



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102858944 A

(43) 申请公布日 2013.01.02

(21) 申请号 201080066444.5

A61K 8/11 (2006.01)

(22) 申请日 2010.05.12

B01J 13/18 (2006.01)

(30) 优先权数据

61/328,967 2010.04.28 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2012.10.26

(86) PCT申请的申请数据

PCT/IB2010/052120 2010.05.12

(87) PCT申请的公布数据

W02010/079466 EN 2010.07.15

(71) 申请人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄

(72) 发明人 J·O·迪霍拉 J·斯梅兹

T·A·施万特斯 P·D·桑兹

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专
利商标事务所 11038

代理人 张钦

(51) Int. Cl.

C11D 17/00 (2006.01)

权利要求书 3 页 说明书 71 页

(54) 发明名称

递送颗粒

(57) 摘要

本发明申请涉及胶囊包封的有益剂、包含此类胶囊包封的有益剂的组合物、以及用于制备和使用包含此类胶囊包封的有益剂的组合物的方法。此类胶囊包封的有益剂消除或最小化一个或多个当前胶囊包封的有益剂的缺点,并因此为配制人员提供附加的香料递送机会。

1. 一种组合物,所述组合物包含辅助成分和一组低渗透性微胶囊颗粒,所述微胶囊颗粒包含油溶性芯材料或可分散性芯材料以及至少部分地围绕所述芯材料的壁材料,所述微胶囊壁材料包含:

在包含阴离子乳化剂的第二组合物的存在下第一组合物的反应产物,所述第一组合物包含 i) 油溶性胺或分散性胺与 ii) 多官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体或低聚物、油溶性酸和引发剂的反应产物;所述阴离子乳化剂包含水溶性丙烯酸烷基酸共聚物或水分散性丙烯酸烷基酸共聚物、碱或碱盐以及任选地水相引发剂,其中所述第一组合物引发剂和 / 或所述水相引发剂为能量活化型引发剂;从而所述第一组合物和第二组合物的反应产物致使形成一组微胶囊,所述微胶囊具有对所述芯材料低渗透性的微胶囊壁;

所述组合物为消费品,或甚至在一个方面为清洁组合物、织物护理组合物和 / 或个人护理组合物。

2. 如权利要求 1 所述的组合物,其中所述能量活化型引发剂为紫外线引发剂。

3. 如权利要求 1 所述的组合物,其中对于所述一组微胶囊颗粒,所述微胶囊具有小于 4% 的游离的油百分比。

4. 如权利要求 1 所述的组合物,其中所述微胶囊的芯材料包括选自下列的材料:色原体、染料、香料、调味剂、甜味剂、油、颜料、药剂、杀霉菌剂、除草剂、肥料、相变材料和粘合剂。

5. 如权利要求 1 所述的组合物,其中所述引发剂为紫外线引发剂,所述紫外线引发剂选自二苯甲酮;苯乙酮;苝基;苯甲醛;邻氯苯甲醛;咕吨酮;噻吨酮;9, 10- 蒽醌;1- 羟基环己基苯基甲酮;2, 2- 二乙氧基苯乙酮;二甲氧基苯基苯乙酮;甲基二乙醇胺;二甲氨基苯甲酸酯;2- 羟基 -2- 甲基 -1- 苯基丙烷 -1- 酮;2, 2- 二仲丁氧基苯乙酮;2, 2- 二甲氧基 -1, 2- 二苯基乙 -1- 酮;二甲氧基缩酮;和苯基乙二醛;2, 2'- 二乙氧基苯乙酮、羟基环己基苯基甲酮、 α - 羟基酮、 α - 氨基酮、 α - 萘基羰基化合物和 β - 萘基羰基化合物、苯偶姻醚例如苯偶姻甲基醚、苝基、苝基缩酮例如苝基二甲基缩酮、苯乙酮、芴酮和 2- 羟基 -2- 甲基 -1- 苯基丙 -1- 酮。

6. 如权利要求 1 所述的组合物,其中所述颗粒被包含在与所述助剂混合的浆液中。

7. 如权利要求 6 所述的组合物,其中所述浆液包含一种或多种加工助剂,所述加工助剂选自水、聚集抑制物质,例如二价的盐;颗粒悬浮聚合物,例如黄原胶、瓜尔胶、羧甲基纤维素。

8. 如权利要求 1 所述的组合物,其中所述颗粒被包含在与所述助剂混合的附聚物中。

9. 如权利要求 8 所述的组合物,其中所述附聚物包含选自下列的材料:二氧化硅、柠檬酸、碳酸钠、硫酸钠、氯化钠、和基料例如硅酸钠、改性纤维素、聚乙二醇、聚丙烯酸酯、聚丙烯酸、沸石以及它们的混合物。

10. 如权利要求 1 所述的组合物,其中所述组合物助剂选自聚合物,在一个方面为阳离子聚合物、表面活性剂、助洗剂、螯合剂、染料转移抑制剂、分散剂、酶、酶稳定剂、催化材料、漂白活化剂、聚合物分散剂、粘土污垢移除 / 抗再沉积剂、增白剂、染料聚合物缀合物、染料粘土缀合物、抑泡剂、染料、漂白催化剂、附加的香料和 / 或香料递送体系、结构增弹剂、织物软化剂、载体、水溶助长剂、加工助剂、流变改性剂、结构剂、增稠剂、颜料、水以及它们的混合物。

11. 如权利要求 1 所述的组合物,所述组合物包含选自下列的材料:染料、香料、光学增白剂、流变改性剂、结构剂、增稠剂、沉积助剂、以及它们的混合物。

12. 如权利要求 1 所述的组合物,所述组合物包含沉积助剂,所述沉积助剂包含选自下列的聚合物:多糖,在一个方面为阳离子改性的淀粉和 / 或阳离子改性的瓜尔胶;聚硅氧烷;聚二烯丙基二甲基卤化铵;聚二烯丙基二甲基氯化铵和聚乙烯吡咯烷酮的共聚物;包含聚乙二醇和聚乙烯吡咯烷酮的组合物;丙烯酰胺;咪唑;卤化咪唑啉;聚乙烯基胺;聚乙烯基胺和 N- 乙烯基甲酰胺的共聚物;聚乙烯基甲酰胺、聚乙烯醇;与硼酸交联的聚乙烯醇;聚丙烯酸;聚甘油醚有机硅交联聚合物;聚丙烯酸、聚丙烯酸酯、聚乙烯胺和胺的聚乙烯醇低聚物的共聚物,在一个方面为二亚乙基三胺、乙二胺、双(3-氨基丙基)哌嗪、N,N-双(3-氨基丙基)甲胺、三(2-氨基乙基)胺、以及它们的混合物;聚乙烯亚胺、衍生化的聚乙烯亚胺,在一个方面为乙氧基化的聚乙烯亚胺;包含至少两个在聚丁二烯、聚异戊二烯、聚丁二烯/苯乙烯、聚丁二烯/丙烯腈、羧基封端的聚丁二烯/丙烯腈主链或它们的组合上的选自下述的部分的聚合化合物:羧酸部分、胺部分、羟基部分和腈部分;预成形的阴离子表面活性剂与阳离子聚合物混合的聚集体;聚胺以及它们的混合物。

13. 如权利要求 1 所述的组合物,其中:至少 75% 的所述颗粒具有约 0.2MPa 至约 30MPa;约 0.6MPa 至约 10MPa、约 1.0MPa 至约 5MPa、约 1.2MPa 至约 3MPa 的破裂强度。

14. 如权利要求 1 所述的组合物,所述组合物包含流变改性剂、增稠剂和 / 或结构剂,所述组合物在 20s^{-1} 剪切速率下且在 21°C 下具有 1 至 7000cps 的高剪切粘度,以及大于 1000cps,或甚至 1000cps 至 200,000cps 的低剪切粘度(在 0.5s^{-1} 剪切速率下且在 21°C 下);在一个方面,对于清洁组合物和处理组合物,此类流变改性剂赋予所述含水液体组合物在 20s^{-1} 下且在 21°C 下 50-3000cps 的高剪切粘度,以及在低剪切下(0.5s^{-1} 剪切速率,在 21°C 下)大于 1000cps,或甚至 1000cps 至 200,000cps 的粘度;在一个方面,适宜的流变改性剂、增稠剂和 / 或结构剂可选自:聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、聚羧酸酯、聚合物树胶如果胶、藻酸酯、阿拉伯半乳聚糖(阿拉伯树胶)、角叉菜胶、结冷胶、黄原胶和瓜尔胶、其它非树胶型多糖如结冷胶、以及这些聚合材料的组合、含羟基脂肪酸、脂肪酸酯或脂肪蜡、蓖麻油及其衍生物、氢化蓖麻油衍生物例如氢化蓖麻油和氢化蓖麻蜡;以及它们的混合物。

15. 如权利要求 1 所述的组合物,所述组合物为流体洗涤剂,并且基于总流体洗涤剂的重量计,所述流体洗涤剂包含小于约 80% 的水,小于约 60% 至约 2% 的水,约 45% 至约 7% 的水,或约 35% 至约 9% 的水。

16. 如权利要求 1 所述的组合物,所述组合物在 1s^{-1} 的剪切速率下具有约 10cps 至约 999cps、或甚至约 100cps 至约 800cps 的粘度。

17. 如权利要求 1 所述的组合物,所述组合物为凝胶,基于总凝胶的重量计,所述凝胶包含小于约 45% 的水,小于约 45% 至约 2% 的水,约 45% 至约 7% 的水,约 35% 至约 9% 的水,并且所述组合物具有约 1,000cps 至约 10,000cps,或甚至约 1,200cps 至约 8,000cps 的自身粘度。

18. 如权利要求 1 所述的组合物,所述组合物为流体织物增强剂、固体织物增强剂、流体洗发剂、固体洗发剂、毛发调理剂、沐浴剂、固体止汗剂、流体止汗剂、固体除臭剂、流体除臭剂、流体洗涤剂、固体洗涤剂、流体硬质表面清洁剂、固体硬质表面清洁剂、或包含洗涤剂和包封所述洗涤剂的水溶性膜的单位剂量洗涤剂。

19. 一种处理和 / 或清洁部位的方法,所述方法包括:
- 任选地洗涤和 / 或冲洗所述部位;
 - 使所述部位与如权利要求 1-18 任一项中所述的组合物接触;以及
 - 任选地洗涤和 / 或冲洗所述部位。
20. 一种用如权利要求 1-18 中任一项所述的组合物处理的部位。
21. 一种用于制造组合物的方法,所述组合物为消费品,或甚至在一个方面,清洁组合物、织物护理组合物和 / 或个人护理组合物,所述方法包括:
- 形成具有选定渗透性的微胶囊,形成微胶囊的所述方法包括:制备油和引发剂的芯材料;制备第一组合物,所述第一组合物包含 i) 油性胺或分散性胺与 ii) 多官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体或低聚物、油性酸和能量活化型引发剂的反应产物,并且在第一温度下使所述第一组合物反应;将所述芯材料加入所述第一组合物中;制备第二组合物,所述第二组合物包含阴离子乳化剂,所述阴离子乳化剂包含水溶性丙烯酸烷基酸共聚物或水分散性丙烯酸烷基酸共聚物、水、以及碱或碱盐,将所述第二组合物加入所述第一组合物中,并且搅拌以形成分散于所述第一组合物中的芯材料的液滴;并且将能量源适当地施用于引发剂以围绕所述液滴引发壁的固化,从而形成微胶囊;
 - 将所述微胶囊与一种或多种助剂成分混合。
22. 如权利要求 21 所述的方法,其中所述能量活化型引发剂为紫外线引发剂。
23. 如权利要求 21 所述的方法,其中制备所述第一组合物包括制备下列的反应产物:丙烯酸氨基烷基酯、甲基丙烯酸氨基烷基酯、甲基丙烯酸二乙氨基乙酯、甲基丙烯酸二甲氨基乙酯、或甲基丙烯酸叔丁氨基乙酯、以及油性酸和引发剂。
24. 如权利要求 21 所述的方法,其中制备所述芯材料包括将选自下列的材料与油共混:色原体、染料、香料、调味剂、甜味剂、油、颜料、药剂、杀霉菌剂、除草剂、肥料、相变材料、或粘合剂。
25. 如权利要求 21 所述的方法,其中所述引发剂为能量活化型引发剂例如紫外线引发剂和酮化合物。
26. 如权利要求 21 所述的方法,其中所述引发剂为紫外线引发剂,所述紫外线引发剂选自二苯甲酮;苯乙酮;苄基;苯甲醛;邻氯苯甲醛;咕吨酮;噻吨酮;9,10-蒽醌;1-羟基环己基苯基甲酮;2,2-二乙氧基苯乙酮;二甲氧基苯基苯乙酮;甲基二乙醇胺;二甲氨基苯甲酸酯;2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮;2,2-二仲丁氧基苯乙酮;2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙-1-酮;二甲氧基缩酮;和苯基乙二醛;2,2'-二乙氧基苯乙酮、羟基环己基苯基甲酮、 α -羟基酮、 α -氨基酮、 α -萘基羰基化合物和 β -萘基羰基化合物、苯偶姻醚例如苯偶姻甲基醚、苄基、苄基缩酮例如苄基二甲基缩酮、苯乙酮、苄酮和 2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮。

递送颗粒

发明领域

[0001] 本发明涉及胶囊制造方法、由此类方法生产的微胶囊以及包含此类微胶囊的组合物和制备与使用此类组合物的方法。

[0002] 发明背景

[0003] 对于微胶囊化的各种方法,以及示例性的方法和材料示出于 Schwantes 的(U. S. 6, 592, 990)、Nagai 等人的(U. S. 4, 708, 924)、Baker 等人的(U. S. 4, 166, 152)、Wojciak 的(U. S. 4, 093, 556)、Matsukawa 等人的(U. S. 3, 965, 033)、Matsukawa 的(U. S. 3, 660, 304)、Ozono 的(U. S. 4, 588, 639)、Irgarashi 等人的(U. S. 4, 610, 927)、Brown 等人的(U. S. 4, 552, 811)、Scher 的(U. S. 4, 285, 720)、Shioi 等人的(U. S. 4, 601, 863)、Kiritani 等人的(U. S. 3, 886, 085)、Jahns 等人的(U. S. 5, 596, 051 和 5, 292, 835)、Matson 的(U. S. 3, 516, 941)、Chao 的(U. S. 6, 375, 872)、Foris 等人的(U. S. 4, 001, 140 ;4, 087, 376 ; 4, 089, 802 和 4, 100, 103)、Greene 等人的(U. S. 2, 800, 458 ;2, 800, 457 和 2, 730, 456)、Clark 的(U. S. 6, 531, 156)、Saeki 等人的(U. S. 4, 251, 386 和 4, 356, 109)、Hoshi 等人的(U. S. 4, 221, 710)、Hayford 的(U. S. 4, 444, 699)、Hasler 等人的(U. S. 5, 105, 823)、Stevens 的(U. S. 4, 197, 346)、Riecke 的(U. S. 4, 622, 267)、Greiner 等人的(U. S. 4, 547, 429) 和 Tice 等人的(U. S. 5, 407, 609)等中,以及由 Herbig 在章节题目为“Encapsulation”的 Kirk Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology 的 V. 13, 第二版, 第 436-456 页和由 Huber 等人在“Capsular Adhesives”, TAPPI, 第 49 卷, 第 5 期, 第 41A-44A 页(1966 年 5 月)中提出,这些专利均以引用方式并入本文。

[0004] 更具体地讲,美国专利 2, 730, 456、2, 800, 457 和 2, 800, 458 描述了用于形成胶囊的方法。用于制造微胶囊的其它有用的方法为:美国专利 4, 001, 140、4, 081, 376 和 4, 089, 802, 描述了介于脲和甲醛之间的反应;美国专利 4, 100, 103 描述了介于三聚氰胺和甲醛之间的反应;英国专利 2, 062, 570 描述了用于生产具有由三聚氰胺和甲醛在苯乙烯磺酸的存在下聚合产生的壁的微胶囊的方法。微胶囊还提出于美国专利 2, 730, 457 和 4, 197, 346 中。由脲-甲醛树脂和/或三聚氰胺甲醛树脂形成的微胶囊描述于美国专利 4, 001, 140、4, 081, 376、4, 089, 802、4, 100, 103、4, 105, 823 和 4, 444, 699 中。丙烯酸烷基酯-丙烯酸共聚物胶囊提出于美国专利公开 4, 552, 811 中。整个本专利申请中每个所述的专利以引用方式并入本文至每个提供关于微胶囊化的方法和材料指导的程度。

[0005] 界面聚合是一种如下的方法,其中聚酰胺、环氧树脂、聚氨酯、聚脲等的微胶囊壁在介于两相之间的界面形成。美国专利 4, 622, 267 公开了用于制备微胶囊的界面聚合技术。将所述芯材料最初溶解于溶剂并添加可溶解于溶剂混合物中的脂族二异氰酸酯。随后,添加用于脂族二异氰酸酯的非溶剂直至仅勉强达到浊度点。然后该有机相在水溶液中被乳化,并将反应性的胺加入水相中。所述胺扩散至界面,在界面处胺与二异氰酸酯反应以形成聚合的聚氨酯外壳。用来在聚氨酯壁内包封微溶于水的盐的类似技术公开于美国专利 4, 547, 429 中。美国专利 3, 516, 941 提出了聚合反应,其中待包封的材料或芯材料溶解于有机疏水性油相中,油相分散在水相中。所述水相已溶解了形成氨基塑料树脂的材料,其在聚

合时形成微胶囊的壁。使用高剪切搅拌来制备细小油珠的分散体。酸催化剂的加入引发缩聚,从而在水相内形成氨基塑料树脂,导致形成在两相中均不溶解的氨基塑料聚合物。随着所述聚合的进行,氨基塑料聚合物从水相中分离出来并沉积在油相中分散的小滴的表面以在两相的界面处形成胶囊壁,从而包封所述芯材料。该方法产生微胶囊。涉及胺和醛的聚合已知为氨基塑料包封。脲-甲醛(UF)、脲-间苯二酚-甲醛(URF—)、脲-三聚氰胺-甲醛(UMF)和三聚氰胺-甲醛(MF)胶囊的形成以相似的方式进行。在界面聚合中,形成胶囊壁的材料在分开的相中,一个在水相中并且另一个在填充相中。聚合发生在相界处。因此,在两相的界面处形成聚合的胶囊外壳壁,从而包封所述芯材料。形成聚酯、聚酰胺和聚脲胶囊的壁通常经由界面聚合进行。

[0006] 美国专利 5,292,835 提出了丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯与多官能单体的聚合。具体地讲,举例说明了聚乙烯吡咯烷酮与丙烯酸酯,例如二丙烯酸丁二酯或甲基丙烯酸甲酯与自由基引发剂的反应。

[0007] 遗憾的是,使用前述方法和原材料来制造胶囊具有多个缺点,所述缺点包括:(1) 由于严格的配方限制,它们不能以某些产品的种类来配制;(2) 当掺入包含高含量的表面活性剂、溶剂和/或水的产品中时,它们具有高渗透性,这导致有益剂的过早释放;(3) 它们仅能够有效包封有限宽度的有益剂;和(4) 它们或者如此稳定以致于它们的应用中不释放有益剂,或者具有不充足的机械稳定性而无法承受将它们掺入消费品和/或制造消费品所需的方法;和(5) 它们不当地沉积在正用包含胶囊的消费品进行处理的部位上。

[0008] 可制造根据本发明制造的胶囊以更好地控制渗透性特性。根据本发明制造的胶囊能够出人意料地更好地容纳液体内容物,而不会随着时间消逝而渗漏。所述胶囊能够被制成比由具有可比性的现有技术方法制得的那些更不渗漏。作为另外一种选择,渗透性在某些应用中为期望的。通过选择壁材料并控制交联的持续时间或交联的温度,胶囊能够被制成具有不同的渗透性特征,从极其紧密具有几乎无渗漏至无渗漏至具有可测量的渗透性的胶囊,可用于其中随着时间消逝可测量的释放速率为期望的。

[0009] 根据本发明的胶囊可用于具有各种各样的胶囊内容物(“芯材料”),包括例如但不限于:香料、增白剂、驱昆虫剂、有机硅、蜡、调味剂、维生素、织物软化剂、皮肤护理剂、酶、益生菌、染料聚合物缀合物、染料粘土缀合物、香料递送体系、感觉剂(在一个方面凉爽剂)、诱虫剂(在一个方面信息素)、抗菌剂、染料、颜料、漂白剂、调味剂、甜味剂、蜡、药物、肥料、除草剂、以及它们的混合物。所述微胶囊芯材料可包括改变流变学或流动特性的材料,或延长储存寿命或产品稳定性的材料。作为芯材料的精油可包括例如冬青油、肉桂油、丁香油、柠檬油、酸橙油、橙油、薄荷油等。染料可包括例如但不限于荧光黄母体、内酯、吖啶基红、I6B、无色染料。所述芯材料应为可分散于或足以可溶解于胶囊内相材料(即所述内相油)中,或可溶解于或可分散于在所述内相油中溶解的或分散的单体或低聚物中。当内相为水时,所述芯材料应可分散于水相中或足以可溶解于水相中。本发明尤其可用于包封挥发性的芳香剂和调味剂。当水相正被装入微胶囊中时,其中油相充当连续相,所述芯材料应可溶解于水相中或可分散于水相中以便形成能够被乳化油相的水中分散体。

[0010] 在可供选择的实施方案中,根据本发明的胶囊还能够用热塑性聚合材料来塑造,从而形成低渗漏热敏胶囊,其除了用常规的技术,例如压力、刮擦、摩擦、剪断、冲击或其它能量输入打开以外,还能够用热打开。根据本发明的胶囊还能够用于具有热印刷头或激光,

或其它热或冲击元件的应用。在可供选择的实施方案中,如果包括光照刺激材料,则光敏胶囊同样是可行的。

[0011] 本文所公开的胶囊的渗透性特性具有用于多种应用的灵活性。期望内相随时间的消逝保持牢固但在胶囊裂开或破损时,例如施加压力的情况下可获得渗出或释放的任何情况下,能够制造根据本发明的低渗透性胶囊。如果可测量的释放为期望的时,则还能够制造更具可渗透性的胶囊。

