat, diisobutyl xeton, cumaron, propyl isovalerat, isobutyl butanoat, isopentyl propanoat, 2 etylbutyl axetat, 6 - metyl-

tetrahydroquinolin, eugenyl metyl ete, etyl dihydroxinamat, 3,5-dimetoxytoluen, toluen, etyl benzoat, n-butyrophenon, alpha-terpineol, metyl 2 metylbenzoat, metyl 4 metylbenzoat, metyl 3, metylbenzoat, sec.butyl n-butytrat, 1,4-xineol, rượu fenchyl, pinanol, cis-2-pinanol, 2,4, dimetylaxetophenon, isoeugenol, safrol, metyl 2 octynoat, o-metylanisol, p-cresyl metyl ete, etyl anthranilat, linalool, phenyl butytrat, etylen glycol dibutytrat, dietyl phthalat, phenyl mercaptan, rượu cumic, m-toluquinolin, 6-metylquinolin, lepidin, 2-etylbenzaldehyt, 4-etylbenzaldehyt, o-etylphenol, p-etylphenol, m-etylphenol, (+)-pulegon, 2,4-dimetylbenzaldehyt, isoxylaldehyt, etyl sorbat, benzyl propionat, 1,3-dimetylbutyl axetat, isobutyl isobutanoat, 2,6-xilenol, 2,4-xilenol, 2,5-xilenol, 3,5 - xilenol, metyl xinamat, hexyl metyl ete, benzyl etyl ete, metyl salixylat, butyl propyl xeton, etyl amyl xeton, hexyl metyl keton, 2,3-xilenol, 3,4, xilenol, xyclopentadenanolit và phenyl etyl 2 phenylaxetat 2.

Nhiều thành phần hương liệu cùng có mặt trong chế phẩm là điều thông thường. Trong các chế phẩm của sáng chế, ước tính sẽ có bốn hoặc nhiều hơn, tốt hơn là năm hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là sáu hoặc hơn hoặc thậm chí bảy hoặc các thành phần hương liệu khác nhau từ danh sách đã nêu của hương liệu chậm tỏa hương nêu trên và/hoặc danh sách các thành phần hương liệu với ClogP trên 3 có trong hương liệu.

Một nhóm hương liệu khác mà sáng chế có thể áp dụng được gọi là các nguyên liệu "trị liệu bằng tinh dầu". Những nguyên liệu này chứa nhiều thành phần được sử dụng trong quá trình tạo hương liệu, chứa các thành phần từ các loại tinh dầu chính như cây xô thơm, bạch đàn, phong, oải hương, triết xuất vỏ nhục đậu khấu, dầu hoa cam, hạt nhục đậu khấu, bạc hà, lá violet ngọt và nữ lang.

Các thành phần tùy chọn thêm

Các chế phẩm của sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều thành phần khác. Các thành phần này chứa các chất bảo quản hơn nữa (ví dụ như các thuốc diệt khuẩn), các chất đệm pH, các chất mang hương liệu, các chất tăng tan, các chất điện ly trùng hợp, các chất chống co lại, các chất chống nhăn, chống oxy hóa, kem chống nắng, chất chống ăn mòn, các chất tạo hiệu ứng xếp nếp vải, các chất chống tĩnh, hỗ trợ là quần áo, silicon, các chất chống tạo bọt, nhuộm màu, các chất làm mờ và/ hoặc các chất tạo sắc tố ngọc trai, loại dầu tự nhiên/ chiết xuất, các chất hỗ trợ chế biến, ví dụ. các chất điện phân, các chất vệ sinh, ví dụ như các chất chống vi khuẩn và kháng nấm, các chất có lợi cho da và làm đặc.

Dạng của sản phẩm

Các chế phẩm là ở dạng lỏng.

Các chế phẩm chất lỏng có độ pH dao động từ 2,0 đến 5,0, tốt hơn là 2,5 đến 4,5, tốt nhất là 2,5 đến 4,0. Các chế phẩm của sáng chế cũng có thể chứa các chất biến đổi pH như axit clohydric hoặc axit lactic.

Chế phẩm có thể ở dạng cô đặc được pha loãng trong dung môi, bao gồm nước, trước khi sử dụng. Chế phẩm cũng có thể là một chế phẩm sẵn sàng để sử dụng (sử dụng ngay). Tốt hơn chế phẩm được cung cấp như chất lỏng sẵn sàng để sử dụng chứa một pha nước. Pha nước có thể chứa các loại hòa tan trong nước, chẳng hạn như muối khoáng hoặc các loại rượu chuỗi ngắn (C_{1-4}).