[0012] 发明概述

[0013] 本发明公开了形成包含油包水和水包油微胶囊组合物的方法。根据本发明,微胶囊通过水包油(O/W)或者油包水(W/O)的乳化而获得。在一个实施方案中,微胶囊通过包括如下的步骤获得:将油溶性胺改性多官能聚乙烯基单体(或低聚物)和油溶性双官能或多官能乙烯基单体或低聚物,以及自由基引发剂例如偶氮或过氧引发剂与有机酸分散到对于水相为非溶剂的内相油中。过量的相为具有O/W乳化的水。具有W/O乳化的过量的相或连续相为油。为了方便和简单起见,术语内相油用于指油相以及通常用作常规的微胶囊化中的微胶囊的内相或内容物的油的类型(其中根据本文提出的W/O乳化,所述油无论如何最终成为连续相。水相形成胶囊内部的内容物。术语“油相”旨在涉及油相油。)加热油相分散体一段时间,并且温度足以低聚物化胺改性的多官能聚乙烯基单体或低聚物以及油溶性两官能或多官能乙烯基单体或低聚物,从而形成预聚物。下一个步骤为向油相中添加水相,所述水相包含乳化剂和任选的第二引发剂的水中分散体,所述第二引发剂可为相同或不同的,例如偶氮或过氧引发剂。该水相被乳化成油相(W/O),然后加热一段时间,并且温度足以分解自由基引发剂的至少其中之一,所述引发剂可被置于油相和/或水相中的任何一个或两者中;从而在水相和油相的界面处形成微胶囊壁材料。第三加热步骤被用来聚合已成形的壁材料,并且在该过程中,优选分解任何残余的引发剂。

[0014] 在涉及水包油(O/W)乳液的可供选择的实施方案中,微胶囊通过包含将油溶性胺改性的多官能的聚乙烯基单体和油溶性两官能或多官能的乙烯基单体或低聚物,连同自由基偶氮引发剂和有机酸分散到内相中的步骤获得;然后加热一段时间,并且温度足以低聚物化或进一步低聚物化所述胺改性的多官能的聚乙烯基单体或低聚物和油溶性两官能或多官能的乙烯基单体,从而形成预聚物;然后,向油相中添加包含分散于水中的乳化剂和任选的第二引发剂的过量的水相,并添加乳化剂;将油相乳化至水相中,然后加热一段时间,并且温度足以分解油相和水相中的任何一个或两者中的自由基引发剂;从而在水相和油相的界面处形成微胶囊壁材料。

[0015] 在另一个实施方案中,微胶囊通过下列步骤获得,所述步骤包括:将油溶性胺改性的多官能的聚乙烯基单体或低聚物和油溶性两官能或多官能的乙烯基单体或低聚物,连同自由基引发剂和有机酸分散至内相油中;第一加热步骤包括加热一段时间,并且温度足以分解自由基引发剂的至少一些部分,并从而低聚物化或进一步低聚物化胺改性的多官能的聚乙烯基单体或低聚物和油溶性两官能或多官能的乙烯基单体或低聚物,从而形成预聚物。添加到内相油中的为包含乳化剂的水中分散体的水相,并将水相乳化成油相,从而形成分散于油相中的水相小滴。第二加热步骤包括加热一段时间,并且温度足以分解自由基引发剂的剩余部分,从而在水相和油相的界面处由预聚物形成微胶囊壁材料。第三加热步骤包括加热至等于或大于第二加热步骤温度的温度,并持续足以聚合所述壁材料的一段时

间。

[0016] 在可供选择的实施方案中,在第一组合物中,引发剂可为能量活化型引发剂,代替热或除了热以外,所述引发剂依赖于光例如紫外线或光引发的或电子束引发的自由基。任选也可使用可见光引发的自由基发生器。然后使该分散体经受紫外线以产生自由基并且开始聚合。根据一种或多种引发剂的类型,使分散体经受紫外线和 / 或热(视一种或多种引发剂情况而定)以产生自由基。术语能量活化的旨在非限制性地包括热或光或紫外线或可见光或红外线或电子束活化。

[0017] 随着聚合反应的进行,在水相和油相的界面处形成微胶囊壁材料。在可供选择的实施方案中,上述微胶囊化过程中的任何加热步骤非限制性地被紫外线或光引发的或电子束引发的自由基产生步骤替代。

[0018] 发明详述

[0019] 定义

[0020] 如本文所用,“消费品”是指婴儿护理品、个人护理品、织物和家居护理品、家庭护理品、女性护理品、保健护理品、小吃和 / 或饮料产品或旨在以出售形式被使用或消费且不在用于此后的商业制造或变型的装置。此类产品包括但不限于尿布、围兜、擦拭物;涉及处理毛发(人、狗和 / 或猫)的产品和 / 或方法,包括漂白、着色、染色、调理、用洗发剂洗发、定型;除臭剂和止汗剂;个人清洁;化妆品;皮肤护理,包括霜膏、洗剂和其它消费者使用的局部应用产品的施涂;以及剃刮产品,涉及处理织物、硬质表面和任何其它在织物区域的表面的产品和 / 或方法,以及家居护理,包括:空气护理、汽车护理、盘碟洗涤、织物调理(包括柔软)、衣物洗涤去垢、衣物洗涤和冲洗添加剂和 / 或护理、硬质表面清洁和 / 或处理剂、和其它消费者或企业使用的清洁剂;涉及卫生纸、面巾纸、纸手帕、和 / 或纸巾的产品和 / 或方法;棉塞、妇女卫生巾;涉及口腔护理的产品和 / 或方法,包括牙膏、牙胶、漱口水、义齿粘合剂、牙齿美白;非处方保健,包括咳嗽和感冒药、镇痛药、RX 药物、宠物健康和营养、和水纯化;主要打算在介于通常的进餐之间或作为一餐伴随物消耗的加工过的食物产品(非限制性实例包括炸薯片、未经发酵的玉米片、爆米花、双圈饼干、玉米片、压缩干粮、蔬菜片或松脆片、小吃混合物、派对混合物、杂粮薄片、小吃饼干、奶酪小吃、猪皮、玉米小吃、粒状小吃、挤出的小吃和百吉饼薄片);和咖啡。

[0021] 除非另外指明,如本文所用,术语“清洁组合物”包括颗粒状或粉状多功能或“重垢型”洗涤剂,尤其是清洁洗涤剂;液体状、凝胶状或糊状多功能洗涤剂,尤其是通常所说的重垢型液体类;液体精细织物洗涤剂;手洗餐具洗涤剂或轻垢型餐具洗涤剂,尤其是高泡型的那些;机器用餐具洗涤剂,包括各种在家庭和公共场所使用的片状、颗粒状、液体状和冲洗助剂型洗涤剂;液体清洁剂和杀菌剂,包括抗菌手洗型、清洁皂、漱口水、义齿清洁剂、洁齿剂、汽车或地毯香波、浴室清洁剂;洗发香波和护发液;洗浴凝胶和泡沫浴液以及金属清洁剂;以及清洁助剂,例如泡沫基材、薄膜以及它们的组合;漂白添加剂和“去污棒”或预处理型助剂,基底装载产品,例如干燥剂附加片、干燥和润湿擦拭物和垫、非织物基底,和海绵体;以及喷剂和雾化剂。

[0022] 如本文所用,除非另外指明,术语“织物护理组合物”包括织物软化组合物、织物增强组合物、织物清新组合物以及它们的组合。

[0023] 如本文所用,除非另外指明,术语“个人护理组合物”包括任何能够被施用到身体

的角蛋白表面的个人护理组合物,包括皮肤和/或毛发。例如,个人护理组合物可被配置成棒、液体、乳液、洗发剂、凝胶、粉末、棒状物、毛发调理剂(洗去型和免洗型)、生发油、糊剂、毛发着色剂、喷剂、摩丝和/或其它定型产品,以及剃刮预备产品和用于剃刮的装置。

[0024] 如本文所用,术语“流体”包括液体、凝胶、糊剂和气体产品形式。

[0025] 如本文所用,术语“固体”是指颗粒、粉末、棒状和片剂产品形式。

[0026] 如本文所用,术语“部位(situs)”包括纸制品、织物、服装、硬质表面、毛发和皮肤。

[0027] 如本文所用,术语“颗粒”、“有益剂递送颗粒”、“胶囊”和“微胶囊”同义,且微胶囊包括香料微胶囊。

[0028] 如本文所用,当用于权利要求中时,冠词“一个”和“一种”被理解为是指一种或多种受权利要求书保护的或如权利要求所述的物质。

[0029] 如本文所用,术语“包括”和“包含”是非限制性的。

[0030] 在本专利申请测试方法部分公开的测试方法应被用来确定申请人发明参数的个别值。

[0031] 除非另外指明,所有组分或组合物含量均是指该组分或组合物的活性物质部分,不包括可能存在于这些组分或组合物的市售来源中的杂质,例如残余溶剂或副产物。

[0032] 除非另外指明,所有百分比和比率均按重量计。除非另外指明,所有百分比和比率均基于总组合物计。

[0033] 应当理解,在本说明书中给出的每一最大数值限度包括每一较低数值限度,即如同该较低数值限度在本文中被明确表示出一样的。在本说明书全文中给出的每一最小数值限度将包括每一较高数值限度,如同该较高数值限度在本文中被明确表示出一样。在本说明书全文中给出的每一数值范围将包括包含于该较宽数值范围内的每一较窄数值范围,如同该较窄数值范围在本文中被明确表示出一样。

[0034] 制备胶囊包封的材料的方法

[0035] 本发明提出了用于微胶囊化的涉及油包水或水包油乳化的新型方法,以及通过此类方法而获得的微胶囊。在一个方面,本发明提出了包含芯材料和壁材料的低渗透性微胶囊颗粒,所述壁材料至少部分地围绕并且优选完全地围绕芯材料。

[0036] 在本发明的一个方面,第一组合物可包含具有多官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体或低聚物的油溶性或分散性伯胺、仲胺或叔胺,以及油溶性酸和引发剂。

[0037] 第二组合物为乳化剂,并且包含水溶性或水分散性聚合物或共聚物,通常为至少一种水相引发剂和一种或多种碱或碱盐。所谓水相引发剂,是指引发剂在水中为可溶解的或可分散的。

[0038] 在第二组合物的存在下第一组合物的反应导致形成低渗透性微胶囊壁。

[0039] 所述胺可包括例如但不限于胺改性的乙烯基单体,包括胺改性的丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯,例如一丙烯酸酯胺或二丙烯酸酯胺、一甲基丙烯酸酯胺或二甲基丙烯酸酯胺,胺改性的聚醚丙烯酸酯和胺改性的聚醚甲基丙烯酸酯,氨基烷基丙烯酸酯或氨基烷基甲基丙烯酸酯。

[0040] 所述胺可包括伯胺、仲胺或叔胺,并可包括甲基丙烯酸叔丁基氨基乙酯、甲基丙烯酸二乙氨基乙酯或甲基丙烯酸二甲氨基乙酯。

[0041] 更具体地讲,本发明在一个实施方案中为通过如下步骤而获得微胶囊的方法:将

油溶性胺改性的多官能聚乙烯基单体或低聚物和油溶性两官能或多官能乙烯基单体或低聚物,连同自由基引发剂,例如偶氮或过氧引发剂,以及有机酸分散至内相油中。该分散体被加热一段时间,并且温度足以低聚物化或进一步低聚物化胺改性的多官能聚乙烯基单体和油溶性两官能或多官能乙烯基单体或低聚物,以形成预聚物。向该内相油和预聚物中添加包含分散于水中的乳化剂或引发剂的水相。在一个实施方案中,水相被乳化成油相(W/O)。然后将分散体加热一段时间,并且温度足以分解可置于油相和水相中的一者或两者中的自由基引发剂。微胶囊壁材料因此在水相和油相的界面处形成。第三加热步骤被用来聚合或硬化形成的壁材料,并且可用于分解剩余的引发剂。分解自由基引发剂意味着引发剂被消耗,并且在该过程中产生自由基以进一步增殖单体和低聚物的聚合反应。

[0042] 在形成本发明的胶囊中,乳液通常被研磨成约 2 微米至约 80 微米,约 5 微米至约 50 微米,约 10 微米至 30 微米的大小。对于颗粒应用更大的尺寸同样是可行的。

[0043] 不同于常规的微胶囊化方法,据信本文提出的使用有机酸的 W/O 和 O/W 方法将壁材料从油相驱动至油水界面,尽管本专利申请和发明不应被认为限于该提出的机理。

[0044] 本发明提出了新型的使用油包水或者水包油乳化的微胶囊化的方法。根据本发明方法的胶囊使得塑造低渗透性或可控的渗透性的胶囊成为可能。渗透性可通过壁材料的选择、通过控制交联的程度、通过控制交联的温度、通过控制交联的持续时间或对于 UV 引发体系,通过控制 UV 光照的强度和持续时间来控制。

[0045] 在一个可供选择的实施方案中,本发明为通过如下步骤而获得微胶囊的方法:将油溶性胺改性的多官能聚乙烯基单体或低聚物和油溶性两官能或多官能乙烯基单体或低聚物,连同自由基引发剂,例如过氧或偶氮引发剂,以及有机酸分散至内相油中。该分散体被加热一段时间,并且温度足以低聚物化或进一步低聚物化胺改性的多官能聚乙烯基单体和油溶性两官能或多官能乙烯基单体,以形成预聚物。向该内相油和预聚物中添加包含乳化剂且任选自由基引发剂的水中分散体的过量的水相。在该实施方案中,油相被乳化成水相(O/W)。然后将分散体加热一段时间,并且温度足以分解定位在油相和水相中的一者或两者中的自由基。微胶囊壁材料因此在水相和油相的界面处形成。

[0046] 优选的胺改性的多官能聚乙烯基单体包括胺改性的乙氧基化的三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、乙氧基化的脂族、丙烯酸化的胺,例如二丙烯酸酯胺、三丙烯酸酯胺、二甲基丙烯酸酯胺、胺改性的聚醚丙烯酸酯和胺改性的聚醚甲基丙烯酸酯。

[0047] 优选的两官能或多官能的乙烯基单体例如包括但不限于:甲基丙烯酸烯丙酯、三乙二醇二甲基丙烯酸酯、二甲基丙烯酸乙二醇酯、二甘醇二甲基丙烯酸酯、脂族或芳族尿烷二丙烯酸酯、双官能的尿烷丙烯酸酯、乙氧基化的脂族双官能的尿烷甲基丙烯酸酯、脂族或芳族尿烷二甲基丙烯酸酯、丙烯酸酯环氧化物、甲基丙烯酸酯环氧化物、四甘醇二甲基丙烯酸酯、聚乙二醇二甲基丙烯酸酯、二丙烯酸-1,3-丁二酯、1,4-丁二醇二甲基丙烯酸酯、二丙烯酸-1,4-丁二酯、二丙烯酸二甘醇酯、二丙烯酸-1,6-己二酯、1,6-己二醇二甲基丙烯酸酯、二丙烯酸新戊二酯、二丙烯酸聚乙二醇酯、二丙烯酸四甘醇酯、二丙烯酸三乙二醇酯、1,3-丁二醇二甲基丙烯酸酯、二丙烯酸三丙二醇酯、乙氧基化的二丙烯酸双酚酯、乙氧基化的双酚二甲基丙烯酸酯、二丙烯酸双丙二醇酯、烷氧基化的二丙烯酸己二醇酯、烷氧基化的二丙烯酸环己烷二甲酯、丙氧基化的二丙烯酸新戊基二醇酯、三甲基丙烯酸三羟甲基丙烷酯、三丙烯酸三羟甲基丙烷酯、三丙烯酸季戊四醇酯、乙氧基化的三丙烯酸三羟甲基丙

烷酯、丙氧基化的三丙烯酸三羟甲基丙烷酯、丙氧基化的三丙烯酸甘油酯、双三羟甲基丙烷四丙烯酸酯、五丙烯酸二戊赤藓醇酯、乙氧基化的四丙烯酸季戊四醇酯。

[0048] 有机酸可选自各种酸,例如羧酸,其中马来酸单烷基酯,例如马来酸单甲基酯、马来酸单乙基酯或马来酸单丁基酯为优选的,其中马来酸单丁基酯为最优选的。可有效地在本发明中使用的其它有机酸包括:有机磺酸,例如烷基苯磺酸(更具体地讲直链的烷基苯磺酸),十三烷基苯磺酸(更具体地讲直链的三烷基苯磺酸),例如直链的十三烷基苯磺酸,烷基二苯醚磺酸,优选十二烷基二苯基醚二磺酸(更具体地讲支链的C12二苯基醚二磺酸),烷基苯磺酸(更具体地讲十二烷基苯磺酸),二烷基萘二磺酸(更具体地讲二壬基萘二磺酸),4-胍基苯磺酸丙烯酸、甲基丙烯酸等。适宜地选择有机酸以可分散于油相中并且微溶于水相中。

[0049] 按所有组分的重量计,乳化剂的量为约0.1至约40%,更优选0.5至约10%,最优选按重量计为0.5至5%的任何量。通常基于总制剂的重量百分比计,乳化剂以0.2至约10%使用。

[0050] 除了溶剂以外,伯胺、仲胺或叔胺丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯以及多官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体按重量计以约0.1:99.9至约10:90,优选约0.5:99.5至约5:95,且最优选1:99至约3:97的相对比例使用。胺与多官能丙烯酸酯的比率在0.1:99.9至10:90的范围内。因此,与多官能丙烯酸酯相比,胺可在0.1至10重量%,或甚至0.5至5重量%,或最优选1至3重量%范围内。

[0051] 在溶剂之后,胺改性的多官能聚乙烯基单体和油性两官能或多官能乙烯基单体为按重量计较大的组分,以约0.5:1至约1:3,优选约1:1至约1:2的相对比例使用。

[0052] 最初单体的平均分子量为数百道尔顿。对于低聚物分子量,为数千至数万道尔顿。因此预聚物还为更高的分子量。预聚物为低聚物和单体的中间体嵌段,从而最终形成聚合物。单体或低聚物应选择成可溶解于油相中或可分散于油相中。

[0053] 例如,假设体系具有溶剂,约600克,最多的组分通常为溶剂,10至70重量%,优选35至65重量%的油相溶剂和油;10至70重量%,优选35至65重量%的水;0.1至20重量%,通常0.5至8重量%,优选2至6重量%的两官能或多官能的乙烯基单体或低聚物;至20重量%,通常0.5至8重量%,优选2至约4重量%的胺改性的多官能的单体或低聚物。按重量计,引发剂为10%或更低,通常约1%或更低,优选0.5%或更低且更优选0.1%或更低。

[0054] 将显而易见的是,相应的溶剂或油的量可对于流变学按需增加或降低,并取决于是否期望W/O或O/W体系。

[0055] 优选的自由基引发剂包括过氧引发剂、偶氮引发剂、过氧化物和例如2,2'-偶氮二甲基丁腈、过氧化二苯甲酰的化合物。更具体地讲但不限于,自由基引发剂可选自包含偶氮或过氧引发剂的引发剂,例如过氧化物、二烷基过氧化物、烷基过氧化物、过氧化酯、过碳酸盐、过氧酮和过氧化二碳酸酯、2,2'-偶氮双(异丁基腈)、2,2'-偶氮双(2,4-二甲基戊腈)、2,2'-偶氮双(2,4-二甲基戊腈)、2,2'-偶氮双(2-甲基丙腈)、2,2'-偶氮双(甲基丁腈)、1,1'-偶氮双(环己烷甲腈)、1,1'-偶氮双(氰基环己烷)、过氧化苯甲酰、过氧化癸酰;过氧化月桂酰;过氧化苯甲酰、过氧化二碳酸二(正丙)酯、过氧化二碳酸二(仲丁)酯、过氧化二碳酸二(2-乙基己)酯、过氧化新癸酸-1,1-二甲基-3-羟基丁酯、过氧化新庚酸- α -异丙苯酯、过氧化新癸酸叔戊酯、过氧化新癸酸叔丁酯、过氧化新戊酸叔戊

酯、过氧化新戊酸叔丁酯、2,5-二甲基 2,5-二(2-乙基己酰过氧)己烷、过氧-2-乙基己酸叔戊酯、过氧-2-乙基己酸叔丁酯、叔丁基过氧乙酸、二叔戊基过氧乙酸、叔丁基过氧化物、二叔戊基过氧化物、2,5-二甲基-2,5-二(叔丁过氧基)己炔-3、异丙基苯氢过氧化物、1,1-二(叔丁过氧基)-3,3,5-三甲基环己烷、1,1-二(叔丁过氧基)环己烷、1,1-二(叔戊基过氧)环己烷、3,3-二(叔丁过氧基)丁酸乙酯、过苯甲酸叔戊酯、过苯甲酸叔丁酯、3,3-二(叔戊基过氧)丁酸乙酯等。还可使用引发剂的共混物。引发剂可商购获得,例如 Vazo 引发剂,其通常显示用于引发剂的分解温度。优选地引发剂被选择成具有约 50°C 或更高的分解点。使用有用的多重引发剂,或者作为油相中的共混物,或者在油相或水相中的两者之一。选择优选的引发剂以交错在各个步骤,预聚合、壁形成和硬化或胶囊壁材料的聚合的分解温度。例如,油相中的第一引发剂可在 55°C 分解以促进预聚物形成,第二引发剂可在 60°C 分解以有助于形成壁材料。任选地,第三引发剂可在 65°C 分解以有利于胶囊壁材料的聚合。每种引发剂的量可通常低至 0.1 重量% 或高达 10 重量%。

[0056] 在本文中,可从溶剂选择为互换使用之目的内相油或油相,或油溶剂或“对于水相的非溶剂”,并且所述溶剂可通过例证包括但不限于:乙基二苯甲烷、丁基二苯乙烷、苄基二甲苯、烷基联苯,例如丙基联苯和丁基联苯;邻苯二甲酸二烷基酯,例如邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二辛酯、邻苯二甲酸二壬酯和邻苯二甲酸双十三烷基酯;二异丁酸-2,2,4-三甲基-1,3-戊二酯;烷基苯,例如十二烷基苯;苯甲酸烷基或芳烷基酯,例如苯甲酸苄酯;二芳基醚、二(芳烷基)醚和芳基芳烷基醚;醚,例如二苯基醚、联苄基醚和苯基苄基醚;液体高级烷基酮(具有至少 9 个碳原子);苯甲酸烷基或芳烷基酯,例如苯甲酸苄酯;烷基化的萘,例如二丙基萘;部分地氢化的三联苯基;高沸点的直链或支链烃;烷芳基烃,例如甲苯;植物油,例如卡诺拉油、大豆油、玉米油、向日葵油或棉籽油;衍生自卡诺拉油、大豆油、棉籽油、玉米油、向日葵油、松油、柠檬油、橄榄油酯交换反应的脂肪酸的甲基酯,或油酸、植物油的甲基酯;植物油的酯,例如大豆甲基酯;10 至 13 个碳的直链饱和的链烷脂族烃。也可使用上述的混合物。一般的稀释剂,例如直链烃也可与溶剂或溶剂的共混物共混。根据疏水性以及分散或溶剂化胺改性的多官能聚乙烯基单体和两官能或多官能乙烯基单体或低聚物的能力来选择所述溶剂。本文中“内相油”为通常能够被用作常规微胶囊化中的油的油材料类型。在常规的微胶囊化中,内相油最终成为微胶囊的芯或内部的内容物。在本发明所涉及的油包水(W/O)乳化的方法中,内相油被过量使用,因此水变成胶囊芯。在这个背景下,术语描述油的类型,但为了清楚起见,应理解为当油包水乳化正在进行时,不一定形成胶囊芯。在这样的背景下,内相油被描述为对于水相的非溶剂。

[0057] 当内相为香料油时,胶囊芯可包含选自具有 C_{logP} 大于约 4, 或约 5, 或约 7, 或甚至约 11 的油溶的材料,和/或还具有密度大于 1 克每立方厘米的材料的分配调节剂。在一个方面,适宜的分配调节剂可包含选自以下材料,包括: C_4 - C_{24} 脂肪酸和甘油的一酯、二酯和三酯;聚甘油低聚物的脂肪酸酯;聚 α -烯烃;硅油;包含聚醚取代的结构单元和交联丙烯酸酯的交联的有机硅;聚甘油醚有机硅交联聚合物;烷基取代的纤维素;羟丙基纤维素;具有侧链结晶基团的丙烯酸类或甲基丙烯酸的脂肪酯;乙烯的共聚物,包括乙烯和乙酸乙烯酯、乙烯和乙烯醇、乙烯/丙烯酸类弹性体;乙酰基石竹烯;六糖;油酸丁酯;氢化的蓖麻油;苯甲酸蔗糖酯;月桂酸;棕榈酸;硬脂酸;十四醇;十六醇;1-辛二醇;肉豆蔻酸异丙酯;蓖麻油;矿物油;异链烷烃;辛酸甘油三酯;大豆油;植物油;溴化的植物油;溴代

庚烷;八乙酸蔗糖酯;棕榈酸香叶酯;乙酰基石竹烯;苯甲酸蔗糖;油酸丁酯;有机硅;聚二甲基硅氧烷;维生素E;十甲基环戊硅氧烷;十二甲基环己硅氧烷;豆油蔗糖酯;硬脂酸蔗糖酯;soyanate 蔗糖酯;月桂醇;1-十四醇;1-十六醇;鲸蜡醇;1-十八醇;1-二十二醇;2-辛基-1-十二烷醇;香料油(在一个方面香料油具有 $ClogP > 5$, 在一个方面所述香料油选自:十八酸、十八烷基酯)、二十四烷, 2, 6, 10, 15, 19, 23-六甲基;十八酸, 溶解于1, 2, 3-丙三醇的二酯;异十三烷, 1, 1'-[(3, 7-二甲基-6-辛烯基)双(氧)]双-;十四酸, 十八烷基酯;2, 6, 10, 14, 18, 22-二十四碳己烯, 2, 6, 10, 15, 19, 23-六甲基-, (全-E)-;二十三烷;二十二烷;十六酸, 十二烷基酯;1, 2-苯二甲酸, 双十二烷基酯;癸酸, 1, 2, 3-丙三醇酯;1-十一碳烯, 11, 11-双[(3, 7-二甲基-6-辛烯基)氧]-;二十一烷;苯, [2-[双[(3, 7-二甲基-2, 6-辛二烯基)氧]甲基]-1-];1-十一碳烯, 11, 11-双[(3, 7-二甲基-2, 6-辛二烯基)氧]-;苯, [2-[双[(1-乙基-1, 5-二甲基-4-己烯基)氧]甲基]-1-];十二烷酸, 十四烷基酯;2H-1-苯并吡喃-6-醇, 3, 4-二氢-2, 5, 7, 8-四甲基-2-(4, 8, 12-三甲基十三烷基)-, [2R-[2R*(4R*, 8R*)]]-;辛酸, 十八烷基酯;二十烷;2H-1-苯并吡喃-6-醇, 3, 4-二氢-2, 5, 8-三甲基-2-(4, 8, 12-三甲基十三烷基)-, [2R*(4R*, 8R*)]-;2-N 萘酚, 1-[6-(2, 2-二甲基-6-亚甲基环己基)-4-甲基-3-己烯基]十氢-2, 5, 5, 8a-四甲基-, [1R-[1 α [E(S*)], 2 β , 4a. β , 8a α]]-;2H-1-苯并吡喃-6-醇, 3, 4-二氢-2, 7, 8-三甲基-2-(4, 8, 12-三甲基十三烷基)-, [2R-[2R*(4R*, 8R*)]]-;庚酸, 十八烷基酯;十九烷;2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16-十七碳辛醛, 2, 6, 11, 15-四甲基-17-(2, 6, 6-三甲基-1-环己烯-1-基)-, (2E, 4E, 6E, 8E, 10E, 12E, 14E, 16E)-;2H-1-苯并吡喃-6-醇, 3, 4-二氢-2, 8-二甲基-2-(4, 8, 12-三甲基十三烷基)-, [2R-[2R*(4R*, 8R*)]]-;十六酸, 2-乙基己基酯;1, 2-苯二甲酸, 二癸基酯;十八烷;苯甲酸, 2-[[2-(苯基亚甲基)亚辛基]氨基]-, 1-乙基-1, 5-二甲基-4-己烯基酯;十八酸, 3-甲基丁基酯;癸酸, 酯与1, 2, 3-丙三醇辛酸酯;十七烷;1-十六碳烯, 7, 11, 15-三甲基-3-亚甲基-;十二酸, 癸酯;十八酸, 丁酯;癸二酸, 双(2-乙基己)酯;苯, [2, 2-双[(3, 7-二甲基-6-辛烯基)氧]乙基]-;苯, [2, 2-双[(3, 7-二甲基-2, 6-辛二烯)氧]乙基]-;9-十八碳烯酸(Z)-, 丁酯;辛酸, 1, 2, 3-丙三醇酯;十六烷;环己烯, 4-(5-甲基-1-亚甲基-4-己烯基)-1-(4-甲基-3-戊烯基)-;2-十六碳烯-1-醇, 3, 7, 11, 15-四甲基-, 乙酸酯, [R-[R*, R*(E)]]-;十六酸, 丁酯;十八酸, 乙酯;1-十二烷醇, 2-辛基-;十五烷;十四酸, 己酯;癸酸, 癸酯;乙酸, 十八烷基酯;十六酸, 2-甲基丙酯;9-十八碳烯酸(Z)-, 乙酯;十七烷酸, 乙酯;十八酸, 甲酯;十四烷;十四酸, 3-甲基丁酯;2-十六碳烯-1-醇, 3, 7, 11, 15-四甲基-, [R-[R*, R*(E)]]-;2-十六碳烯-1-醇, 3, 7, 11, 15-四甲基-;十六酸, 1-甲基乙酯;1H-吡啶, 1, 1'-(3, 7-二甲基-6-辛烯基)双-;十八酸;环戊硅氧烷, 十甲基-;苯甲酸, 2-[[2-(苯基亚甲基)亚辛基]氨基]-, 3-甲基丁酯;9, 12-十八碳二烯酸(Z, Z)-, 乙酯;1-十八醇;己二酸, 二辛酯;9-十八碳烯酸(Z)-, 甲酯;十八酸, 2-羟丙基酯;十四酸, 丁酯;月桂酸, 己酯;9, 12, 15-十八碳三烯酸, 乙酯, (Z, Z, Z)-;十六酸, 乙酯;1-十六醇, 乙酸酯;9-十八碳烯酸(Z)-;己二酸, 双(2-乙基己)酯;1, 8, 11, 14-十七碳四烯;9-十八烯-1-醇, (Z)-;十四酸, 2-甲基丙酯;壬酸, 1-甲基-1, 2-乙二酯;十三烷;萘, 十氢-1, 6-二甲基-4-(1-甲基乙基)-, [1S-(1 α , 4 α , 4a. α , 6 α , 8a. β)]-, 二脱氢衍生物;1-十六炔-3-醇, 3, 7, 11, 15-四甲基-;9, 12-十八碳二烯酸(Z, Z)-, 甲酯;1-十七醇;6, 10, 14-十六碳三烯-3-醇,

3, 7, 11, 15- 四甲基 - ; 苯甲酸, 2-[[[4-(4- 甲基 -3- 戊烯基)-3- 环己烯 -1- 基] 亚甲基] 氨基]-, 甲酯; 9, 12- 十八碳二烯酸 (Z, Z)-; 2- 壬烯, 1, 1'- 氧双 - ; 檀香醇, 苯乙酸酯; 10- 十一碳烯酸, 庚酯; 9, 12, 15- 十八碳三烯酸, 甲酯, (Z, Z, Z)-; 十八酸, 单酯与 1, 2, 3- 丙三醇; 月桂酸, 戊酯; 辛酸, 壬酯; 十五酸, 乙酯; 十六酸, 甲酯; 月桂酸, 4- 甲基苯酯; 月桂酸, 3- 甲基丁酯; 十四酸, 1- 甲基乙酯; 十六酸; 1- 菲甲酸, 十四氢 -1, 4a- 二甲基 -7-(1- 甲基乙基)-, 甲酯, [1R-(1 α , 4a. β , 4b. α , 7 β , 8a. β , 10a. α)]-; 1- 十六醇; 十二烷; 2- 十五烷酮, 6, 10, 14- 三甲基 - ; 9- 十七烷酮; 1- 菲甲醇, 1, 2, 3, 4, 4a, 4b, 5, 6, 10, 10a- 十氢 -1, 4a- 二甲基 -7-(1- 甲基乙基)-, 乙酸酯, [1R-(1 α , 4a. β , 4b. α , 10a. α)]-; 异鲸蜡醇; 月桂酸, 2- 甲基丙酯; 十六腈; 十八酸, 2, 3- 二羟基丙酯; 异十二烷; 1- 菲甲醇, 十四氢 -1, 4a- 二甲基 -7-(1- 甲基乙基)-; 辛酸, 3, 7- 二甲基 -2, 6- 辛二烯酯, (E)-; 月桂酸, 丁酯; 十四酸, 乙酯; 丁酸, 十二烷基酯; 苯甲酸, 2- 氨基 -, 癸酯; 氧杂环十七烷 -2- 酮; 丙酸, 2- 甲基 -, 十二烷基酯; 1H- 茛, 八氢 -1, 1, 2, 3, 3- 五甲基 -; 1- 菲甲酸, 1, 2, 3, 4, 4a, 4b, 5, 6, 7, 8, 10, 10a- 十二氢 -1, 4a- 二甲基 -7-(1- 甲基乙基)-, 甲酯; 9- 十八碳烯酸 (Z)-, 酯与 1, 2, 3- 丙三醇; 9, 12, 15- 十八碳三烯酸, (Z, Z, Z)-; 1, 4, 8- 环十一三烯, 2, 6, 6, 9- 四甲基 -, (E, E, E)-; 1- 菲甲醇, 十二氢 -1, 4a- 二甲基 -7-(1- 甲基乙基)-; 苯甲酸, 3, 4, 5- 三羟基 -, 十二烷基酯; 1H- 吡啶 -1- 庚醇, η . -1H- 吡啶 -1- 基 - α , α , . ϵ . -; 环十二烷; 9- 十六碳烯酸, (Z)-; 苯甲酸, 2-[[[2-(苯基亚甲基) 亚庚基] 氨基]-, 甲基; 9- 十八碳烯酸 (Z)-, 2, 3- 二羟基丙酯; 2- 萘甲醛, 5, 6, 7, 8- 四氢 -3, 5, 5, 6, 7, 8, 8- 七甲基 -, 反式 -; 辛酸, 1- 乙基 -1, 5- 二甲基 -4- 己烯基酯; 2- 十六酮以及它们的混合物; 和 / 或密度调节剂选自: 溴化的植物油; 八乙酸蔗糖酯; 溴代庚烷; 二氧化钛; 氧化锌; 氧化铁; 氧化钴; 氧化镍; 氧化银; 氧化铜; 氧化锆; 二氧化硅; 银; 锌; 铁; 钴; 镍; 铜; 环氧大豆油多元醇; 1h- 茛, 2, 3- 二氢 -1, 1, 3, 3, 5- 五甲基 -4, 6- 二硝基 -; 苯, (2- 溴代乙烯基)-; 苯乙酸, 2- 甲氧基 -4-(1- 丙烯基) 苯基酯; 乙酮, 1-(2, 5- 二甲基 -3- 噻吩基)-; 环氧乙基甲酸, 3-(4- 甲氧苯基)-, 乙酯; 苯甲酸, 2-[(1- 羟基 -3- 苯基丁基) 氨基]-, 甲酯; 1, 3- 苯并二氧杂环戊烯 -5- 羧酸, 乙酯; 1, 3- 苯并二氧杂环戊烯, 5-(2- 丙烯基)-; 苯甲酸, 4- 甲氧基 -; 苯甲醇, α -(三氯甲基)-, 乙酸酯; 苯酚, 2- 甲氧基 -4-(2- 丙烯基)-, 甲酸酯; 苯酚, 2- 甲氧基 -4-(2- 丙烯基)-, 苯甲酸酯; 2- 丙烯 -1- 醇, 3- 苯基, 苯甲酸酯; 苯乙酸, 3- 甲基苯基酯; 苯, 1-(1, 1- 二甲基乙基)-3, 4, 5- 三甲基 -2, 6- 二硝基 -; 苯乙酸, 4- 甲基苯基酯; 苯乙酸, 苄酯; 苯乙酸, (4- 甲氧苯基) 甲酯; 2- 丙烯酸, 3- 苯基 -, 苄酯; 2- 丙烯酸, 3- 苯基 -, 2- 苯乙酯; 苯乙酸, 2- 甲氧基 -4-(2- 丙烯基) 苯酯; 苯酚, 2-(甲硫基)-; 苯甲酸, 2-[[[3-(1, 3- 苯并二氧杂环戊烯 -5- 基)-2- 甲基亚丙基] 氨基]-, 甲酯; 苯甲酸, 2-[[[3-(4- 甲氧苯基)-2- 甲基亚丙基] 氨基]-, 甲酯; 苯甲酸, 3, 5- 二甲氧基 -; 苯甲酸, 2- 羟基 -, 苄酯; 苯甲酸, 2- 羟基 -, 苄酯; 苯甲酸, 2- 羟基 -, 乙酯; 苯甲酸, 2- 羟基 -, 甲酯; 苯甲酸, 2- 氨基 -, 甲酯; 乙酮, 2- 羟基 -1, 2- 二苯基 -; 苯甲酸, 4- 羟基 -, 乙酯; 苯甲酸, 苄酯; 1, 3- 苯并二氧杂环戊烯, 5-(1- 丙烯基)-; 苯并噻唑, 2- 甲基 -; 5h- 二苯并 [a, d] 环庚烯 -5- 酮, 10, 11- 二氢 -; 环氧乙基甲酸, 3- 苯基 -, 乙酯; 苯甲酸, 4- 甲氧基 -, 甲酯; 2- 丙烯酸, 3- 苯基 -, 3- 苯基 -2- 丙烯基酯; 三环 [3. 3. 1. 13, 7] 癸 -2- 醇, 4- 甲基 -8- 亚甲基 -; 三环 [3. 3. 1. 13, 7] 癸 -2- 醇, 4- 甲基 -8- 亚甲基 -, 乙酸酯; 甲酮, 双 (2, 4- 二羟基苯基)-; 甲酮, (2- 羟基 -4- 甲氧苯基) 苯基 -; 二苯并呋喃; 苯甲酸, 2- 氨基 -, 2- 苯乙酯; 乙酮, 1-(萘

基)-; 呋喃, 2, 2'-[硫代双(亚甲基)] 双-; 1, 2, 3- 丙三醇, 三丙酸酯; 2- 丙烯酸, 3- 苯基-, (E)-; 苯酚, 4- 乙基-2, 6- 二甲氧基-; 二硫化物, 甲基苯基; 苯甲酸, 2-[[(4- 甲氧苯基) 亚甲基] 氨基]-, 甲酯; 2- 丙烯酸, 3-(2- 甲氧苯基)-, (Z)-; 8- 羟基喹啉; 二硫化物, 双(苯基甲基); 1, 2- 丙二醇, 二苯甲酸酯; 苯, 1- 溴-4- 乙炔基-; 三硫化物, 二-2- 丙烯基; 苯酚, 2, 6- 二甲氧基-4-(1- 丙烯基)-, (E)-; 苯, (2- 异硫氰基乙基)-; 苯甲酸, 2- 羟基-5- 甲基-, 甲酯; 1, 2, 4- 三硫环戊烷, 3, 5- 二甲基-; 丙酸, 2-(甲基二硫代)-, 乙酯; 苯甲酸, 2- 羟基-, 环己酯; 苯甲酸, 2-[(1- 氧丙基) 氨基]-, 甲酯; 硫代乙酸, s-(4, 5- 二氢-2- 甲基-3- 呋喃基) 酯; 苯甲酸, 2-(乙酰氨基)-, 甲酯; 1, 3, 5- 三噻烷, 2, 4, 6- 三甲基-; 苯甲酸, 2- 氨基-, 丙酯; 丁酸, 1- 萘基酯; 苯甲酸, 2, 4- 二羟基-3- 甲基-, 甲酯; 三硫化物, 甲基-2- 丙烯基; 2- 呋喃甲醇, 苯甲酸酯; 苯甲酸, 2- 羟基-5- 甲基-, 乙酯; 苯, (2, 2- 二氯-1- 甲基环丙基)-; 2- 噻吩甲醛, 5- 乙基-; 苯甲酸, [(苯基亚甲基) 氨基]-, 甲酯; 螺[1, 3- 二硫醇并[4, 5-b] 呋喃-2, 3'(2'h)- 呋喃], 六氢-2', 3a- 二甲基-; 1, 3- 苯并二氧杂环戊烯, 5-(二乙氧基甲基)-; 环十二烷[c] 呋喃, 1, 3, 3a, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 13a- 十二氢-; 苯乙酸, 2- 甲氧苯基酯; 2- 苯并呋喃甲醛; 1, 2, 4- 三噻烷, 3- 甲基-; 呋喃, 2, 2'-[二硫基双(亚甲基)] 双-; 1, 6- 庚二烯-3, 5- 二酮, 1, 7- 双(4- 羟基-3- 甲氧苯基)-, (e, e)-; 苯甲酸, 2, 4- 二羟基-3, 6- 二甲基-, 甲酯; 苯甲酸, 2- 羟基-4- 甲氧基-, 甲酯; 丙酸, 2- 甲基-, 1, 3- 苯并二氧杂环戊烯-5- 基甲酯; 1, 2, 4- 三硫环戊烷, 3, 5- 二乙基-; 1, 2, 4- 三硫环戊烷, 3, 5- 双(1- 甲基乙基)-; 呋喃, 2-[(甲基二硫) 甲基]-; 四硫化物, 二甲基; 苯乙醛, α -(2- 呋喃基亚甲基)-; 苯甲酸, 3- 甲氧基-; 硫代苯甲酸, s- 甲酯; 苯甲酸, 2- 甲氧基-, 甲酯; 苯甲酸, 2- 羟基-, 4- 甲基苯基酯; 苯甲酸, 2- 羟基-, 丙酯; 2- 丙烯酸, 3-(2- 甲氧苯基)-; 2- 丙烯酸, 3-(3- 甲氧苯基)-; 苯甲酸, 2- 羟基-4- 甲氧基-6- 甲基-, 乙酯; 苯甲醛, 2- 羟基-5- 甲基-; 1, 2, 3- 丙三醇, 三苯甲酸酯; 苯甲酸, 4- 甲基苯基酯; 2- 呋喃甲酸, 丙酯; 苯甲酸, 2- 羟基-, 2- 甲基苯基酯; 苯甲酸, 4- 羟基-3- 甲氧基-, 乙酯; 2- 丙烯酸, 3- 苯基-; 苯, 1, 3- 二溴-2- 甲氧基-4- 甲基-5- 硝基-; 苯, (异硫氰基甲基)-; 2- 丙烯酸, 3-(2- 呋喃基)-, 乙酯; 苄硫醇, 4- 甲氧基-; 2- 噻吩甲硫醇; 苯, 1, 1'-[(2- 苯基亚乙基) 双(氧亚甲基)] 双-; 苯酚, 2, 6- 二甲氧基-4-(2- 丙烯基)-; 苯甲酸, 2-[(2- 苯基亚乙基) 氨基]-, 甲酯; 苯丙酸, β - 氧-, 4- 甲基苯基酯; 1h- 吡啶-3- 庚醇, . η . -1h- 吡啶-3- 基- α , α , . ϵ . - 三甲基-; 苯甲酸, 2- 羟基-, 3- 甲基-2- 丁烯基酯; 1, 3- 苯并二氧杂环戊烯-5- 丙醇, α - 甲基-, 乙酸酯; 噻吩, 2, 2'- 二硫基双-; 苯甲酸, 2- 羟基-; 苯甲醛, 2- 羟基-4- 甲基-; 二硫化物, 甲基苯基甲基; 2- 呋喃甲酸, 2- 苯乙酯; 苯硫酚, 2- 甲氧基-; 苯甲酸, 2-[[(4- 羟基-3- 甲氧苯基) 亚甲基] 氨基]-, 甲酯; 乙醇, 2-(4- 甲基苯氧基)-1-(2- 苯基乙氧基)-; 苯乙酸, 3- 苯基-2- 丙烯基酯; 苯甲酸, 2- 氨基-, 2- 丙烯基酯; 二环[3. 2. 1] 辛-8- 酮, 1, 5- 二甲基-, 肟; 2- 噻吩硫醇; 苯酚, 2- 甲氧基-4-(1- 丙烯基)-, 甲酸酯; 苯甲酸, 2- 氨基-, 环己酯; 苯酚, 4- 乙炔基-2- 甲氧基-; 苯甲酸, 2- 羟基-, 2-(1- 甲基乙氧基) 乙酯; 乙酮, 1-[4-(1, 1- 二甲基乙基)-2, 6- 二甲基-3, 5- 二硝基苯基]-; 苯, 1-(1, 1- 二甲基乙基)-3, 5- 二甲基-2, 4, 6- 三硝基-; 2- 丙烯酸, 3-(4- 甲氧苯基)-; 苯, 1-(1, 1- 二甲基乙基)-2- 甲氧基-4- 甲基-3, 5- 二硝基-; 1, 2- 苯二甲酸, 二乙酯; 乙酮, 1-(3, 4- 二氢-2h- 吡咯-5- 基)-; 苯甲酸, 2-(甲基氨基)-, 甲酯; 2h-1- 苯并吡喃-2- 酮, 7- 乙氧基-4- 甲基-; 苯甲酸, 2- 羟基-, 2- 苯乙酯; 苯甲酸, 2- 氨基-, 乙酯;