Các chế phẩm của sáng chế tốt hơn là các chế phẩm làm mềm được bổ sung khi xả gia tăng phù hợp để sử dụng trong quá trình giặt. Chế phẩm tốt hơn là để sử dụng trong chu kỳ xả của máy giặt tại nhà, loại mà nó có thể

được thêm trực tiếp dưới dạng nguyên chất, ví dụ như thông qua ngăn kéo đo lường, hoặc cho máy giặt cửa trên, cho trực tiếp vào buồng giặt. Ngoài ra, nó có thể được pha loãng trước khi sử dụng. Các chế phẩm cũng có thể được sử dụng trong cơ chế giặt bằng tay. Các chế phẩm của sáng chế này có thể được sử dụng trong máy giặt công nghiệp, ví dụ như một chất hoàn thiện để làm mềm quần áo mới trước khi bán cho người tiêu dùng.

Điều chế các chế phẩm của sáng chế

Các chế phẩm của sáng chế thường có thể được thực hiện bằng cách kết hợp một hỗn hợp tan chảy chứa các hoạt chất làm mềm vải và tùy ý chất làm mềm với một pha nước. Các thành phần khác có thể được kết hợp với pha nước, hoặc có thể được trộn lẫn vào chế phẩm sau khi sự kết hợp hỗn hợp tan chảy và pha nước.

Để sáng chế có thể được hiểu thêm và thực hiện quy định vào thực tiễn, sáng chế bây giờ sẽ được minh họa bằng các ví dụ không hạn chế sau đây. Sự biến đổi thêm trong phạm vi của sáng chế sẽ là rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Nguyên liệu và phương pháp

Các thành phần được sử dụng trong các phương pháp thử nghiệm đã được mô tả trong các ví dụ được liệt kê trong Bảng 1 và được sử dụng như đã được thừa nhận được mà không cần tinh chế thêm. Bảng 1: Các thành phần được sử dụng như mô tả trong các ví dụ.

Thành phần	Tên thương mại	Thông tin	Nhà cung cấp
PVOH	Mowiol 10-98	trọng lượng phân	Kuraray

		tủ 28K, mức độ thủy phân 98%	Specialities Europe GmbH
Butyraldehyt	-	-	Fluka
Hexanal	-	-	Aldrich
Octanal	-	-	
4- Aminobutyraldehyt diethyl axetan	-	-	
Huyền phù viên nang	Blueday C20V12	1,8% nồng độ hương liệu	IFF
Nền dưỡng vải	-	Màu xanh nhạt, cô đặc, không có hương liệu	-

Phương pháp chung để điều chế polyme PVOH được biến đổi

PVOH (Mowiol 10-98, 2g) và nước khử ion (20 ml) được cho vào bình phản ứng trong suốt. Sau đó, hỗn hợp này được làm nóng đến 90°C và khuấy cho đến khi polyme hòa tan hoàn toàn. Sau đó, dung dịch được hạ nhiệt đến 70°C và chất xúc tác HCl (0,2 ml dung dịch 37% trong nước) đã được thêm vào dung dịch khuấy. Một dung dịch loãng của aldehyt/axetan trong nước khử ion (khoảng 7%, pH trung tính) đã được điều chế và lượng

dung dịch theo yêu cầu được thêm vào nhỏ giọt từ từ vào bình phản ứng trong khoảng 0,5 giờ. Sau khi bổ sung đã được hoàn tất, hỗn hợp phản ứng được khuấy ở 70°C trong 5 giờ và sau đó ở nhiệt độ phòng thêm 20 giờ. Dung dịch NaOH (1M) (2 ml) sau đó đã được thêm vào hỗn hợp phản ứng để trung hòa pH của dung dịch sản phẩm. Sản phẩm kết quả là PVOH được biến đổi.

Sự đặc trưng về quang phổ của ^1H NMR

PVOH được biến đổi (1,0 ml) đã được đưa ra từ phản ứng sau khi hoàn thành phản ứng và làm đông khô. Các mẫu về đặc trưng quang phổ của ^1H NMR đã được điều chế bằng cách hòa tan bột polyme trong $\text{d}_6\text{-DMSO}$. Quang phổ được ghi lại bởi quang phổ kế Bruker 400 MHz.

Ví dụ 2: Điều chế các viên nang trên cơ sở PVOH được biến đổi được phủ Melamin formaldehyt (S1 - S2)

Sử dụng phương pháp chung cho việc điều chế PVOH được biến đổi đã mô tả ở trên, sáu nguyên liệu PVOH biến đổi (S1-S6) đã được điều chế, với các loại khác nhau và mức độ thay đổi ưa nước và kỵ nước. Chi tiết về sự biến đổi của sáu mẫu mPVOH được thể hiện trong Bảng 2. Bảng 2: thông tin mẫu cho các mẫu PVOH biến đổi

Mẫu	Mức độ biến đổi tính kỵ nước (%mol)	Mức độ biến đổi tính ưa nước (%mol)
S1 [1], [4]	12,9	7,5
S2 [1], [4]	8,4	9,7
S3 [1], [4]	4,3	11,4

S4 [3], [4]	2,5	12,4
S5 [2], [4]	2,2	13,8
S6 [1], [4]	1,9	14,1

[1] Thành phần thay đổi tính kỵ nước là butyraldehyt;

[2] Thành phần thay đổi tính kỵ nước là hexanal;

[3] Thành phần thay đổi tính kỵ nước là octanal;

[4] Thành phần thay đổi tính kỵ nước là 4-amino-butyraldehyt diethyl axetan.

Ví dụ 3: Điều chế các công thức dưỡng vải chứa các viên nang phủ PVOH được biến đổi phủ (được gọi tên là E1 đến E6 với tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là 1:1 và E1' đến E6' theo tỷ lệ 2:1), và điều chế các ví dụ so sánh (được gọi là A theo tỷ lệ 1:1; A' theo tỷ lệ 2:1 và E1" đến E6" và A" theo tỷ lệ 5:1, và B)

Phương pháp điều chế

Huyền phù dạng viên nang (0,72 g), 10% dung dịch có nước của PVOH được biến đổi (0,13 g) (được chọn từ S1-S6 như điều chế ở trên) và không có nước (1,15 g) được pha trộn với nhau và khuấy với tốc độ 250 rpm trong 10 phút để thực hiện một dung dịch huyền phù bao. Tỷ lệ trọng lượng cuối cùng của PVOH biến đổi so với viên nang là 1:1. Sau đó, dung dịch huyền phù bao đã được bổ sung từ từ vào nền dưỡng vải được đề cập trong Bảng 1 (38 g), khuấy cơ học với tốc độ 250 rpm và khuấy thêm 10 phút sau khi bổ sung hoàn thành. Sau đó mẫu chế phẩm được ủ ở 40°C trong 2 ngày trước khi đo.

Hai chế phẩm khác được thực hiện theo cách này, trong đó tỷ lệ trọng lượng của PVOH biến đổi so với viên nang là 2:1 và 5:1 tương ứng.

Các mẫu được điều chế

Bằng cách này, mười tám chế phẩm dưỡng vải đã được điều chế với 3 tỷ lệ trọng lượng khác nhau của viên nang so với lớp phủ (được gọi tên là E1 đến E6 với tỷ lệ 1:1; E1' đến E6' theo tỷ lệ 2:1, và các ví dụ so sánh E1" đến E6" với tỷ lệ 5:1), trong đó có các nguyên liệu PVOH biến đổi S1 đến S6 điều chế ở trên. Các ví dụ so sánh (được gọi tên là A với tỷ lệ 1:1; A' theo tỷ lệ 2:1 và A" theo tỷ lệ 5:1) cũng đã được điều chế, trong đó A, A' và A" chứa các viên nang được phủ chỉ với nguyên liệu PVOH khởi đầu không được biến đổi và B chứa viên nang không có lớp phủ. Cuối cùng, một chế phẩm đối chứng C chỉ chứa nền dưỡng vải. Các công thức được tóm tắt trong Bảng 3.

Bảng 3: thông tin mẫu cho các viên nang phủ PVOH được biến đổi

Tỷ lệ hạt:lớp phủ (wt/wt)			Hạt
1:1	2:1	5:1	
A	A'	A"	Viên nang phủ Mowiol 10-98 (PVOH ban đầu)
B	B	B	Viên nang, không có lớp phủ
C	C	C	Không có viên nang
E1	E1'	E1"	Viên nang phủ S1

E2	E2'	E2''	Viên nang phủ S2
E3	E3'	E3''	Viên nang phủ S3
E4	E4'	E4''	Viên nang phủ S4
E5	E5'	E5''	Viên nang phủ S5
E6	E6'	E6''	Viên nang phủ S6

E1 đến E6 và E1' đến E6' là phù hợp với sáng chế.