2-丙烯-1-醇,3-苯基-,2-氨基苯甲酸盐;苯酚,4-氯-3,5-二甲基-;二硫化物,二苯基;1-萘酚;[1,1'-联苯]-2-酚;苯甲醇, α -苯基-;2-萘硫酚;乙酮,1-(2-萘基)-;苯酚,2-甲氧基-4-(1-丙烯基)-,乙酸酯;2-萘酚,苯甲酸酯;苯甲酸,苯基酯;吡啶,2-[3-(2-氯苯基)丙基]-;苯甲酸,4-羟基-,丙酯;乙酮,1-(1-萘基)-;丙酸,3-[(2-呋喃基甲基)硫]-,乙酯;2-丙烯-1-酮,1,3-二苯基-;3-吡啶甲酸,苯基甲酯;苯甲酸,2-苯乙酯;哌啶,1-[5-(1,3-苯并二氧杂环戊烯-5-基)-1-氧-2,4-戊二烯基]-,(e,e)-;苯并噻唑以及它们的混合物。

[0058] 在某些实施方案中,据信微胶囊化方法依靠有机酸以形成将壁材料驱动至油水界面的带电粒种。带电粒种还可通过使用具有无机水溶性碱的油溶性有机酸性丙烯酸盐或甲基丙烯酸盐,或具有无机水溶性碱的油溶性有机胺丙烯酸盐或甲基丙烯酸盐形成。视情况而定,还可使用油溶性酸或碱以用于中和丙烯酸盐或甲基丙烯酸盐的酸或碱。

[0059] 可通过调节搅拌的速度来控制胶囊的尺寸。通过更快的搅拌来实现更小尺寸的分散体,从而形成更小的胶囊。

[0060] 可方便地使用乳化剂或保护胶体以有利于分散。此类材料包括例如羧化的或部分地水解的聚乙烯醇、甲基纤维素和各种胶乳材料、硬脂酸酯、卵磷脂和各种表面活性剂。

[0061] 根据本发明的微胶囊可用于微胶囊化的各种芯材料,例如但不限于色原体和染料、调味剂、香料、甜味剂、芳香剂、油、蜡、有机硅油、软化剂、维生素、脂肪、颜料、清洁油、药物、药物油、香料油、霉菌抑制剂、抗微生物剂、粘合剂、相变材料、香味、肥料、营养素和除草剂。

[0062] 微胶囊化可有利于通过增加粒度或通过液体转换加工成自由流动的固体的加工过程。微胶囊的最大应用是在成像系统中,例如无碳复写纸。

[0063] 微胶囊壁可起到延长储存寿命的作用,稳定并保护芯材料,掩蔽强烈的味道,或保护内容物,以便当所述胶囊壁破裂、剪开、破碎、破损或熔融时,它们可被用来参与反应,例如成像或形成粘合剂。

[0064] 芯材料可为由微胶囊包封的材料的微量组分或主要组分。如果芯材料可用作胶囊中的油或水的溶剂,则有可能将芯材料制成包封的主要或全部材料。然而通常,芯材料为胶囊内部内容物的0.01至99重量%,优选为胶囊内部内容物的0.01至约65重量%,并且更优选为胶囊内部内容物的0.1至约45重量%。对于某些特别有效的材料,芯可仅为痕量。

[0065] 在本发明的方法中,第一组合物被制备成油相1号。使该油相温度达到壁的预反应温度。优选使用氮气层并且溶液用高剪切搅拌混合以分散小滴。逐渐地,温度增加以形成第一组合物的反应产物。

[0066] 制备第二油相,并且可保持在所述引发剂的预反应温度。

[0067] 使两种油溶液预反应并混合。搅拌所述混合物,并保持在预反应温度足够的时间以使壁材料预反应。在预反应步骤之后,将水相加入油溶液中。

[0068] 在壁预反应之后,制备水相并将水相小心地加入油溶液中。研磨所述溶液,并加热足够的时间以容许壁的沉积继续进行。该方法在实施例中进一步被示出并解释。

[0069] 在可供选择的实施方案中,在所述第一组合物中,所述引发剂可为能量活化型引发剂,代替热或除了热以外,所述引发剂还依赖于光例如紫外线或光引发的或电子束引发的自由基。任选也可使用可见光引发的自由基发生器。然后使该分散体经受紫外线以产生

自由基并且开始聚合。根据一种或多种引发剂的类型,使分散体经受紫外线和/或热(视一种或多种引发剂情况而定)以产生自由基。术语能量活化旨在包括但不限于热或光或紫外线或可见光或红外线或电子束活化。

[0070] 随着聚合反应的进行,在水相和油相的界面处形成微胶囊壁材料。在可供选择的实施方案中,微胶囊化过程中的任何加热步骤可被紫外线或光引发的或电子束引发的自由基产生步骤替代。

[0071] 更具体地讲,在该可供选择的实施方案中,本发明为一种获得微胶囊的方法:通过分散油性胺改性的多官能单体或低聚物和油性双或多官能乙烯基单体或低聚物以及紫外线引发剂。任选也可使用可见光引发的自由基发生器。还可将有机酸加入内相油中。然后使该分散体经受紫外线以形成预聚物。向该内相油和预聚物中加入水相,所述水相包含阴离子乳化剂在水中的分散体。任选向水相中加入紫外线引发剂,或作为另外一种选择,加入热引发剂,或作为另外一种选择,不加入引发剂。将水相乳化成油相(W/O),或作为另外一种选择,使用过量水相,并且将油相乳化成水相(O/W)。根据一种或多种引发剂的类型,使分散体经受紫外线或加热(视引发剂情况而定)以产生自由基。

[0072] 随着聚合反应的进行,在水相和油相的界面处形成微胶囊壁材料。使用第三紫外线照射或加热步骤,以进一步聚合或硬化所形成的壁材料。

[0073] 在本文所述的任何微胶囊化方法中,通过相应紫外线照射步骤替代相应的加热步骤,可进行类似的紫外线引发剂的替代。

[0074] 紫外线引发剂包括二苯甲酮;苯乙酮;苝基;苯甲醛;邻氯苯甲醛;咕吨酮;噻吨酮;9,10-蒽醌;1-羟基环己基苯基甲酮;2,2-二乙氧基苯乙酮;二甲氧基苯基苯乙酮;甲基二乙醇胺;二甲基氨基苯甲酸酯;2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮;2,2-二仲丁氧基苯乙酮;2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙-1-酮;二甲氧基缩酮;和苯基乙二醛;2,2'-二乙氧基苯乙酮、羟基环己基苯基甲酮、 α -羟基酮、 α -氨基酮、 α -萘基羰基化合物和 β -萘基羰基化合物、苯偶姻醚如苯偶姻甲基醚、苝基、苝基缩酮例如苝基二甲基缩酮、苯乙酮、苝酮、2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮。该类紫外线引发剂是可商购获得的,例如购自Ciba的IRGACURE 184™或DEGACURE 1173™。热引发剂购自DuPont。任何水相或油相中的光引发剂份数为约0.1至10重量%,优选0.1至约6重量%,更优选0.5至2.5重量%。类似的重量百分比范围也适用于热引发剂。

[0075] 可以替代的方式包括紫外线引发剂,作为供选择的引发剂体系(用于任何加热步骤或胶囊包封工艺步骤)或作为附加的引发剂体系。经由适当地选择引发剂和一种或多种引发方法,采用双重固化方法或任选的热引发或任选的光引发或任选的紫外线引发方法,这形成了用于聚合或低聚的引发剂体系。在本发明可供选择的实施方案中,单独使用或与热自由基引发剂组合使用通过紫外线或高能辐射能够激发或裂解的偶氮化合物。在另一个可供选择的实施方案中,仅由偶氮化合物形成热和紫外线引发剂的组合。

[0076] 在另一个实施方案中,就特定的微胶囊化工艺而言,在可见光照射下分解成自由基的引发剂的用途被有效地应用,所述引发剂例如噻吨酮、氧化膦、茂金属、叔氨基苯或叔氨基二苯甲酮。然而,此类微胶囊化体系通常需要特殊的体系处理,通过适当控制光照条件防止过早聚合或低聚。

[0077] 就光活化型微胶囊化而言,优选使用紫外线引发剂,或紫外线引发剂与热自由基

引发剂的组合。该组合可向所述方法的微胶囊化步骤赋予显著的灵活性,其中微胶囊化方法的任何一个或多个步骤可随后通过适当选择在特定温度下分解或在特定光照条件下分解的引发剂而引发。

[0078] 在另一个实施方案中,通过适当选择单体和引发剂,可采用一些适宜的方法例如热(与热引发剂一起使用)或紫外线(与紫外线引发剂一起使用)或电子束,使所述方法中的相应单体聚合或低聚。当用电子束替代紫外线辐射时,引发剂的加入不是绝对必需的,或可降低所用的量。包封工艺中单独加热步骤的可选择的办法包括自由地采用可见光和适宜的引发剂,采用紫外线和适宜的紫外线引发剂,或采用无引发剂或减量引发剂情况下的致电离辐射(例如电子束或伽马射线),以替代任何加热步骤。

[0079] 紫外线引发剂可选自常规用于促进紫外线引发的自由基形成的那些有机化合物。优选的紫外线引发剂为 1-羟基环己基苯基甲酮,因为当暴露于紫外线辐射下时,它快速产生自由基。也可使用紫外线引发剂的混合物,或其与热引发剂的混合物。这通常是期望的,因为在某些情况下,它提供自由基的更有效形成。一般来讲,基于所有组分的总重量,任何水相或油相中紫外线引发剂的含量为 0.1 至 10.0 重量%。然而,优选使用基于总重量介于 0.5-2.5 重量%之间的紫外线引发剂,最优选 0.5-1.0 重量%的紫外线引发剂。

[0080] 所用每种热、紫外线或光引发剂的量可变化,并且取决于一些因素例如聚合或进一步低聚的单体或低聚物材料。通常基于所有组分的重量计,引发剂的量在约 0.1 至约 6% 的范围内,并且通常在约 1 至约 3% 的范围内。

[0081] 基于紫外线固化的微胶囊化方法具有允许包封高挥发性或热敏性芯材料的优点。可紫外线固化的壁体系可具有比相似热固化体系更低的能量消耗。在某些方面,可紫外线固化的体系通过使用光引发而具有提高生产能力和效率的潜力。

[0082] 提出了多种引发剂使用组合。第一组合物可包含热引发剂或任选的紫外线引发剂或二者。类似地,第二组合物的乳化剂可包含热引发剂或任选的紫外线引发剂或二者。在本发明可供选择的方面,所述引发剂为紫外线引发剂。

[0083] 根据本发明微胶囊颗粒,通过选择固化条件、壁材料、引发剂和浓度可选择容许形成具有更有针对性释放特征的适合最终用途应用的胶囊的期望的渗透水平。本发明的方法使制造具有不同渗透性水平的胶囊成为可能。渗透性以经过给定的时间范围释放的小于某一数量的芯材料来方便地表达。例如,低渗透性在 48 小时萃取时间将释放小于 1.0mg/ml,或在 1 周萃取时间小于 2mg/ml 或在四周萃取时间小于 5mg/ml。期望的最终用途应用通常将指定被认为满足应用的需要可接受的目标释放速率。

[0084] 浆液 / 附聚物

[0085] 在一个方面,公开了可包含任何本说明书中所公开的颗粒的浆液。所述浆液可与辅助成分结合以形成组合物,例如消费品。

[0086] 在所述浆液的一个方面,一种或多种加工助剂选自:水、聚集抑制物质,例如二价的盐、颗粒悬浮聚合物、以及它们的混合物。聚集抑制物质的实例包括可围绕所述颗粒具有电荷屏蔽作用的盐,例如氯化镁、氯化钙、溴化镁、硫酸镁、以及它们的混合物。颗粒悬浮聚合物的实例包括聚合物,例如黄原胶、角叉菜胶、瓜尔胶、紫胶、藻酸酯、脱乙酰壳多糖;纤维索材料,例如羧甲基纤维素、羟丙基甲基纤维素、带氧离子电荷的纤维索材料;聚丙烯酸;聚乙烯基醇;氢化蓖麻油;乙二醇二硬脂酸酯、以及它们的混合物。

[0087] 在一个方面,所述浆液可包含一种或多种加工助剂,选自水、聚集抑制物质,例如二价的盐;颗粒悬浮聚合物,例如黄原胶、瓜尔胶、羧甲基纤维素。

[0088] 在前述浆液的一个方面,所述一个或多个载体可选自极性溶剂,其包括但不限于:水、乙二醇、丙二醇、聚乙二醇、甘油;非极性溶剂包括但不限于:矿物油、香料原材料、硅油、烃石蜡油、以及它们的混合物。

[0089] 在所述浆液的一个方面,所述浆液可包含沉积助剂,所述沉积助剂可包含选自下列的聚合物:多糖(在一个方面为阳离子改性的淀粉和/或阳离子改性的瓜尔胶);聚硅氧烷;聚二烯丙基二甲基卤化铵;聚二烯丙基二甲基氯化铵和聚乙烯吡咯烷酮的共聚物;包含聚乙二醇和聚乙烯吡咯烷酮的组合物;丙烯酰胺;咪唑;卤化咪唑啉;聚乙烯基胺;聚乙烯基胺和N-乙烯基甲酰胺的共聚物;聚乙烯基甲酰胺、聚乙烯醇;与硼酸交联的聚乙烯醇;聚丙烯酸;聚甘油醚有机硅交联聚合物;聚丙烯酸、聚丙烯酸酯、聚乙烯胺和胺的聚乙烯醇低聚物的共聚物(在一个方面为二亚乙基三胺、乙二胺、双(3-氨基丙基)哌嗪、N,N-双(3-氨基丙基)甲胺、三(2-氨基乙基)胺、以及它们的混合物);聚乙烯亚胺、衍生化的聚乙烯亚胺(在一个方面为乙氧基化的聚乙烯亚胺);包含至少两个在聚丁二烯、聚异戊二烯、聚丁二烯/苯乙烯、聚丁二烯/丙烯腈、羧基封端的聚丁二烯/丙烯腈主链或它们的组合上的选自下述的部分的聚合化合物:羧酸部分、胺部分、羟基部分和腈部分;预成形的阴离子表面活性剂与阳离子聚合物混合的聚集体;聚胺以及它们的混合物。

[0090] 在一个方面,公开了包含所述颗粒和第二材料的附聚物。

[0091] 在所述附聚物的一个方面,所述第二材料可包含选自下列的材料:二氧化硅、柠檬酸、碳酸钠、硫酸钠、氯化钠和基料,例如硅酸钠、改性的纤维素、聚乙二醇、聚丙烯酸酯、聚丙烯酸、沸石、以及它们的混合物。

[0092] 消费品

[0093] 在一个方面,公开了包含辅助成分和一组低渗透性微胶囊颗粒的组合物,所述微胶囊颗粒包含油溶性芯材料或可分散性芯材料以及至少部分地围绕所述芯材料的壁材料,所述微胶囊壁材料包含:

[0094] 在包含阴离子乳化剂的第二组合物的存在下第一组合物的反应产物,所述第一组合物包含 i) 油溶性胺或分散性胺与 ii) 多官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体或低聚物、油溶性酸和引发剂的反应产物;所述阴离子乳化剂包含水溶性丙烯酸烷基酸共聚物或水分散性丙烯酸烷基酸共聚物、碱或碱盐以及任选地水相引发剂,其中所述第一组合物引发剂和/或所述水相引发剂为能量活化型引发剂;从而第一组合物和第二组合物的反应产物致使形成具有对芯材料低渗透性的微胶囊壁的一组微胶囊;

[0095] 所述组合物为消费品,或甚至在一个方面,为清洁组合物、织物护理组合物和/或个人护理组合物。

[0096] 在所述组合物的一个方面,能量活化型引发剂可为紫外线引发剂。

[0097] 在所述组合物的一个方面,所述胺可为仲胺或叔胺。

[0098] 在所述组合物的一个方面,所述胺可为胺低聚物。

[0099] 在所述组合物的一个方面,所述胺可为丙烯酸氨基烷酯或甲基丙烯酸氨基烷酯。

[0100] 在所述组合物的一个方面,所述胺可选自甲基丙烯酸二乙氨基乙酯、甲基丙烯酸二甲氨基乙酯或甲基丙烯酸叔丁氨基乙酯。

[0101] 在所述组合物的一个方面,就所述一组微胶囊颗粒而言,所述微胶囊可具有小于4%的游离的油百分比。

[0102] 在所述组合物的一个方面,所述微胶囊的芯材料可包括选自下列的材料:色原体、染料、香料、调味剂、甜味剂、油、颜料、药剂、杀霉菌剂、除草剂、肥料、相变材料和粘合剂。

[0103] 在所述组合物的一个方面,所述组合物可包含基料和其上粘附微胶囊的基底材料。

[0104] 在所述组合物的一个方面,所述能量活化型引发剂可为紫外线引发剂和酮化合物。

[0105] 在所述组合物的一个方面,所述引发剂可为紫外线引发剂,选自二苯甲酮;苯乙酮;苄基;苯甲醛;邻氯苯甲醛;咕吨酮;噻吨酮;9,10-蒽醌;1-羟基环己基苯基甲酮;2,2-二乙氧基苯乙酮;二甲氧基苯基苯乙酮;甲基二乙醇胺;二甲基氨基苯甲酸酯;2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮;2,2-二仲丁氧基苯乙酮;2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙-1-酮;二甲氧基缩酮;和苯基乙二醛;2,2'-二乙氧基苯乙酮、羟基环己基苯基甲酮、 α -羟基酮、 α -氨基酮、 α -萘基羰基化合物和 β -萘基羰基化合物、苯偶姻醚例如苯偶姻甲基醚、苄基、苄基缩酮例如苄基二甲基缩酮、苯乙酮、苋酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮。

[0106] 在所述组合物的一个方面,所述第一组合物引发剂可包含紫外线引发剂。

[0107] 在所述组合物的一个方面,所述颗粒可被包含在与所述助剂混合的浆液中。

[0108] 在所述组合物的一个方面,所述浆液可包含一种或多种加工助剂,选自水、聚集抑制物质,例如二价的盐;颗粒悬浮聚合物,例如黄原胶、瓜尔胶、羧甲基纤维素。

[0109] 在所述组合物的一个方面,所述颗粒可被包含在与所述助剂混合的附聚物中。

[0110] 在所述组合物的一个方面,所述附聚物可包含选自下列的材料:二氧化硅、柠檬酸、碳酸钠、硫酸钠、氯化钠和基料,例如硅酸钠、改性的纤维素、聚乙二醇、聚丙烯酸酯、聚丙烯酸、沸石、以及它们的混合物。

[0111] 在所述组合物的一个方面,所述助剂可选自聚合物(在一个方面为阳离子聚合物)、表面活性剂、助洗剂、螯合剂、染料转移抑制剂、分散剂、酶、酶稳定剂、催化材料、漂白活化剂、聚合物分散剂、粘土污垢移除/抗再沉积剂、增白剂、染料聚合物缀合物、染料粘土缀合物、抑泡剂、染料、漂白催化剂、附加香料和/或香料递送体系、结构增弹剂、织物软化剂、载体、水溶助长剂、加工助剂、流变改性剂、结构剂、增稠剂、颜料、水、以及它们的混合物。

[0112] 在所述组合物的一个方面,所述组合物可包含选自下列的材料:染料、香料、光学增白剂、流变改性剂、结构剂、增稠剂、沉积助剂、以及它们的混合物。

[0113] 在所述组合物的一个方面,所述组合物可包含沉积助剂,所述沉积助剂包含选自下列的聚合物:多糖(在一个方面为阳离子改性的淀粉和/或阳离子改性的瓜尔胶);聚硅氧烷;聚二烯丙基二甲基卤化铵;聚二烯丙基二甲基氯化铵和聚乙烯吡咯烷酮的共聚物;包含聚乙二醇和聚乙烯吡咯烷酮的组合物;丙烯酰胺;咪唑;卤化咪唑啉;聚乙烯基胺;聚乙烯基胺和N-乙烯基甲酰胺的共聚物;聚乙烯基甲酰胺、聚乙烯醇;与硼酸交联的聚乙烯醇;聚丙烯酸;聚甘油醚有机硅交联聚合物;聚丙烯酸、聚丙烯酸酯、聚乙烯胺和胺的聚乙烯醇低聚物的共聚物(在一个方面为二亚乙基三胺、乙二胺、双(3-氨基丙基)哌嗪、N,N-双