Ví dụ 4: Các đặc tính nhót của các chất dưỡng vải E1 đến E6 & E1' đến E6', trong đó E1, E6 và E6' là ví dụ được so sánh; và các ví dụ so sánh E1'' đến E6'', A, A', A'' và B, và đối chứng C

Các độ nhót của các chế phẩm dưỡng vải được đánh giá bằng cách sử dụng một lưu biến kế (Physica MCR501, Anton Paar). Các thông số chính như sau: Thời gian chờ trước khi đo là 180s, tốc độ cắt từ 0,1 ~ 200 s⁻¹ và dữ liệu độ nhót đã thu lại được vào lúc 2,20 và 106 s⁻¹.

Các kết quả về độ nhót được thể hiện trong các bảng 4 đến 6 là sự thay đổi độ nhót sau khi lưu trữ ở 40°C trong 2 ngày.

Bảng 4: sự thay đổi độ nhót của các chế phẩm dưỡng vải E1 đến E6 & E1' đến E6'; các ví dụ so sánh E1'' đến E6'', A, A', A'' và B, và đối chứng C sau 2 ngày lưu trữ 40°C.

Chế phẩm	hạt:lớp phủ	Độ nhót ở tốc độ cắt khác nhau (x10 ⁻²)
----------	-------------	---

đường vải	(tỷ lệ trọng lượng)	2s ⁻¹	20s ⁻¹	106s ⁻¹
A	1:1	185,0	41,6	17,9
B	N/A	257,0	53,3	21,8
C	N/A	162,0	38,5	16,5
E1	1:1	260,0	56,8	23,0
E2	1:1	128,0	32,2	15,8
E3	1:1	122,0	32,2	15,5
E4	1:1	140,0	34,9	16,1
E5	1:1	86,4	24,4	12,3
E6	1:1	194,0	45,1	19,7
A'	2:1	206,0	44,8	19,2
B	n / a	257,0	53,3	21,8
C	n / a	162,0	38,5	16,5
E1'	2:1	187,0	42,8	18,9
E2'	2:1	142,0	34,4	16,2
E3'	2:1	166,0	41,1	18,4

E4'	2:1	174,0	41,1	18,2
E5'	2:1	194,0	43,9	19,0
E6'	2:1	204,0	44,8	19,5
A"	5:1	200,0	43,4	18,7
B	N/A	257,0	53,3	21,8
C	N/A	162,0	38,5	16,5
E1"	5:1	200,0	48,8	21,1
E2"	5:1	253,0	54,7	22,8
E3"	5:1	240,0	52,6	21,5
E4"	5:1	157,0	36,3	16,4
E5"	5:1	202,0	45,1	19,1
E6"	5:1	190,0	44,6	19,1

Các độ nhót thấp hơn là mong muốn và được liên kết với các thuộc tính tích cực như độ chảy tốt.

Độ nhót của các công thức dưỡng vải đều được nhìn thấy là tăng (khoảng 30 đến 60%) sau khi bổ sung viên nang. Cũng đã được tìm thấy rằng nếu các viên nang được phủ một lớp nguyên liệu PVOH biến đổi phù hợp với sáng chế, trước khi được bổ sung vào công thức, độ nhót trong hầu hết các trường hợp thấp hơn so với viên nang chưa biến đổi. Các kết quả

cho thấy lớp phủ viên nang với PVOH biến đổi một cách hiệu quả để giảm sự thay đổi độ nhớt trong các công thức dưỡng vải.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng chứa:

(a) nền dưỡng vải chứa hoạt chất dưỡng vải, là một hợp chất amino bậc bốn, và có độ pH từ 2,0 đến 5,0; và

(b) hạt chứa:

(b1) viên nang, trong đó chứa:

(x) lõi chứa chất hữu ích, và

(y) vỏ; và

(b2) lớp phủ chứa rượu polyvinyl được biến đổi;

trong đó rượu polyvinyl được biến đổi chứa:

(i) nhóm kỵ nước, được chọn từ chuỗi alkyl và chuỗi aryl, có từ 4 đến 16 nguyên tử cacbon; và

(ii) nhóm ưa nước được chọn từ chuỗi alkyl và một chuỗi aryl, nhóm ưa nước này có từ 4 đến 16 nguyên tử cacbon và chứa một nhóm amin được chọn từ amin bậc một, bậc hai và bậc ba, và

(iii) tỷ lệ mol các nhóm kỵ nước so với các nhóm ưa nước là từ 1:0,5 đến 1:10; và

trong đó hạt có tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là từ 1:1 đến 4:1; và

rượu polyvinyl được biến đổi có mức độ biến đổi tính kỵ nước từ 2,0 đến 15,0% mol, với điều kiện là với tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với

lớp phủ từ 1:1 đến 1,25:1 thì mức độ biến đổi tính kỵ nước là từ 2 đến 10% mol.

2. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1, trong đó vỏ nang chứa formaldehytmelamin formaldehyt.

3. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất hữu ích là chất thơm.

4. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó hợp chất amoni bậc bốn là một hợp chất liên kết este chứa các hợp chất monoeste, dieste và trieste.

5. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 4, trong đó hợp chất amoni bậc bốn là một hợp chất amoni bậc bốn trietanolamoni liên kết este.

6. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó hoạt chất dưỡng vải có mặt với lượng từ 2 đến 50% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng chế phẩm.

7. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là từ 1:1 đến 3:1 tính trên trọng lượng của hạt.

8. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ từ điểm 1 đến 6, trong đó tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ là 2:1 đến 4:1.

9. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó hạt có kích thước từ 0,2 đến 50 micron, tốt hơn là từ 2 đến 50 micron.

10. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó mức độ biến đổi tính kỵ nước là từ 2,0 đến 13,0% mol, với điều kiện là với tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ từ 1:1 đến 1,25:1 thì mức độ biến đổi tính kỵ nước là từ 2 đến 10% mol.

11. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên trong đó nhóm kỵ nước có nguồn gốc từ nguyên liệu gốc, được chọn từ nhóm bao gồm aldehyt, axetal, ketals, este, các hợp chất hữu cơ flo, ete, alkan, alken và các hợp chất thơm.

12. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm 11, trong đó nhóm kỵ nước có nguồn gốc từ một hoặc nhiều nhóm bao gồm butyraldehyt, octyl aldehyt, dodexyl aldehyt, 2-etyl hexanal, xyclohexan cacboxy-aldehyt, xitral, propionaldehyt, (2-metoxyetoxy) axetaldehyt dimetylaxetal, và benzaldehyt.

13. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó rượu polyvinyl được biến đổi có gốc từ rượu polyvinyl với trọng lượng phân tử từ 1.000 đến 300.000.

14. Chế phẩm dưỡng vải theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó nhóm ưa nước có nguồn gốc từ nguyên liệu gốc có ClogP từ 0,5 đến 6,0.

15. Phương pháp cải thiện tính nhót của chế phẩm dưỡng vải dạng lỏng, trong đó chế phẩm dưỡng vải chứa lõi mà chứa chất hữu ích, và vỏ; bao gồm bước cung cấp hạt với một lớp phủ chứa một rượu polyvinyl được biến đổi; trong đó rượu polyvinyl được biến đổi chứa:

(i) nhóm kỵ nước, được chọn từ một chuỗi alkyl và một chuỗi aryl, có từ 4 đến 16 nguyên tử cacbon; và

(ii) một nhóm ưa nước được chọn từ một chuỗi alkyl và một chuỗi aryl, nhóm ưa nước này có từ 4 đến 16 nguyên tử cacbon và chứa một nhóm amin được chọn từ một amin bậc một, bậc hai và bậc ba, và

(iii) tỷ lệ mol các nhóm kỵ nước so với các nhóm ưa nước là từ 1:0,5 đến 1:10; và

trong đó hạt có tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ nằm trong khoảng từ 1:1 đến 4:1; và rượu polyvinyl được biến đổi có mức độ biến đổi của tính kỵ nước từ 2,0 đến 15,0% mol, với điều kiện là với tỷ lệ trọng lượng của viên nang so với lớp phủ từ 1:1 đến 1,25:1 thì mức độ biến đổi tính kỵ nước là từ 2 đến 10% mol, và trong đó chất dưỡng vải chứa một hợp chất amoni bậc bốn.

16. Quy trình dưỡng vải bao gồm bước cho vải tiếp xúc với chế phẩm theo một trong các điểm từ 1 đến 14.

17. Quy trình theo điểm 16, bao gồm bước cho vải tiếp xúc với chế phẩm theo một trong các điểm từ 1 đến 14 trong nước rửa và sau đó xả vải.