(3-氨基丙基)甲胺、三(2-氨基乙基)胺、以及它们的混合物);聚乙烯亚胺、衍生化的聚乙烯亚胺(在一个方面为乙氧基化的聚乙烯亚胺);包含至少两个在聚丁二烯、聚异戊二烯、聚丁二烯/苯乙烯、聚丁二烯/丙烯腈、羧基封端的聚丁二烯/丙烯腈主链或它们的组合上的选自下述的部分的聚合化合物:羧酸部分、胺部分、羟基部分和腈部分;预成形的阴离子表面活性剂与阳离子聚合物混合的聚集体;聚胺以及它们的混合物。

[0114] 在所述组物的一个方面,至少 75% 的所述颗粒可具有约 0.2MPa 至约 30MPa;约 0.6MPa 至约 10MPa,约 1.0MPa 至约 5MPa,约 1.2MPa 至约 3MPa 的破裂强度。

[0115] 在所述组物的一个方面,所述组物可包含流变改性剂、增稠剂和/或结构剂,所述组物在 20s^{-1} 剪切速率下且在 21°C 下具有 1 至 7000cps 的高剪切粘度,以及大于 1000cps,或甚至 1000cps 至 200,000cps 的低剪切粘度(在 0.5s^{-1} 剪切速率下且在 21°C 下)。在一个方面,对于清洁组物和处理组物,此类流变改性剂赋予所述含水液体组物在 20s^{-1} 下且在 21°C 下 50-3000cps 的高剪切粘度,以及在低剪切下(0.5s^{-1} 剪切速率,在 21°C 下)大于 1000cps,或甚至 1000cps 至 200,000cps 的粘度。在一个方面,适宜的流变改性剂、增稠剂和/或结构剂可选自:聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、聚羧酸酯、聚合物树胶如果胶、藻酸酯、阿拉伯半乳聚糖(阿拉伯树胶)、角叉菜胶、结冷胶、黄原胶和瓜尔胶、其它非树胶型多糖如结冷胶、以及这些聚合材料的组合、含羟基脂肪酸、脂肪酸酯或脂肪蜡、蓖麻油及其衍生物、氢化蓖麻油衍生物如氢化蓖麻油和氢化蓖麻蜡;以及它们的混合物。

[0116] 在所述组物的一个方面,所述组物可为流体洗涤剂,并且基于总流体洗涤剂的重量计包含小于约 80% 的水,小于约 60% 至约 2% 的水,约 45% 至约 7% 的水,或约 35% 至约 9% 的水。

[0117] 在所述组物的一个方面,所述组物在 1s^{-1} 的剪切速率下,可具有约 10cps 至约 999cps,或甚至约 100cps 至约 800cps 的粘度。

[0118] 在所述组物的一个方面,所述组物可为凝胶,基于总凝胶重量计,所述凝胶包含小于约 45% 的水,小于约 45% 至约 2% 的水,约 45% 至约 7% 的水,约 35% 至约 9% 的水,并且所述组物可具有约 1,000cps 至约 10,000cps 或甚至约 1,200cps 至约 8,000cps 的自身粘度;

[0119] 在所述组物的一个方面,所述组物可为流体织物增强剂、固体织物增强剂、流体洗发剂、固体洗发剂、毛发调理剂、沐浴剂、固体止汗剂、流体止汗剂、固体除臭剂、流体除臭剂、流体洗涤剂、固体洗涤剂、流体硬质表面清洁剂、固体硬质表面清洁剂、或包含洗涤剂和水溶性膜包封所述洗涤剂的单位剂量洗涤剂。

[0120] 在另一个方面,本文所公开的组物可具有任何本文所公开的材料和/或特性的组合。

[0121] 本发明的各方面包括本发明的颗粒在衣物洗涤剂组物(例如, TIDE™), 硬质表面清洁剂(例如, MR CLEAN™), 自动盘碟洗涤液(例如, CASCADE™) 和地板清洁剂(例如, SWIFFER™) 中的使用。清洁组物的非限制性实例可包括公布于美国专利 4,515,705; 4,537,706; 4,537,707; 4,550,862; 4,561,998; 4,597,898; 4,968,451; 5,565,145; 5,929,022; 6,294,514; 和 6,376,445 中的那些。通常配制本文所公开的清洁组物,以使得在用于含水清洁操作的期间,洗涤水将具有介于约 6.5 和约 12 之间、或甚至约 7.5 和约 10.5 之间的 pH。液体餐具洗涤产品制剂典型地具有介于约 6.8 和约 9.0 之间的 pH。清洁

制品被典型地配制成具有约 7 至约 12 的 pH。将 pH 调节在可取使用程度的技术包括使用缓冲剂、碱、酸等，并且是本领域的技术人员所熟知的。

[0122] 本发明的方面尤其包括在个人护理组合物中使用颗粒。本发明的个人护理组合物可被施用到皮肤上和 / 或毛发上。例如，组合物可被配置成棒、液体、乳液、洗发剂、凝胶、粉末、棒状物、毛发调理剂(洗去型和免洗型)、生发油、糊剂、毛发着色剂、喷剂、摩丝和 / 或其它定型产品。

[0123] 个人护理组合物

[0124] 在一个方面，本文所公开的消费品可为个人护理组合物，所述组合物包含任何在本说明书中描述的颗粒的方面。此类组合物可为固体或流体形式。此类组合物可被施用到皮肤上和 / 或毛发上或在其它实施方案中被用于处理部位并 / 或清洁部位。例如，组合物可被配置成棒、液体、乳液、洗发剂、凝胶、粉末、棒状物、毛发调理剂(洗去型和免洗型)、生发油、糊剂、毛发着色剂、喷剂、摩丝和其它定型产品。

[0125] 在一个实施方案中，颗粒适用在毛发移除之前、期间或之后被掺入个人护理组合物中。本发明的个人护理组合物可与各种毛发移除应用组合使用(在此之前，与此同时，和 / 或在此之后)，包括但不限于剃刮(湿剃或干剃、通过电动剃刀、通过可重复使用或一次性的电动剃刀或手动剃刀、以及它们的组合)、脱毛、电解、上蜡除毛或脱毛以及能量递送装置以有助于调控毛发生长。所述毛发移除组合物可为气溶胶，例如气溶胶剃刮准备物，其可为泡沫、凝胶或后发泡凝胶，或非气溶胶剃刮准备物，如一般在市场上所购得的。在一个实施方案中，剃刮准备物为乳液，其可为霜膏或乳液的形式，或剃刮准备物可为凝胶，其最通常由聚合物增稠的表面活性剂体系组成。

[0126] 在一个实施方案中，颗粒被掺入剃刮助剂中，所述剃刮助剂可被掺入剃刀刀片架上。本领域的技术员将理解，剃刮助剂还通常被称为润滑条。适宜的剃刮助剂和 / 或润滑条公开于美国专利：7,069,658、6,944,952、6,594,904、6,182,365、6,185,822、6,298,558 和 5,113,585，以及美国外观设计专利 D424,745 中。在一个实施方案中，剃刮助剂包含约 50% 至约 95% 的润滑水溶性聚合物，所述聚合物选自聚环氧乙烷、聚乙烯吡咯烷酮、聚丙烯酰胺、改性的羟烷基纤维素、聚乙烯基咪唑啉、聚乙烯醇、聚砜、聚甲基丙烯酸羟乙酯以及它们的混合物。剃刮助剂也可包括约 1% 至约 50% 的非可溶解的聚合物，所述聚合物选自聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、丁二烯 - 苯乙烯共聚物、聚缩醛、丙烯腈丁二烯苯乙烯共聚物、乙酸乙烯酯共聚物、以及它们的混合物。

[0127] 本发明的组合物可包括以下组分：

[0128] A. 去污表面活性剂

[0129] 本发明组合物可包括去污表面活性剂。所述去污表面活性剂组分可包括阴离子去污表面活性剂、两性离子或两性去污表面活性剂、或它们的组合。所述组合物中阴离子表面活性剂组分的浓度应足以提供期望的清洁性能和起泡性能，并一般在约 5% 至约 50% 的范围。

[0130] 适用于组合物中的阴离子表面活性剂为烷基硫酸盐和烷基醚硫酸盐。其它适宜的阴离子去污表面活性剂为符合式 $[R^1-SO_3-M]$ 的有机硫酸反应产物的水溶性盐，其中 R^1 为具有约 8 至约 24，或约 10 至约 18 个碳原子的直链或支链饱和脂族烃基；并且 M 为上文所述阳离子。其它合适的阴离子去污表面活性剂为用羟乙磺酸酯化和用氢氧化钠中和的脂肪酸

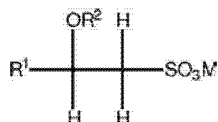
的反应产物,其中例如该脂肪酸可衍生自椰子油或棕榈仁油;甲基氨基乙磺酸盐的脂肪酸酰胺的钠或钾盐,其中例如,该脂肪酸可衍生自椰子油或棕榈仁油。其它类似的阴离子表面活性剂被描述于美国专利 2,486,921;2,486,922 和 2,396,278 中。

[0131] 适用于组合物的其它阴离子去污表面活性剂为琥珀酸盐,其实例包括 N-十八烷基磺基琥珀酸二钠、月桂基磺基琥珀酸二钠、月桂基磺基琥珀酸二铵、N-(1,2-二羧基乙基)-N-十八烷基磺基琥珀酸四钠、磺基琥珀酸钠的二戊基酯、磺基琥珀酸钠的二己基酯和磺基琥珀酸钠盐的二辛基酯。

[0132] 其它适宜的阴离子去污表面活性剂包括具有约 10 至约 24 个碳原子的烯烃磺酸盐。除了严格意义上的烯烃磺酸盐和一部分羟基链烷磺酸盐之外,烯烃磺酸盐还可包含微量的其它物质例如烯烃二磺酸盐,这取决于反应条件、反应物的比例、初始烯烃的性质和烯烃原料中的杂质以及磺化过程期间的副反应。此类 α -烯烃磺酸盐的非限制性实例描述于美国专利 3,332,880 中。

[0133] 适用于本发明组合物中的另一类阴离子去污表面活性剂是 β -烷氧基链烷磺酸盐。这些表面活性剂符合以下化学式

[0134]



[0135] 其中 R^1 为具有约 6 个至约 20 个碳原子的直链烷基, R^2 为具有约 1 个至约 3 个碳原子,或甚至 1 个碳原子的低级烷基,并且 M 为如上文所述的水溶性阳离子。

[0136] 美国专利 3,929,678、2,658,072、2,438,091、2,528,378。

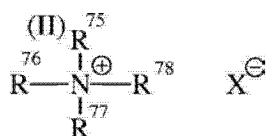
[0137] B. 阳离子表面活性剂体系

[0138] 本发明的组合物可包含阳离子表面活性剂体系。所述阳离子表面活性剂体系可为一种阳离子表面活性剂,或两种或更多种阳离子表面活性剂的混合物。如果存在的话,根据易于漂洗感、流变特性和润湿调理有益效果间的平衡,所述阳离子表面活性剂体系在所述组合物中的含量按重量计为约 0.1% 至约 10%,约 0.5% 至约 8%,约 1% 至约 5%,或甚至约 1.4% 至约 4%。

[0139] 包括单烷基链和二烷基链阳离子表面活性剂在内的多种阳离子表面活性剂可用于本发明的组合物中。根据期望的凝胶基质和湿调理有益效果,适宜的材料实例包括一烷基链状阳离子表面活性剂。为提供平衡的湿调理有益效果,所述单烷基阳离子表面活性剂为具有一个烷基长链的那些,所述烷基长链具有 12 至 22 个碳原子,16 至 22 个碳原子,或 C_{18} - C_{22} 烷基。与氮连接的其它基团独立地选自具有 1 至约 4 个碳原子的烷基、或具有最多约 4 个碳原子的烷氧基、聚氧化烯基、烷基酰氨基、羟烷基、芳基或烷基芳基。上述单烷基阳离子表面活性剂包括,例如,单烷基季铵盐和单烷基胺。单烷基季铵盐包括,例如具有非官能化长烷基链的那些。单烷基胺包括,例如单烷基酰氨基胺及其盐。

[0140] 可用于本文的单长链烷基季铵盐为具有分子式(II)的那些:

[0141]



[0142] 其中 R^{75} 、 R^{76} 、 R^{77} 和 R^{78} 中的一个选自 12 至 30 个碳原子的烷基或芳族、烷氧基、聚氧化亚烷基、烷基酰氨基、羟烷基、芳基或具有至多约 30 个碳原子的烷基芳基； R^{75} 、 R^{76} 、 R^{77} 和 R^{78} 中的其余基团独立地选自 1 至约 4 个碳原子的烷基或烷氧基、聚氧化亚烷基、烷基酰氨基、羟烷基、芳基或具有至多约 4 个碳原子的烷基芳基；且 X^- 为成盐阴离子，例如选自卤素（如氯、溴）、乙酸根、柠檬酸根、乳酸根、乙醇酸根、磷酸根、硝酸根、磺酸根、硫酸根、烷基硫酸根和烷基磺酸根的那些基团。除了碳原子和氢原子之外，烷基基团还可包含醚、酯和 / 或酯键、以及其它基团例如氨基。较长链的烷基例如具有约 12 个或更多碳原子的那些可为饱和或不饱和的。在一个方面， R^{75} 、 R^{76} 、 R^{77} 和 R^{78} 中的一个选自 12 至 30 个碳原子的烷基，在另一方面，16 至 22 个碳原子，在另一方面，18 至 22 个碳原子，或甚至 22 个碳原子； R^{75} 、 R^{76} 、 R^{77} 和 R^{78} 中的其余基团独立地选自 CH_3 、 C_2H_5 、 C_2H_4OH 、以及它们的混合物；且 X 选自 Cl 、 Br 、 CH_3OSO_3 、 $C_2H_5OSO_3$ 、以及它们的混合物。

[0143] 适宜的一长烷基季铵化铵盐阳离子表面活性剂的实例包括：二十二烷基三甲基铵盐；硬脂基三甲基铵盐；鲸蜡基三甲基铵盐；和氢化牛脂基烷基三甲基铵盐。其中，高度可用的材料为二十二烷基三甲基铵盐和硬脂基三甲基铵盐。

[0144] 单烷基胺还适用作阳离子表面活性剂。伯脂肪胺、仲脂肪胺和叔脂肪胺为可用的。尤其可用的为叔酰氨基胺，该叔酰氨基胺具有约 12 至约 22 个碳原子的烷基。示例性的叔酰氨基胺包括：硬脂酰氨基丙基二甲胺、硬脂酰氨基丙基二乙基胺、硬脂酰氨基乙基二乙基胺、硬脂酰氨基乙基二甲基胺、棕榈酰氨基丙基二甲基胺、棕榈酰氨基丙基二乙基胺、棕榈酰氨基乙基二乙基胺、棕榈酰氨基乙基二甲基胺、二十二烷酰氨基丙基二甲基胺、二十二烷酰氨基丙基二乙基胺、二十二烷酰氨基乙基二乙基胺、二十二烷酰氨基乙基二甲基胺、二十烷酰氨基丙基二甲基胺、二十烷酰氨基丙基二乙基胺、二十烷酰氨基乙基二乙基胺、二十烷酰氨基乙基二甲基胺、二乙基氨基乙基硬脂酰胺。可用于本发明中的胺公开于 Nachtigal 等人的美国专利 4, 275, 055 中。这些胺还可与酸联合使用，所述酸如 1- 谷氨酸、乳酸、盐酸、苹果酸、琥珀酸、乙酸、富马酸、酒石酸、柠檬酸、1- 谷氨酸盐酸盐、马来酸、以及它们的混合物；在一个方面，1- 谷氨酸、乳酸、柠檬酸是高度有用的。在一个方面，本文的胺用这些酸中的任何一个部分中和，其中胺与酸的摩尔比为约 1:0.3 至约 1:2，或甚至约 1:0.4 至约 1:1。

[0145] 虽然单烷基链阳离子表面活性剂为可用的，但是也可单独使用其它的阳离子表面活性剂例如二烷基链阳离子表面活性剂，或与单烷基链阳离子表面活性剂组合使用。上述二烷基链阳离子表面活性剂包括，例如二烷基（14-18）二甲基氯化铵、二牛油烷基二甲基氯化铵、二氢化牛油烷基二甲基氯化铵、二硬脂基二甲基氯化铵和双十六烷基二甲基氯化铵。

[0146] C. 高熔点脂肪族化合物

[0147] 本发明的组合物可包括高熔点脂肪族化合物。可用于本文的高熔点脂肪族化合物具有 25°C 或更高的熔点，并且选自：脂肪醇、脂肪酸、脂肪醇衍生物、脂肪酸衍生物以及它们的混合物。本领域专业人员应当理解，在说明书的这一部分中公开的化合物在某些情况下可能属于一个以上的类别，例如某些脂肪醇衍生物还可以归类为脂肪酸衍生物。然而，给出的类别并不旨在对特定化合物进行限制，而是为了便于分类和命名。此外，本领域的技术人员应该理解根据双键的数目和位置以及支链的长度和位置，具有一定的所需碳原子的某些化合物可具有低于 25°C 的熔点。不期望将此类低熔点化合物包括在此部分中。

[0148] 在本发明的一个方面,在多种高熔点脂肪族化合物中,使用脂肪醇。可用于本文的脂肪醇为具有约 14 至约 30 个碳原子,或甚至约 16 至约 22 个碳原子的那些。这些脂肪醇为饱和的,并且可为直链醇或支链醇。在一个方面,脂肪醇包括例如鲸蜡醇、硬脂醇、二十二醇、以及它们的混合物。

[0149] 通常使用高纯度的单一化合物的高熔点脂肪族化合物。在一个方面,使用选自纯鲸蜡醇、硬脂醇和二十二醇的组的单一的纯脂肪醇化合物。本文所谓“纯的”意思是化合物具有至少约 90%,或甚至至少约 95% 的纯度。当消费者漂洗掉组合物时,这些单一的高纯度化合物提供从毛发上的优良的可漂洗性。

[0150] 根据提供改善的调理有益效果,如在施用至润湿毛发期间的光滑感,在干燥毛发上的柔软性和润湿感,按组合物的重量计,所述高熔点脂肪族化合物以约 0.1% 至约 40%,约 1% 至约 30%,约 1.5% 至约 16%,约 1.5%,或甚至至约 8% 的含量被包含在所述组合物中。

[0151] D. 阳离子聚合物

[0152] 本发明的组合物可包含阳离子聚合物。组合物中阳离子聚合物的浓度通常在约 0.05% 至约 3%,在另一个实施方案中在约 0.075% 至约 2.0%,在另一个实施方案中在约 0.1% 至约 1.0% 的范围内。合适的阳离子聚合物将具有至少约 0.5meq/gm 的阳离子电荷密度,在另一个实施方案中,至少约 0.9meq/gm,在另一个实施方案中至少约 1.2meq/gm,在另一个实施方案中,至少约 1.5meq/gm,但在一个实施方案中,还小于约 7meq/gm,并且在另一个实施方案中,小于约 5meq/gm,在组合物预期用途的 pH 值下,该 pH 一般在约 pH 3 至约 pH 9 的范围内,在一个实施方案中介于约 pH 4 和约 pH 8 之间。本文中,聚合物的“阳离子电荷密度”是指聚合物上的正电荷数与聚合物分子量的比率。这种合适阳离子聚合物的平均分子量通常介于约 10,000 和 1 千万之间,在一个实施方案中,介于 50,000 和约 5 百万之间,并且在另一个实施方案中,介于 100,000 和约 3 百万之间。

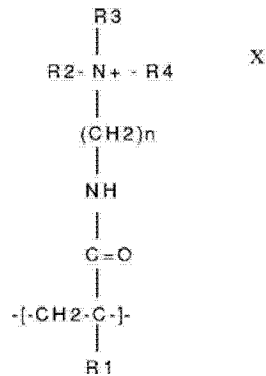
[0153] 适用于本发明组合物的阳离子聚合物包含含氮阳离子部分,例如季铵或质子化氨基阳离子部分。阳离子型质子化的胺可为伯胺、仲胺或叔胺(在一个方面为仲胺或叔胺),其取决于组合物的特定种类和选择的 pH 值。任何阴离子抗衡离子可与阳离子聚合物联合使用,只要该聚合物在水中、在组合物中或在组合物的聚集体相中保持溶解,并且只要该抗衡离子与组合物的基本组分在物理上和化学上为相容的,或换句话说讲不会不适当地损害产品的性能、稳定性或美观性。这样的抗衡离子的非限制性实例包括卤素离子(例如氯离子、氟离子、溴离子、碘离子)、硫酸根和甲酯硫酸根。

[0154] 合适的阳离子聚合物的非限制性实例包括具有阳离子质子化胺或季铵官能团的乙烯基单体与水溶性间隔单体例如丙烯酰胺、异丁烯酰胺、烷基和二烷基丙烯酰胺、烷基和二烷基异丁烯酰胺、丙烯酸烷基酯、异丁烯酸烷基酯、乙烯基己内酯或乙烯基吡咯烷酮的共聚物。

[0155] 用于包括在本文的组合物的阳离子聚合物中的合适阳离子质子化氨基和季铵单体包括:用丙烯酸二烷基氨基烷基酯、异丁烯酸二烷基氨基烷基酯、丙烯酸单烷基氨基烷基酯、异丁烯酸单烷基氨基烷基酯、三烷基异丁烯酰氧基烷基铵盐、三烷基丙烯酰氧基烷基铵盐、二烯丙基季铵盐取代的乙烯基化合物,以及具有例如吡啶~~鎓~~、咪唑~~鎓~~和季铵化吡咯烷酮等阳离子含氮环的乙烯基季铵单体,例如烷基乙烯基咪唑~~鎓~~、烷基乙烯基吡啶~~鎓~~、烷基乙烯基吡咯烷酮盐。

[0156] 可用于所述组合物的其它合适阳离子聚合物包括：1- 乙烯基 -2- 吡咯烷酮和 1- 乙烯基 -3- 甲基咪唑盐(例如, 盐酸盐) 的共聚物(在本行业被化妆品、梳妆用品和香料协会(Cosmetic, Toiletry, and Fragrance Association) “CTFA”, 称为聚季铵盐 -16); 1- 乙烯基 -2- 吡咯烷酮和二甲氨基甲基丙烯酸乙酯的共聚物(在本行业被 CTFA 称为聚季铵盐 -11); 含有阳离子二烯丙基季铵的聚合物, 包括例如二甲基二烯丙基氯化铵均聚物、丙烯酰胺与二甲基二烯丙基氯化铵的共聚物(在本行业被 CTFA 分别称为聚季铵盐 6 和聚季铵盐 7); 丙烯酸的两性共聚物, 包括丙烯酸与二甲基二烯丙基氯化铵的共聚物(在本行业被 CTFA 称为聚季铵盐 22)、丙烯酸与二甲基二烯丙基氯化铵和丙烯酰胺的三元共聚物(在本行业被 CTFA 称为聚季铵盐 39) 以及丙烯酸与异丁烯酰氨基丙基三甲基氯化铵和异丁烯酸酯的三元共聚物(在本行业被 CTFA 称为聚季铵盐 47)。在一个方面, 阳离子取代的单体可为阳离子取代的二烷基氨基烷基丙烯酰胺、二烷基氨基烷基异丁烯酰胺以及它们的组合。此类单体符合化学式

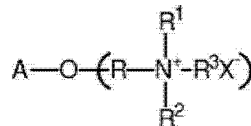
[0157]



[0158] 其中 R^1 为氢、甲基或乙基; 每个 R^2 、 R^3 和 R^4 分别为氢或具有约 1 至约 8 个碳原子, 约 1 至约 5 个碳原子, 或甚至约 1 至约 2 个碳原子的短链烷基; n 为约 1 至约 8, 或甚至约 1 至约 4 的整数; 且 X 为反离子。连接到 R^2 、 R^3 和 R^4 上的氮可为质子化的胺(伯胺、仲胺或叔胺), 但在一个方面为季铵, 其中 R^2 、 R^3 和 R^4 各自为烷基, 其非限制性实施例为聚异丁烯酰氨基丙基三甲基氯化铵, 以商品名 **Polycare**[®] 133 购自 Rhone-Poulenc, Cranberry (N. J., U. S. A.)。

[0159] 其它适用于组合物中的阳离子聚合物包括多糖聚合物, 例如阳离子纤维素衍生物和阳离子淀粉衍生物。适宜的阳离子多糖聚合物包括符合以下化学式的那些

[0160]



[0161] 其中 A 为葡糖酐残基, 例如淀粉或纤维素葡糖酐残基; R 为亚烷基氧化烯、聚氧化烯或羟亚烷基或它们的组合; R^1 、 R^2 和 R^3 独立地为烷基、芳基、烷基芳基、芳基烷基、烷氧基烷基或烷氧基芳基, 每个基团包含最高约 18 个碳原子, 并且每个阳离子部分的碳原子总数(即 R^1 、 R^2 和 R^3 中碳原子数之和)通常为约 20 或更少; 并且 X 为上文所述阴离子抗衡离子。

[0162] 可用的阳离子纤维素聚合物包括羟乙基纤维素与三甲基铵取代的环氧化物反应得到的盐, 工业上(CTFA)称作聚季铵盐 10, 并且可以它们的 **Ucare**[™] Polymer LR、

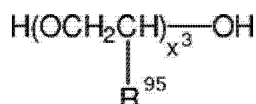
Ucare™Polymer JR 和 Ucare™Polymer KG 聚合物系列购自 Amerchol Corp. (Edison, N. J., USA)。其它适宜类型的阳离子纤维素包括由羟乙基纤维素与月桂基二甲基铵取代的环氧化物反应而生成的聚季铵盐,在工业上 (CTFA) 被称为聚季铵盐 24。这些材料以商品名 Ucare™Polymer LM-200 购自 Amerchol Corp.。

[0163] 其它适宜的阳离子聚合物包括阳离子瓜尔胶衍生物,例如瓜尔羟丙基三甲基氯化铵,其具体的实例包括可从 Rhone-Poulenc Incorporated 商购获得的 Jaguar 系列和可从 Aqualon Division of Hercules, Inc. 商购获得的 **N-Hance**® 系列。其它适宜的阳离子聚合物包括含季氮纤维素醚,其某些实例描述于美国专利 3,962,418 中。其它适宜的聚合物包括合成聚合物,例如描述于美国专利公布 2007/0207109A1 中的那些。其它适宜的阳离子聚合物包括醚化纤维素、瓜尔胶和淀粉的共聚物,其一些实施例描述于美国专利 3,958,581。当使用时,本文的阳离子聚合物溶于组合物或者溶于组合物中的复合聚集体相。该聚集体相由本文上述的阳离子聚合物与阴离子去污表面活性剂、两性去污表面活性剂和 / 或两性离子去污表面活性剂组分形成。阳离子聚合物的复合聚集体也能够用组合物中的其它带电物质形成。

[0164] E. 非离子聚合物

[0165] 本发明组合物可包括非离子聚合物。分子量大于约 1000 的聚亚烷基二醇可用于本发明。可用的为具有以下通式的那些：

[0166]



[0167] 其中 R⁹⁵ 选自 :H、甲基、以及它们的混合物。可用于本发明的聚乙二醇聚合物是 PEG-2M (也称为 **PolyoxWSR**® N-10, 作为 PEG-2,000 购自 Union Carbide)、PEG-5M (也称为 **Polyox WSR**® N-35 和 **PolyoxWSR**® N-80, 作为 PEG-5,000 和聚乙二醇 300,000 购自 Union Carbide)、PEG-7M (也称为 **Polyox WSR**® N-750, 购自 Union Carbide)、PEG-9M (也称为 **Polyox WSR**® N-3333, 购自 Union Carbide) 和 PEG-14M (也称为 **WSR**® N-3000, 购自 Union Carbide)。

[0168] F. 调理剂

[0169] 组合物中可包括调理剂,具体地讲硅氧烷。调理剂包括任何可用于为毛发和 / 或皮肤提供特殊调理有益效果的物质。在毛发处理组合物中,适宜的调理剂为递送一种或多种有益效果的那些,这些有益效果涉及光泽、柔软性、可梳理性、抗静电性、湿处理、损伤、整理性、主体和抗油腻。可用于本发明组合物中的调理剂典型包括水不溶性、水可分散性、非挥发性、可形成乳化液体颗粒的液体。用于组合物的适宜的调理剂是通常特征为硅氧烷(例如硅氧烷油、阳离子硅氧烷、硅橡胶纯胶料、高折射硅氧烷和硅氧烷树脂)、有机调理油(例如烃油、聚烯烃和脂肪族酯)或它们的组合物的那些调理剂,或在本文含水表面活性剂基质中形成液体分散颗粒的那些调理剂。上述调理剂应该在物理和化学上与组合物的基本组分相容,并且不会不适当地破坏产品的稳定性、美观性或性能。

[0170] 调理剂在组合物中的浓度应足以提供所需的护发有益效果并且也是本领域普通技术人员显而易见的。此类浓度可随调理剂、期望的调理性能、调理剂颗粒的平均尺寸、其

它组分的类型和浓度以及其它类似因素而不同。

[0171] 1. 硅氧烷

[0172] 本发明组合物的调理剂可为不溶的硅氧烷调理剂。硅氧烷调理剂颗粒可包括挥发性硅氧烷、非挥发性硅氧烷、或它们的组合。在一个方面,使用非挥发性的有机硅调理剂。如果存在挥发性的硅氧烷,则它们通常附带用作可商购获得形式的非挥发性硅氧烷物质成分例如硅橡胶纯胶料和硅氧烷树脂的溶剂或载体。硅氧烷调理剂颗粒可包含硅氧烷流体调理剂,并且还可包含其它成分例如硅氧烷树脂,以改善硅氧烷流体沉积功效或增强毛发光泽。

[0173] 硅氧烷调理剂的浓度通常在约0.01%至约10%,约0.1%至约8%,约0.1%至约5%,或甚至约0.2%至约3%的范围内。适宜的硅氧烷调理剂和用于所述硅氧烷的任选悬浮剂的非限制性实例描述于美国再公告专利34,584、美国专利5,104,646和美国专利5,106,609中。如在25°C下测定,可用于本发明的组合物的硅氧烷调理剂具有约20厘沲至约2,000,000厘沲(“cst”),约1,000cst至约1,800,000cst,约50,000cst至约1,500,000cst,或甚至约100,000cst至约1,500,000cst的粘度。

[0174] 分散的硅氧烷调理剂颗粒典型具有约0.01 μm 至约50 μm 范围内的数均粒径。对于施用于毛发的小颗粒而言,数均粒径典型在约0.01 μm 至约4 μm ,约0.01 μm 至约2 μm ,或甚至约0.01 μm 至约0.5 μm 的范围内。对于施用于毛发的较大颗粒而言,数均粒径典型在约4 μm 至约50 μm ,约6 μm 至约30 μm ,约9 μm 至约20 μm ,或甚至约12 μm 至约18 μm 的范围内。

[0175] a. 硅油

[0176] 硅氧烷流体可包括硅油,其为可流动的硅氧烷材料,当在25°C下测定时,其具有小于1,000,000cst,约5cst至约1,000,000cst,或甚至约100cst至约600,000cst的粘度。适用于本发明组合物的硅油包括聚烷基硅氧烷、聚芳基硅氧烷、聚烷基芳基硅氧烷、聚醚硅氧烷共聚物、以及它们的混合物。也可以使用其它具有毛发调理特性的不溶性非挥发性硅氧烷液体。

[0177] b. 氨基硅氧烷和阳离子硅氧烷

[0178] 本发明的组合物可包括氨基硅氧烷。如本文所提供的氨基硅氧烷为包含至少一个伯胺、仲胺、叔胺或季铵基团的硅氧烷。按所述氨基硅氧烷重量计,可用的氨基硅氧烷可具有小于约0.5%的氮,小于约0.2%,或甚至小于约0.1%。氨基硅氧烷中的氮(胺官能团)含量越高趋于导致摩擦减小就越少,并因此得自氨基硅氧烷的调理有益效果就越低。应当理解,在有些产品形式下,根据本发明,较高含量的氮是可接受的。

[0179] 在一个方面,用于本发明的氨基硅氧烷在掺入最终组合物中时具有小于约50 μ 的粒度。粒度测量采用在最终组合物中分散的小滴。可通过激光散射技术测量粒度,使用Horiba型号LA-930激光散射粒径分布分析仪(Horiba Instruments, Inc.)。

[0180] 在一个实施方案中,氨基硅氧烷通常具有约1,000cst(厘沲)至约1,000,000cst,约10,000至约700,000cst,约50,000cst至约500,000cst,或甚至约100,000cst至约400,000cst的粘度。此实施方案还可包含低粘度流体,如下文F.(1)章节中所述的那些物质。本文所述的氨基硅氧烷的粘度在25°C时测量。

[0181] 在另一个实施方案中,氨基硅氧烷通常具有约1,000cst至约100,000cst,约2,000cst至约50,000cst,约4,000cst至约40,000cst,或甚至约6,000cst至约30,000cs

的粘度。

[0182] 按重量计,所述氨基硅氧烷通常以约 0.05% 至约 20%,约 0.1% 至约 10%,和或甚至约 0.3% 至约 5% 的含量被包含在本发明的组合物中。

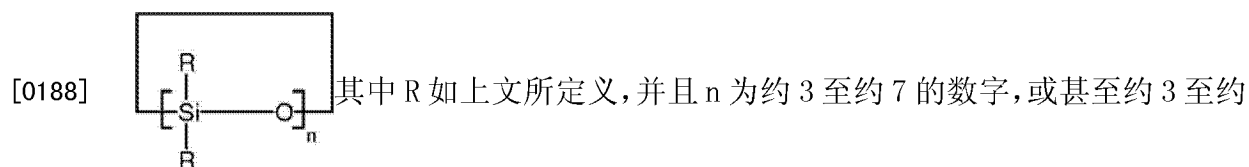
[0183] c. 有机硅胶

[0184] 适用于本发明组合物的其它聚硅氧烷流体为不溶性硅橡胶纯胶料。这些树胶是聚有机硅氧烷物质,在 25°C 下测量时,其具有大于或等于 1,000,000csk 的粘度。可用于本发明组合物中的硅橡胶纯胶料的具体非限制性实例包括聚二甲基硅氧烷、(聚二甲基硅氧烷)(甲基乙烯基硅氧烷)共聚物、聚(二甲基硅氧烷)(二苯基硅氧烷)(甲基乙烯基硅氧烷)共聚物,以及它们的混合物。

[0185] d. 高折射率硅氧烷

[0186] 适用于本发明组合物中的其它非挥发性不溶硅氧烷液体调理剂是被称为“高折射率硅氧烷”的那些,其具有至少约 1.46,至少约 1.48,至少约 1.52,或甚至至少约 1.55 的折射指数。聚硅氧烷流体的折射率一般小于约 1.70,通常小于约 1.60。在此上下文中,聚硅氧烷“流体”包括油和树胶。

[0187] 所述高折射率聚硅氧烷液体包括由以上通式 (III) 表示的那些,以及环状聚硅氧烷,如由以下化学式 (VIII) 表示的那些:



5。

[0189] 适用于本发明的组合物的硅氧烷液体公开于美国专利 2,826,551、美国专利 3,964,500、美国专利 4,364,837 中。

[0190] e. 硅氧烷树脂

[0191] 硅氧烷树脂可被包含在本发明的组合物的调理剂中。这些树脂是高度交联的聚硅氧烷体系。交联是通过在硅氧烷树脂制备期间将三官能化和四官能化硅烷与单官能化或双官能化硅烷或二者一起掺入来引入的。

[0192] 硅氧烷物质,尤其是硅氧烷树脂,可以方便地按照本领域普通技术人员称为“MDTQ”命名的速记命名体系来标识。在该体系下,根据所存在的组成硅氧烷的各种硅氧烷单体单元描述硅氧烷。简要地,符号 M 代表一官能单元 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0.5}$;D 代表二官能单元 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$;T 代表三官能单元 $(\text{CH}_3)\text{SiO}_{1.5}$;Q 代表季或四官能单元 SiO_2 。基本单元符号(例如 M'、D'、T' 和 Q')表示甲基之外的取代基,并必须在每个出现处具体地定义。

[0193] 在一个方面,可用于本发明的组合物的硅氧烷树脂包括但不限于 MQ、MT、MTQ、MDT 和 MDTQ 树脂。在一个方面,甲基为高度适宜的有机硅取代基。在另一方面,有机硅树脂通常为 MQ 树脂,其中 M:Q 的比率通常为约 0.5:1.0 至约 1.5:1.0,且有机硅树脂的平均分子量通常为约 1000 至约 10,000。

[0194] f. 改性的硅氧烷或硅氧烷共聚物

[0195] 其它改性的硅氧烷或硅氧烷共聚物也可用于本文。这些物质的实例包括美国专利 6,607,717 和 6,482,969 中公开的基于硅氧烷的季铵化合物(Kennan 季铵化合物);末端封

端的季铵硅氧烷 ;美国专利 5,807,956 和 5,981,681 中公开的硅氧烷氨基聚环氧烷嵌段共聚物 ;美国专利 6,207,782 中公开的亲水性硅氧烷乳剂 ;和美国专利 7,465,439 中公开的由一种或多种交联耙状或梳状硅氧烷共聚物片断组成的聚合物。用于本文的附加的改性有机硅或有机硅共聚物描述于美国 2007/0286837A1 和 2005/0048549A1 中。

[0196] 在本发明可供选择的实施方案中,上述的有机硅基的季铵化合物可与描述于美国专利 7,041,767 和 7,217,777 以及 US 申请号 2007/0041929A1 中的有机硅聚合物混合。

[0197] 2. 有机调理油

[0198] 本发明组合物还可包括约 0.05% 至约 3%, 约 0.08% 至约 1.5%, 或甚至约 0.1% 至约 1% 的至少一种作为调理剂的有机调理油,所述调理油可单独使用,或与其它调理剂例如硅氧烷(上文所述)组合使用。适用的调理油包括烃油、聚烯烃和脂肪酯。适宜的烃油包括但不限于具有至少约 10 个碳原子的烃油,例如环状烃、直链脂族烃(饱和或不饱和)、和支链脂族烃(饱和或不饱和),包括聚合物、以及它们的混合物。直链烃油通常为约 C₁₂ 至约 C₁₉。包括烃聚合物在内的支链烃油通常包含 19 个以上的碳原子。适宜的聚烯烃包括液体聚烯烃、液体聚 α -烯烃、或甚至氢化的液体聚 α -烯烃。用于本文的聚烯烃可通过 C₄ 至约 C₁₄ 或甚至 C₆ 至约 C₁₂ 的聚合制备。适宜的脂肪酸酯包括但不限于具有至少 10 个碳原子的脂肪酸酯。这些脂肪族酯包括具有衍生自脂肪酸或脂肪醇的烃链的酯(例如单酯、多元醇酯以及二羧酸酯和三羧酸酯)。其脂肪族酯中的烃基可包含或具有与之共价连接的其它相容官能团,例如酰胺和烷氧基部分(例如乙氧基或醚键等)。

[0199] 3. 其它调理剂

[0200] 也适用于本文的组合物的是由 the Procter&Gamble Company 在美国专利 5,674,478 和 5,750,122 中所述的调理剂。在美国专利 4,529,586、4,507,280、4,663,158、4,197,865、4,217,914、4,381,919 和 4,422,853 中描述的那些调理剂也适用于本文。

[0201] G. 去头皮屑活性物质

[0202] 本发明组合物也可包含去头皮屑剂。去头皮屑活性物质的适用的非限制性实例包括:抗微生物活性物质、吡啶硫酮盐、唑、硫化硒、粒状硫、角质层分离酸、水杨酸、羟甲辛吡酮(羟甲辛吡酮乙醇胺)、煤焦油、以及它们的组合。在一个方面,去头皮屑活性物质通常为吡啶硫酮盐。上述去头屑颗粒应该在物理和化学上与组合物的基本组分相容,并且不应该不当地破坏产品的稳定性、美观性或性能。

[0203] 吡啶硫酮去头皮屑剂描述于例如美国专利 2,809,971 ;美国专利 3,236,733 ;美国专利 3,753,196 ;美国专利 3,761,418 ;美国专利 4,345,080 ;美国专利 4,323,683 ;美国专利 4,379,753 ;和美国专利 4,470,982 中。可以设想,当将 ZPT 用作本文组合物中的去头皮屑颗粒时,可刺激或调节或同时刺激和调节毛发的生长或再生,或者可降低或抑制毛发损失,或者毛发将显得更浓密或更丰盈。

[0204] H. 湿润剂

[0205] 本发明的组合物可以包含湿润剂。本发明的湿润剂选自多元醇、水溶性烷氧基化非离子聚合物以及它们的混合物。当用于本文中时,湿润剂的用量通常为约 0.1% 至约 20%, 或甚至约 0.5% 至约 5%。

[0206] I. 悬浮剂

[0207] 本发明的组合物还可以包含悬浮剂,悬浮剂的浓度有效用于将水不溶性物质以分

散形式悬浮在组合物中,或用于调节组合物的粘度。此类浓度在约 0.1% 至约 10%,或甚至约 0.3% 至约 5.0% 的范围内。

[0208] 可用于本发明的混悬剂包括阴离子聚合物和非离子聚合物。可用于本发明的是乙烯基聚合物,例如 CTFA 名为卡波姆的交联丙烯酸聚合物;纤维素衍生物和改性纤维素聚合物,例如甲基纤维素、乙基纤维素、羟乙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、硝基纤维素、纤维素硫酸钠、羧甲基纤维素钠、结晶纤维素、纤维素粉末、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙烯醇、瓜尔胶、羟丙基瓜尔胶、黄原胶、阿拉伯胶、黄耆胶、半乳聚糖、长豆角胶、瓜尔胶、刺梧桐树胶、角叉菜胶、果胶、琼脂、温柏树籽(椴椰子)、淀粉(大米、玉米、马铃薯、小麦)、海藻胶(藻类提取物);微生物聚合物,例如葡聚糖、琥珀酰葡聚糖、普鲁兰;基于淀粉的聚合物,如羧甲基淀粉、甲基羟丙基淀粉;基于藻酸的聚合物,例如藻酸钠、褐藻酸丙二醇酯;丙烯酸酯聚合物,例如聚丙烯酸钠、聚丙烯酸乙酯、聚丙烯酰胺、聚乙烯亚胺;以及无机水溶性物质,例如膨润土、硅酸铝镁盐、合成锂皂石、锂蒙脱石和无水硅酸。

[0209] 高度可用于本文的市售粘度调节剂包括以商品名 **Carbopol**[®] 950、**Carbopol**[®] 940、**Carbopol**[®] 934、**Carbopol**[®] 980 和 **Carbopol**[®] 981, 均购自 B. F. Goodrich Company 的卡波姆,以商品名 ACRY SOL[™]22 购自 Rohmand Hass 的丙烯酸酯/硬脂基聚氧乙烯醚-20 甲基丙烯酸酯共聚物,以商品名 Amercell[™]POLYMER HM-1500 购自 Amerchol 的壬基酚聚醚基羟乙基纤维素,均由 Hercules 提供的商品名为 **BENECEL**[®] 的甲基纤维素、商品名为 **NATROSOL**[®] 的羟乙基纤维素、商品名为 **KLUCEL**[®] 的羟丙基纤维素、商品名为 **POLYSURF**[®] 67 的鲸蜡基羟乙基纤维素,以商品名 **CARBOWAX**[®] PEGs、POLYOX WASRs、和 **UCON**[®] FLUIDS 均由 Amerchol 提供的基于环氧乙烷和/或环氧丙烷的聚合物。

[0210] 其它任选的混悬剂包括可被归类为酰基衍生物、长链胺氧化物、以及它们混合物的结晶混悬剂。这些悬浮剂描述于美国专利 4,741,855 中。

[0211] 这些混悬剂包括在一个方面具有约 16 至约 22 个碳原子的脂肪酸乙二醇酯。在一个方面,可用的混悬剂包括硬脂酸乙二醇酯、一硬脂酸酯和二硬脂酸酯两者,但在一个方面,二硬脂酸酯包含小于约 7% 的一硬脂酸酯。其它适宜的悬浮剂包括具有约 16 至约 22 个碳原子,或甚至具有约 16 至 18 个碳原子的脂肪酸链烷醇酰胺,其实例包括硬脂酰一乙醇胺、硬脂酰二乙醇胺、硬脂酰一异丙醇胺和硬脂酰一乙醇胺硬脂酸酯。除了上文所列出的材料以外,其它长链酰基衍生物包括长链脂肪酸的长链酯(例如硬脂酸十八烷基酯、棕榈酸鲸蜡酯等);长链烷醇酰胺的长链酯(例如硬脂酰胺二硬脂酰胺基乙二醇酯、硬脂酰胺硬脂酰胺基乙酯);和甘油酯(例如甘油二硬脂酸酯、三羟基硬脂酸甘油酯、三山嵛精),其商业实例为 **Thixin**[®] R, 购自 Rheox, Inc.。长链酰基衍生物,长链羧酸的乙二醇酯、长链氧化胺和长链羧酸的链烷醇酰胺,可用作混悬剂。

[0212] 适用作悬浮剂的其它长链酰基衍生物包括 N, N-二烷基酰氨基苯甲酸及其水溶性盐(例如 Na、K),尤其是这类的 N, N-二(氢化) C₁₆、C₁₈ 和牛油酰氨基苯甲酸类,其由 Stepan Company (Northfield, Ill., USA) 市售。

[0213] 可用作悬浮剂的合适长链胺氧化物的实施例包括烷基二甲胺氧化物,例如硬脂基二甲胺氧化物。

[0214] 其它适宜的悬浮剂包括具有至少约 16 个碳原子脂肪烷基部分的伯胺,实施例包

括棕榈胺或十八胺 ;和具有两个各自具有至少约 12 个碳原子脂肪烷基部分的仲胺,实施例包括二棕榈基胺或二(氢化牛油)胺。其它适宜的悬浮剂还包括二(氢化牛油)邻苯二甲酰胺和交联的马来酸酐-甲基乙烯基醚共聚物。

[0215] J. 含水载体

[0216] 本发明的制剂可为可倾倒的液体形式(在环境条件下)。因此,此类组合物通常包含含水载体,其含量为约 20% 至约 95%,或甚至约 60% 至约 85%。含水载体可包含水,或水与有机溶剂的易混溶的混合物,且在一个方面可包含水和最少或浓度不大的有机溶剂,除了另外作为其它必要或任选组分的微量组分附带地掺入组合物中的那些。

[0217] 可用于本发明的载体包括水以及低级烷基醇和多元醇的水溶液。可用于本文的低级烷基醇为具有 1-6 个碳原子的一元醇,在一个方面为乙醇和异丙醇。可用于本文的多元醇包括丙二醇、己二醇、甘油和丙二醇。

[0218] K. 分散颗粒

[0219] 所述组合物可任选地包含颗粒。所述颗粒可为分散的水不溶性颗粒。所述颗粒可为无机的、合成的或半合成的。在一个实施方案中,所述颗粒具有小于约 300 μm 的平均粒度。

[0220] L. 凝胶基质

[0221] 上述阳离子表面活性剂与高熔点脂肪族化合物和含水载体一起在本发明的组合物中形成凝胶基质。

[0222] 所述凝胶基质适于提供多种调理有益效果,例如在施用到湿发期间提供光滑感,并且在干发上提供柔软性和湿润感。为了提供上述凝胶基质,以一定含量包含阳离子表面活性剂和高熔点脂肪族化合物,使得阳离子表面活性剂对高熔点脂肪族化合物的重量比率在约 1:1 至约 1:10,或甚至约 1:1 至约 1:6 的范围内。

[0223] M. 护肤活性物质

[0224] 所述组合物可包含至少一种护肤活性物质以用于调节和 / 或改善哺乳动物皮肤状况和 / 或外观。所述护肤活性物质可溶解于油或水,并且可主要存在于油相和 / 或水相中。适宜的活性物质包括但不限于,维生素、肽、糖胺、防晒剂、控油剂、美黑活性物质、抗痤疮活性物质、脱屑活性物质、抗蜂窝炎剂活性物质、螯合剂、亮肤剂、类黄酮、蛋白酶抑制剂、非维生素类抗氧化剂和自由基清除剂、毛发生长调节剂、抗皱纹活性物质、抗萎缩活性物质、矿物质、植物甾醇和 / 或植物激素、酪氨酸酶抑制剂、抗炎剂、N- 酰基氨基酸化合物、抗微生物剂和抗真菌剂。

[0225] 所述组合物可包含约 0.001% 至约 10%,或者约 0.01% 至约 5% 的至少一种维生素。本文中的“维生素”是指维生素、维生素原、以及它们的盐、异构体和衍生物。适宜的维生素非限制性实例包括:维生素 B 化合物(包括 B1 化合物、B2 化合物、B3 化合物例如烟酰胺、烟酸、生育酚烟酸酯、C₁-C₁₈ 烟酸酯和烟基醇;B5 化合物例如泛醇或“原 B5”、泛酸、泛基;B6 化合物如吡多醇、吡哆醛、吡哆胺、肉毒碱、硫胺素、核黄素)、维生素 A 化合物,和所有天然和 / 或维生素 A 的合成类似物,包括类视色素、视黄醇、视黄醇乙酸酯、视黄醇棕榈酸酯、视黄酸、视黄醛、视黄醇丙酸酯、类胡萝卜素(前维生素 A),和其它具有维生素 A 的生物活性的化合物;维生素 D 化合物;维生素 K 化合物;维生素 E 化合物或生育酚,包括生育酚山梨酸酯、生育酚乙酸酯,其它生育酚的酯和生育酚化合物;维生素 C 化合物,包括抗坏血酸盐、脂肪

酸的抗坏血酸酯和抗坏血酸衍生物,例如抗坏血酸磷酸酯如抗坏血酸磷酸酯镁和抗坏血酸磷酸酯钠、抗坏血酸基葡萄糖苷和抗坏血酸山梨酸酯;和维生素 F 化合物,如饱和的和 / 或不饱和的脂肪酸。在一个实施方案中,所述组合物可包含选自下列的维生素:维生素 B 化合物、维生素 C 化合物、维生素 E 化合物以及它们的混合物。作为另外一种选择,所述维生素选自:烟酰胺、生育酚烟酸酯、吡多醇、泛醇、维生素 E、维生素 E 乙酸酯、抗坏血酸磷酸酯、抗坏血酸基葡萄糖苷、以及它们的混合物。

[0226] 所述组合物可包含一个或多个肽。本文中的“肽”是指包含十个或更少氨基酸的肽、它们的衍生物、异构体、以及与其它物质例如金属离子(例如,铜、锌、锰和镁)的配合物。本文所用的肽既指天然存在的肽又指合成的肽。在一个实施方案中,所述肽为二肽、三肽、四肽、五肽和六肽、它们的盐、异构体、衍生物、以及它们的混合物。可用的肽衍生物实例包括但不限于衍生自大豆蛋白的肽、肌肽(β -丙氨酸-组氨酸)、棕榈酰-赖氨酸-苏氨酸(pal-KT)和棕榈酰-赖氨酸-苏氨酸-苏氨酸-赖氨酸-丝氨酸(pal-KTKS,以称为**MATRIXYL**[®]的组合物形式获得)、棕榈酰-甘氨酸-谷氨酰胺-脯氨酸-精氨酸(pal-GQPR,以称为**RIGIN**[®]的组合物形式获得),这三种得自 Sederma, France, 乙酰基-谷氨酸盐-谷氨酸盐-甲硫氨酸-谷氨酰胺-精氨酸-精氨酸(Ac-EEMQRR, **Argireline**[®])和 Cu-组氨酸-甘氨酸-甘氨酸(Cu-HGG, 也称作**IAMIN**[®])。所述组合物可包含约 $1 \times 10^{-7}\%$ 至约 20%, 或者约 $1 \times 10^{-6}\%$ 至约 10%, 或者约 $1 \times 10^{-5}\%$ 至约 5% 的肽。

[0227] 所述组合物可包含还被称为氨基糖的糖胺,以及它们的盐、异构体、互变异构体和衍生物。糖胺来源于合成或天然,并且可用作纯化合物或化合物的混合物(例如得自天然源的提取物或合成物质的混合物)。例如,葡糖胺通常存在于许多甲壳类动物中,并且也可衍生自真菌源。糖胺的实例包括葡糖胺、N-乙酰基葡糖胺、甘露糖胺、N-乙酰基甘露糖胺、半乳糖胺、N-乙酰基半乳糖胺、它们的异构体(例如,立体异构体)、以及它们的盐(例如,盐酸盐)。其它可用于皮肤护理组合物的糖胺化合物包括描述于授予 Yu 等人的美国专利公开 6, 159, 485 中的那些。在一个实施方案中,组合物可包含约 0.01% 至约 15%, 或者约 0.1% 至约 10% 且或者约 0.5% 至约 5% 的糖胺。

[0228] 所述组合物可包含一种或多种防晒活性物质(或“防晒剂”)和 / 或紫外线吸收剂。本文中,适宜防晒活性物质包括油溶性防晒剂、不溶性防晒剂和水溶性防晒剂。在某些实施方案中,按组合物的重量计,所述组合物可包含约 1% 至约 20%, 或约 2% 至约 10% 的防晒活性物质和 / 或紫外线吸收剂。确切的量将根据所选的防晒活性物质和 / 或紫外线吸收剂以及期望的防晒因子(SPF)而变化,并且在本领域技术人员的理解和判断范围内。

[0229] 适宜的油溶的防晒剂的非限制性实例包括二苯甲酮-3、双-乙基己氧苯酚甲氧苯基三嗪、丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷、二乙氨基羟苯甲酰基己基苯甲酸酯、甲酚曲唑三硅氧烷、甲氧基肉桂酸乙基己酯、水杨酸乙基己酯、乙基己基三嗪酮、氰双苯丙烯酸辛酯、胡莫柳酯、聚硅氧烷-15、以及它们的衍生物和混合物。

[0230] 适宜不溶性防晒剂的非限制性实例包括亚甲基-双-苯并三唑基四甲基丁基苯酚、二氧化钛、氧化铈、氧化锌,以及它们的衍生物和混合物。

[0231] 适宜水溶性防晒剂的非限制性实例包括苯基苯并咪唑磺酸(PBSA)、对苯二亚甲基二樟脑磺酸(MexorylTMSX)、二苯甲酮-4、二苯甲酮-5、亚苄基樟脑磺酸、肉桂酰胺丙基三甲基氯化铵、甲氧基肉桂酰胺丙基乙基二甲基氯化铵醚、双乙苯基三氨基三嗪芪二磺酸二钠、

联苯乙烯二苯基二磺酸二钠、苯基二苯并咪唑四磺酸二钠、甲氧基肉桂酰胺丙基羟基磺基甜菜碱、甲氧基肉桂酰胺丙基月桂基二甲基甲苯磺酸铵、PEG-25PABA (对氨基苯甲酸)、聚季铵盐-59、TEA-水杨酸盐,以及它们的盐、衍生物和混合物。

[0232] 所述组合物可包含一种或多种化合物,以用于调节皮肤油或皮脂的产生,以及用于改善油性皮肤外观。合适的控油剂的实例包括水杨酸、脱氢乙酸、过氧化苯甲酰、维生素B3 化合物(例如,烟酰胺或生育酚烟酸酯)、它们的异构体、酯、盐和衍生物、以及它们的混合物。所述组合物可包含约 0.0001% 至约 15%,或者约 0.01% 至约 10%,或者约 0.1% 至约 5%,和或者约 0.2% 至约 2% 的控油剂。

[0233] 所述组合物可包含美黑活性物质。按组合物的重量计,所述组合物可包含约 0.1% 至约 20%,约 2% 至约 7%,或约 3% 至约 6% 的美黑活性物质。适宜的美黑活性物质包括二羟基丙酮,其还可被称为 DHA 或 1,3-二羟基-2-丙酮。

[0234] 所述组合物可包含安全且有效量的一个或多个抗痤疮活性物质。适用的抗痤疮活性物质的实例包括间苯二酚、硫、水杨酸、红霉素、锌和过氧化苯甲酰。适宜的抗痤疮活性物质进一步详述于美国专利 5,607,980 中。所述组合物可包含安全且有效量的脱屑活性物质,按组合物的重量计,例如约 0.01% 至约 10%,约 0.5% 至约 5%,或作为另外一种选择约 0.1% 至约 2%。例如,脱屑活性物质能改善皮肤肌理(例如,光滑性)。适宜的脱屑体系可包括巯基化合物和两性离子表面活性剂,并且描述于美国专利 No. 5,681,852 中。另一种适宜的脱屑体系可包括水杨酸和两性离子表面活性剂,并且描述于美国专利 No. 5,652,228 中。

[0235] 所述组合物可包含安全且有效量的抗蜂窝炎剂。适宜的抗蜂窝炎剂包括但不限于黄嘌呤化合物(例如,咖啡因、茶碱、可可碱和氨茶碱)。

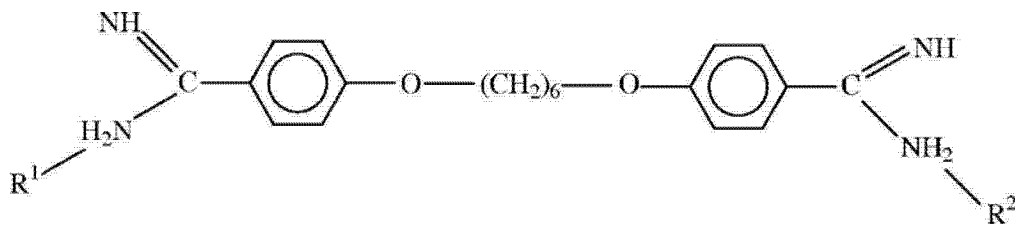
[0236] 皮肤护理组合物可包含安全和有效量的螯合剂,例如占所述组合物的约 0.1% 至约 10%,或约 1% 至约 5%。示例性的螯合剂公开于美国专利公开 5,487,884 中。适宜的螯合剂是糠偶酰二肟以及衍生物。

[0237] 所述组合物可包含亮肤剂。按组合物的重量计,所述组合物可包含约 0.1% 至约 10%,约 0.2% 至约 5%,或约 0.5% 至约 2% 的亮肤剂。适宜的亮肤剂包括曲酸、熊果苷、氨甲环酸、抗坏血酸及其衍生物(例如抗坏血酸磷酸酯镁或抗坏血酸磷酸酯钠或抗坏血酸磷酸酯的其它盐)、抗坏血酸基葡萄糖苷等。其它适宜的亮肤物质包括十一碳烯酰基苯丙氨酸(**Sepiwhite**[®],得自 SEPPIC)、阿劳辛、**Actiwhite**[®](Cognis)和**Emblica**[®](Rona)。

[0238] 所述组合物可包含类黄酮。类黄酮可为合成物质,或作为得自天然源的提取物,其还可被进一步衍生。适宜类别的类黄酮实例公开于美国专利 6,235,773 中。

[0239] 所述组合物可包含蛋白酶抑制剂,包括但不限于去氧苯比妥化合物、乙酸香草酯、邻氨基苯甲酸薄荷酯、大豆胰蛋白酶抑制剂、Bowman-Birk 抑制剂、以及它们的混合物。皮肤护理组合物可包括去氧苯比妥化合物、它们的盐和衍生物。如本文所用,“去氧苯比妥化合物”是指具有下式结构的化合物:

[0240]



[0241] 其中 R^1 和 R^2 为任选的或者为有机酸(例如,磺酸等)。尤其适宜的去氧苯比妥化合物为二羟乙基磺酸己氧苯醚。

[0242] 所述组合物可包含其它任选组分,例如非维生素类抗氧化剂和自由基清除剂、毛发生长调节剂、抗皱纹活性物质、抗萎缩活性物质、矿物质、植物甾醇和 / 或植物激素、酪氨酸酶抑制剂、抗炎剂、N- 酰基氨基酸化合物、抗微生物活性物质或抗真菌活性物质、以及其它可用的护肤活性物质,它们更详细地描述于美国专利申请公布 US 2006/0275237A1 和 US2004/0175347A1 中。

[0243] N. 有色化妆品

[0244] 本发明有机硅也可用于化妆品组合物,即用于适用于眼睛、眉毛、面部、颈部、胸部、嘴唇、手、足、或指 / 趾甲其内、其上、或其周围的产品。示例性的化妆品包括眼线、眼影、眉笔、睫毛膏、眼部卸妆油膏、假睫毛、眼下遮瑕物、眼霜、遮瑕物、修颜液、底霜、胭脂、铜色化妆品、提亮粉、闪粉、粉底、粉、防晒剂、化妆刷、面霜、唇底霜、唇线笔、唇膏、唇彩、唇香膏、唇蜜、唇霜和乳液。美容产品的实例存在于致力于示例性唇缘产品的美国专利 6, 325, 995 和致力于示例性面部产品的美国专利 6, 696, 049 以及美国专利 6, 503, 495 中。本发明有机硅可与这些组合物中常见的材料组合使用,例如烷基聚二甲基硅氧烷共聚多元醇、多元醇、亲水性皮肤处理剂、载体、增稠剂(例如固体蜡、胶凝剂、无机的增稠剂、油溶聚合物、脂肪族化合物、以及它们的混合物)、颜料、成膜剂、防腐剂、维生素等。例如,参见美国专利 7, 270, 828。

[0245] O. 其它任选组分

[0246] 本发明组合物还可包含维生素和氨基酸,例如水溶性维生素,如维生素 B1、B2、B6、B12、C、泛酸、泛基乙基醚、泛醇、生物素和它们的衍生物;水溶性氨基酸,例如天冬酰胺、丙氨酸、吡啶、谷氨酸和它们的盐;水不溶性的维生素,例如维生素 A、D、E 和它们的盐和 / 或衍生物;水不溶性的氨基酸,例如酪氨酸、色胺,粘度改性剂;染料;非挥发性的溶剂或稀释剂(水溶性和不溶解的);珠光助剂;泡沫促进剂;附加的表面活性剂或非离子辅助表面活性剂;灭虱药;pH 调节剂;香料;防腐剂;螯合剂;蛋白质;皮肤有源活性剂;防晒剂;紫外线吸收剂;维生素;烟酰胺;咖啡因和米诺地尔。

[0247] 本发明的组合物还可包含颜料物质,例如无机颜料、亚硝基颜料、单偶氮颜料、重氨基颜料、类胡萝卜素颜料、三苯甲烷颜料、三芳基甲烷颜料、氧杂蒽颜料、喹啉颜料、噻吩颜料、吡嗪颜料、噻吩颜料、蒽醌颜料、靛青类颜料、硫堇靛青类颜料、喹吡啶酮颜料、酞菁颜料、植物性颜料、天然颜料,其包括:水溶性组分例如具有 C. I. 名称的那些。本发明的组合物还可包含可用作化妆品杀虫剂的抗微生物剂。本发明组合物也可包括螯合剂。

[0248] 本发明的组合物可包括为主要中间体(显色剂)或偶合剂形式的氧化染料化合物。适用于本发明组合物中的化合物(包括任选加入的那些),当它们是碱时,其可用作游离碱,或者以它们与有机酸或无机酸(例如盐酸、氢溴酸、柠檬酸、乙酸、乳酸、琥珀酸、酒石酸或硫

酸)形成的生理相容性盐的形式使用,或者当它们具有芳族羟基时,其可以与碱形成的盐如苯酚碱金属盐的形式使用。

[0249] 显色剂

[0250] 可用于本文所述的组合物中的适宜显色剂包括但不限于:对苯二胺衍生物,如苯-1,4-二胺(通常已知为对苯二胺)、2-氯苯-1,4-二胺、N-苯基苯-1,4-二胺、N-(2-乙氧基乙基)苯-1,4-二胺、2-[(4-氨基苯基)-(2-羟乙基)氨基]乙醇(通常已知为N,N-双(2-羟乙基)对苯二胺)、(2,5-二氨基苯基)甲醇、2-(2,5-二氨基苯基)乙醇、N-(4-氨基苯基)苯-1,4-二胺、2,6-二甲基苯-1,4-二胺、2-异丙基苯-1,4-二胺、1-[(4-氨基苯基)氨基]丙-2-醇、2-丙基苯-1,4-二胺、1,3-双[(4-氨基苯基)(2-羟乙基)氨基]丙-2-醇、N⁴,N⁴,2-三甲基苯-1,4-二胺、2-甲氧基苯-1,4-二胺、1-(2,5-二氨基苯基)乙醇、1-(2,5-二氨基苯基)乙-1,2-二醇、2,3-二甲基苯-1,4-二胺、N-(4-氨基-3-羟基苯基)乙酰胺、2,6-二乙基苯-1,4-二胺、2,5-二甲基苯-1,4-二胺、2-噻吩-2-基苯-1,4-二胺、2-噻吩-3-基苯-1,4-二胺、2-吡啶-3-基苯-1,4-二胺、1,1'-联苯-2,5-二胺、2-(甲氧基甲基)苯-1,4-二胺、2-(氨基甲基)苯-1,4-二胺、2-(2,5-二氨基苯氧基)乙醇、N-[2-(2,5-二氨基苯氧基)乙基]乙酰胺、N,N-二甲基苯-1,4-二胺、N,N-二乙基苯-1,4-二胺、N,N-二丙基苯-1,4-二胺、2-[(4-氨基苯基)(乙基)氨基]乙醇、2-[(4-氨基-3-甲基苯基)-(2-羟乙基)氨基]乙醇、N-(2-甲氧基乙基)苯-1,4-二胺、3-[(4-氨基苯基)氨基]丙-1-醇、3-[(4-氨基苯基)氨基]丙-1,2-二醇、N-{4-[(4-氨基苯基)氨基]丁基}苯-1,4-二胺、2-[2-(2-{2-[(2,5-二氨基苯基)氧]乙氧基}乙氧基)乙氧基]苯-1,4-二胺、2,2'-[1,2-乙二基双(氧-2,1-乙烷二基氧)]双苯-1,4-二胺;对氨基苯酚衍生物,如:4-氨基苯酚(通常已知为对氨基苯酚)、4-甲基氨基苯酚、4-氨基-3-甲基苯酚、4-氨基-2-羟甲基苯酚、4-氨基-2-甲基苯酚、4-氨基-1-羟基-2-(2'-羟乙基氨基)苯、4-氨基-2-甲氧基甲基苯酚、5-氨基-2-羟基苯甲酸、1-(5-氨基-2-羟基苯基)乙-1,2-二醇、4-氨基-2-(2-羟乙基)苯酚、4-氨基-3-(羟甲基)苯酚、4-氨基-3-氟代苯酚、4-氨基-2-(氨基)苯酚、4-氨基-2-氟代苯酚;邻苯二胺衍生物,如:3,4-二氨基苯甲酸及其盐;邻氨基苯酚衍生物,如:2-氨基苯酚(通常已知为邻氨基苯酚)、2,4-二氨基苯酚、2-氨基-5-甲基苯酚、2-氨基-5-乙基苯酚、2-氨基-6-甲基苯酚、N-(4-氨基-3-羟基苯基)乙酰胺和2-氨基-4-甲基苯酚;和杂环的衍生物,如:嘧啶-2,4,5,6-四胺(通常已知为2,4,5,6-四氨基嘧啶)、1-甲基-1H-吡唑-4,5-二胺、2-(4,5-二氨基-1H-吡唑-1-基)乙醇、N²,N²-二甲基吡啶-2,5-二胺、2-[(3-氨基-6-甲氧基吡啶-2-基)氨基]乙醇、6-甲氧基-N²-甲基吡啶-2,3-二胺、吡啶-2,5-二胺、1-异丙基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(4-甲基苄基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(苄基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(4-氯代苄基)-1H-吡唑-4,5-二胺、吡唑并[1,5-a]-嘧啶-3,7-二胺、5,6,7-三甲基吡唑并[1,5-a]嘧啶-3-基胺盐酸盐、7-甲基吡唑并[1,5-a]嘧啶-3-基胺盐酸盐、2,5,6,7-四甲基吡唑并[1,5-a]嘧啶-3-基胺盐酸盐、5,7-二叔丁基吡唑并[1,5-a]嘧啶-3-基胺盐酸盐、5,7-二三氟甲基吡唑并[1,5-a]嘧啶-3-基胺盐酸盐、2-甲基吡唑并[1,5-a]嘧啶-3,7-二胺盐酸盐、4-羟基-2,5,6-三氨基嘧啶、2,3-二氨基-6,7-二羟基吡唑并[1,2-a]吡唑-1(5H)-酮二甲基磺酸盐及它们的盐。

[0251] 附加的显色剂选自:N-(3-呋喃甲基)苯-1,4-二胺、N-噻吩-3-基甲基

苯-1,4-二胺、N-(2-呋喃甲基)苯-1,4-二胺、N-噻吩-2-基甲基-苯-1,4-二胺、3-(2,5-二氨基苯基)-N-乙基丙烯酰胺、2-[3-(3-氨基苯氨基)丙烯基]苯-1,4-二胺、2-[3-(4-氨基苯氨基)丙烯基]苯-1,4-二胺、2-(6-甲基吡啶-2-基)苯-1,4-二胺、2-吡啶-2-基苯-1,4-二胺、2-[3-(4-氨基苯氨基)丙烯基]苯-1,4-二胺、2-[3-(3-氨基苯氨基)丙烯基]苯-1,4-二胺、3-(2,5-二氨基苯基)-N-乙基丙烯酰胺、2-噻唑-2-基苯-1,4-二胺、3'-氟联苯-2,5-二胺、2-丙烯基苯-1,4-二胺、2'-氯联苯-2,5-二胺、4'-甲氧基联苯-2,5-二胺、N-(4-氨基苄基)苯-1,4-二胺、N-[4-氨基-2-(2-羟乙基)-2H-吡唑-3-基]-3-(5-氨基-2-羟基苯基)丙烯酰胺盐酸盐、4-氨基-2-丙氨基甲基苯酚、4-氨基-2-(异丙氨基甲基)苯酚盐酸盐、4-氨基-2-[(2-羟基-5-苄氨基)甲基]苯酚盐酸盐、4-氨基-2-(吡啶-3-基氨基)苯酚、5-环丁基氨基-2-甲基苯酚、4,5-二氨基-1-甲基-1H-吡唑-3-甲腈、3-甲氧基-1-丙基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-甲氧基-1-(2-甲氧基乙基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(2-氨基乙基)-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、8-甲氧基-1,2,4,5-四氢吡唑并[5,1-d][1,3,5]氧杂二氮杂环庚烷-9-胺、1-(2-羟乙基)-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-环己基-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、6-甲氧基-1-甲基-2,3-二氢-1H-咪唑并[1,2-b]吡唑-7-胺、2-甲氧基-4,5,6,7-四氢吡唑并[1,5-a]嘧啶-3-胺、3-甲氧基-1-辛基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-甲氧基-1-戊基-1H-吡唑-4,5-二胺、6-甲氧基-2,3-二氢-1H-咪唑并[1,2-b]吡唑-7-胺、3-甲氧基-N⁵,N⁵-二甲基-1-丙基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-己基-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-丁基-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-异丙基-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-乙基-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-甲氧基-1-(4-甲氧基苄基)-1H-吡唑-4,5-二胺、3-甲氧基-1-(吡啶-2-基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(4-乙基苯基)-3-甲氧基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-甲氧基-1-对甲苯基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氰基-1-(2-羟乙基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-丁基-3-氰基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氰基-1-苯基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氰基-1-己基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-丁基-3-氰基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氰基-1-(4-甲氧基苄基)-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氰基-1-异丙基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-环己基-3-氟-N⁵-异丙基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-甲基-3-(三氟甲氧基)-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氟-1-辛基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氯-1-己基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氟-1-(2-羟乙基)-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氯-1-(2-羟乙基)-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氯-1-(4-羟基丁基)-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氯-1-(吡啶-2-基)-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氯-1-苯基-1H-吡唑-4,5-二胺、3-氯-1-乙基-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(3-甲氧基丙基)-3-(甲基亚磺酰基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(3-羟丙基)-3-(甲基亚磺酰基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(4-甲氧基苄基)-3-(甲磺酰)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-甲基-3-(甲磺酰)-1H-吡唑-4,5-二胺、及它们的盐。

[0252] 在一些实施方案中,显色剂包括但不限于:对苯二胺衍生物,如:2-甲基苯-1,4-二胺、苯-1,4-二胺、1-(2,5-二氨基苯基)乙醇、2-(甲氧基甲基)苯-1,4-二胺、N-(2-甲氧基乙基)苯-1,4-二胺、1-(2,5-二氨基苯基)乙-1,2-二醇、1,3-双(N-(2-羟乙基)-N-(4-氨基苯基)氨基)-2-丙醇、2,2'-[1,2-乙二基双(氧-2,1-乙烷二基氧)]双苯-1,4-二胺、N,N-双(2-羟乙基)对亚苯基二胺、以及它们的混合物;对氨基苯酚衍生物,如:4-氨基苯酚、4-甲基氨基苯酚、4-氨基-3-甲基苯酚、4-氨基-2-甲氧基甲基

苯酚、1-(5-氨基-2-羟基苯基)乙-1,2-二醇、4-氨基-2-氨基苯酚、4-氨基-1-羟基-2-(2'-羟乙基氨基)苯、5-氨基水杨酸及其盐、以及它们的混合物;邻苯二胺衍生物,如:3,4-二氨基苯甲酸及其盐;邻氨基苯酚衍生物,如:2-氨基苯酚、2-氨基-5-甲基苯酚、2-氨基-6-甲基苯酚、N-(4-氨基-3-羟基苯基)乙酰胺、2-氨基-4-甲基苯酚、2-氨基-5-乙基苯酚、以及它们的混合物;和杂环的衍生物,如嘧啶-2,4,5,6-四胺、1-甲基-1H-吡唑-4,5-二胺、2-(4,5-二氨基-1H-吡唑-1-基)乙醇、1-(4-甲基苄基)-1H-吡唑-4,5-二胺、1-(苄基)-1H-吡唑-4,5-二胺、N²,N²-二甲基吡啶-2,5-二胺、4-羟基-2,5,6-三氨基嘧啶、它们的盐、以及它们的混合物。

[0253] 在某些实施方案中,显色剂包括:2-甲基苯-1,4-二胺、2-(甲氧基甲基)苯-1,4-二胺、苯-1,4-二胺、N,N-双(2-羟基乙基)-对苯二胺、4-氨基苯酚、4-氨基氨基苯酚、4-氨基-3-甲基苯酚、2-氨基苯酚、2-氨基-5-甲基苯酚、2-氨基-5-乙基苯酚、2-氨基-6-甲基苯酚、1-甲基-1H-吡唑-4,5-二胺、2-(4,5-二氨基-1H-吡唑-1-基)乙醇、2,5-二氨基甲苯、2,5-二氨基苯基乙醇、它们的盐、以及它们的混合物。

[0254] 偶合剂

[0255] 可用于本文所述的组合物中的适宜偶合剂包括但不限于:苯酚、间苯二酚、萘酚、间氨基苯酚、间苯二胺和杂环的化合物,及其衍生物,如:2-氨基-5-乙基苯酚、萘-1,7-二酚、1,3-苯二酚、4-氯苯-1,3-二酚、萘-1-酚、2-甲基萘-1-酚、萘-1,5-二酚、萘-2,7-二酚、苯-1,4-二酚、2-甲基-1,3-苯二酚、7-氨基-4-羟基萘-2-磺酸、1,2,3,4-四氢萘-1,5-二醇、2-氯-1,3-苯二酚、4-羟基萘-1-磺酸、苯-1,2,3-三酚、萘-2,3-二酚、5-氯-2-甲基苯-1,3-二酚、4,6-二氯苯-1,3-二酚、2,3-二羟基-[1,4]萘醌和1-乙酰氧基-2-甲基萘;间苯二胺,如:2,4-二氨基苯酚、苯-1,3-二胺、2-(2,4-二氨基苯氧基)乙醇、2-[(3-氨基苯基)-(2-羟乙基)氨基]乙醇、2-甲基苯-1,3-二胺、2-[[2-(2,4-二氨基苯氧基)乙基]-(2-羟乙基)氨基]乙醇、4-{3-[(2,4-二氨基苯基)氧]丙氧基}苯-1,3-二胺、2-(2,4-二氨基苯基)乙醇、2-(3-氨基-4-甲氧基苯氨基)乙醇、4-(2-氨基乙氧基)苯-1,3-二胺、(2,4-二氨基苯氧基)乙酸、2-[2,4-二氨基-5-(2-羟乙氧基)苯氧基]乙醇、4-乙氧基-6-甲基苯-1,3-二胺、2-(2,4-二氨基-5-甲基苯氧基)乙醇、4,6-二甲氧基苯-1,3-二胺、2-[3-(2-羟基乙氨基)-2-甲基苯氨基]乙醇、3-(2,4-二氨基苯氧基)丙-1-醇、N-[3-(二甲基氨基)苯基]脲、4-甲氧基-6-甲基苯-1,3-二胺、4-氟-6-甲基苯-1,3-二胺、2-({3-[(2-羟乙基)氨基]-4,6-二甲氧基苯基}氨基)乙醇、3-(2,4-二氨基苯氧基)丙-1,2-二醇、2-[2-氨基-4-(甲基氨基)苯氧基]乙醇、2-[(5-氨基-2-乙氧基苯基)-(2-羟乙基)氨基]乙醇、2-[(3-氨基苯基)氨基]乙醇、2,4-二氨基-5-(2'-羟基乙氧基)甲苯、N,N-二甲基-3-脲基苯胺、N-(2-氨基乙基)苯-1,3-二胺、4-[[2,4-二氨基苯基]氧]甲氧基}苯-1,3-二胺、1-甲基-2,6-双(2-羟乙氨基)苯;和2,4-二甲氧基苯-1,3-二胺、1,3-双-(2,4-二氨基苯氧基)丙烷、2-甲基-5-[(1H-吡咯-2-基甲基)氨基]苯酚、5-[(呋喃-2-基甲基)氨基]-2-甲基苯酚、5-异丙基氨基-2-甲基苯酚、联苯-2,4,4'-三胺盐酸盐、5-(4-氨基苯基)氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、5-苯氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、2-[4-氨基-2-(3,5-二氨基苄氨基)苯氧基]乙醇盐酸盐、5-(3-氨基苯基)氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、N-(2-氨基苄基)苯-1,3-二胺盐酸盐、N-呋喃-2-基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、2-[(3-氨基苯氨基)甲基]苯酚盐酸盐、4-氨

基-2-丙氨基甲基苯酚、N-苯并[1,3]二氧戊环-5-基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、N-[4-氨基-2-(2-羟乙基)-2H-吡唑-3-基]-3-(5-氨基-2-羟基苯基)丙烯酰胺、4-噻吩-3-基苯-1,3-二胺、5-苯氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、5-(3-氨基苯基)氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、4-噻吩-3-基苯-1,3-二胺、2',4'-二氨基联苯-4-酚、5-环丁基氨基-2-甲基苯酚、5-环丁基氨基-2-甲基苯酚、4-氨基-2-(吡啶-3-基氨基)苯酚、5-(3-氨基苯基)氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、5-烯丙基氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、N-(4-氨基苄基)苯-1,3-二胺盐酸盐、N-苄基苯-1,3-二胺盐酸盐、3-[(3-氨基-苯氨基)甲基]苯酚盐酸盐、N-(4-甲氧基苄基)苯-1,3-二胺盐酸盐、N-噻吩-2-基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、4-氨基-2-[(2-羟基-5-硝基苯氨基)甲基]苯酚、2',4'-二氨基联苯-4-酚盐酸盐、联苯-2,4,4'-三胺、5-(4-氨基苯基)氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、2-[4-氨基-2-(3,5-二氨基苄氨基)苯氧基]乙醇盐酸盐、5-烯丙基氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、5-(3-氨基苯基)氨基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、N-(4-氨基苄基)苯-1,3-二胺盐酸盐、N-苄基苯-1,3-二胺盐酸盐、3-[(3-氨基苯氨基)甲基]苯酚盐酸盐、N-(2-氨基苄基)苯-1,3-二胺盐酸盐、N-(4-甲氧基苄基)苯-1,3-二胺盐酸盐、N-呋喃-2-基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、2-[(3-氨基苯氨基)甲基]苯酚盐酸盐、N-噻吩-2-基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐、N-苯并[1,3]二氧戊环-5-基甲基苯-1,3-二胺盐酸盐；间氨基苯酚，如：3-氨基苯酚、2-(3-羟基-4-甲基苯氨基)乙酰胺、2-(3-羟基苯氨基)乙酰胺、5-氨基-2-甲基苯酚、3-氨基-2,6-二甲基苯酚、5-(2-羟基乙氨基)-2-甲基苯酚、5-氨基-2,4-二氯苯酚、3-氨基-2-甲基苯酚、3-氨基-2,6-二甲基苯酚、3-氨基-2-氯-6-甲基苯酚、5-氨基-2-(2-羟基乙氧基)苯酚、2-氯-5-(2,2,2-三氟乙氨基)苯酚、5-氨基-4-氯-2-甲基苯酚、3-环戊基氨基苯酚、5-[(2-羟乙基)氨基]-4-甲氧基-2-甲基苯酚、5-氨基-4-甲氧基-2-甲基苯酚、3-(二甲基氨基)苯酚、3-(二乙氨基)苯酚、5-氨基-4-氟-2-甲基苯酚、5-氨基-4-乙氧基-2-甲基苯酚、3-氨基-2,4-二氯苯酚、3-[(2-甲氧基乙基)氨基]苯酚、3-[(2-羟乙基)氨基]苯酚、5-氨基-2-乙基苯酚、5-氨基-2-甲氧基苯酚、5-[(3-羟基丙基)氨基]-2-甲基苯酚、3-[(3-羟基-2-甲基苯基)氨基]丙-1,2-二醇、3-[(2-羟乙基)氨基]-2-甲基苯酚、2-甲基-5-[(1H-吡咯-2-基甲基)氨基]苯酚、5-[(呋喃-2-基甲基)氨基]-2-甲基苯酚、5-异丙氨基-2-甲基苯酚、5-环丁氨基-2-甲基苯酚和杂环的衍生物，如：3,4-二氢-2H-1,4-苯并噁嗪-6-醇、6-甲氧基喹啉-8-胺、4-甲基吡啶-2,6-二醇、2,3-二氢-1,4-苯并噁烷-5-醇、1,3-苯并二氧杂环戊烯-5-醇、2-(1,3-苯并二氧杂环戊烯-5-基氨基)乙醇、3,4-二甲基吡啶-2,6-二醇、5-氯代吡啶-2,3-二醇、2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺、1,3-苯并二氧杂环戊烯-5-胺、2-[[3,5-二氨基-6-(2-羟基乙氧基)吡啶-2-基]氧]-乙醇、1H-吡啶-4-醇、5-氨基-2,6-二甲氧基吡啶-3-醇、1H-吡啶-5,6-二醇、1H-吡啶-7-醇、1H-吡啶-5-醇、1H-吡啶-6-醇、6-溴-1,3-苯并二氧杂环戊烯-5-醇、2-氨基吡啶-3-醇、吡啶-2,6-二胺、3-[(3,5-二氨基吡啶-2-基)氧]丙-1,2-二醇、5-[(3,5-二氨基吡啶-2-基)氧]戊-1,3-二醇、二氢吡啶-5,6-二醇、3,5-二甲氧基吡啶-2,6-二胺、6-甲氧基吡啶-2,3-二胺、3,4-二氢-2H-1,4-苯并噁嗪-6-胺、4-羟基-N-甲基吡啶、1H-5-甲基吡啶-5-酮、1-苄基-3-甲基吡啶-5-酮、2,6-二甲基吡啶并[1,5-b]-1,2,4-三唑、2,6-二甲基[3,2-c]-1,2,4-三唑、6-甲基吡啶并[1,5-a]苯并咪唑、2,6-二羟基吡啶、2,6-二羟基-3,4-二甲基吡啶、5-甲

基吡唑并 [5, 1-e]-1, 2, 3-三唑、5-甲基-6-氯代吡唑并 [5, 1-e]-1, 2, 3-三唑、5-苯基吡唑并 [5, 1-e]-1, 2, 3-三唑及其加成盐、1H-2, 6-二甲基吡唑并 [1, 5-b]-1, 2, 4-三唑甲苯磺酸盐、7, 8-二氰基-4-甲基咪唑 [3, 2-a] 咪唑、2, 7-二甲基吡唑并 [1, 5-a] 嘧啶-5-酮、2, 5-二甲基吡唑并 [1, 5-a] 嘧啶-7-酮和 2-甲基-5-甲氧基甲基吡唑并 [1, 5-a] 嘧啶-7-酮、6-羟基苯并吗啉；和 3-氨基-2-甲基氨基-6-甲氧基吡啶、它们的盐、以及它们的混合物。

[0256] 在一些实施方案中，偶合剂包括但不限于：苯酚、间苯二酚和萘酚衍生物，如：2-氨基-5-乙基苯酚、萘-1, 7-二醇、苯-1, 3-二酚、4-氯苯-1, 3-二酚、萘-1-酚、2-甲基萘-1-酚、萘-1, 5-二醇、萘-2, 7-二醇、苯-1, 4-二酚、2-甲基-1, 3-苯二酚、和 2-异丙基-5-甲基苯酚、1, 2, 4-三羟基苯、1-乙酰氧基-2-甲基萘、以及它们的混合物；间苯二胺衍生物，如：苯-1, 3-二胺、2-(2, 4-二氨基苯氧基) 乙醇、4-{3-[(2, 4-二氨基苯基) 氧代] 丙氧基} 苯-1, 3-二胺、2-(3-氨基-4-甲氧基苯氨基) 乙醇、2-[2, 4-二氨基-5-(2-羟基乙氧基) 苯氧基] 乙醇、和 3-(2, 4-二氨基苯氧基) 丙-1-醇、2, 4-二氨基-5-(2'-羟基乙氧基) 甲苯、N, N-二甲基-3-脲基苯胺、2, 4-二氨基-5-氟甲苯、1-甲基-2, 6-双(2-羟基乙氨基) 苯、以及它们的混合物；间氨基苯酚衍生物，如：3-氨基苯酚、5-氨基-2-甲基苯酚、3-氨基-2, 6-二甲基苯酚、5-(2-羟基乙氨基)-2-甲基苯酚和 3-氨基-2-甲基苯酚、1-羟基-3-氨基-2, 4-二氯苯、1, 3-双(2, 4-二氨基苯氧基) 丙烷、1-羟基-2-甲基-5-氨基-6-氯苯、5-氨基-4-氯-2-甲基苯酚、以及它们的混合物、和杂环衍生物，例如：3, 4-二氢-2H-1, 4-苯并噁-6-醇、1, 3-苯并二氧戊环-5-醇、1, 3-苯并二氧戊环-5-胺、1H-吡啶-4-醇、1H-吡啶-5, 6-二醇、1H-吡啶-7-醇、1H-吡啶-5-醇、1H-吡啶-6-醇、吡啶-2, 6-胺、2-氨基吡啶-3-醇、4-羟基-N-甲基吡啶、1H-5-甲基吡唑-5-酮、1-苯基-3-甲基吡唑-5-酮、2, 6-二甲基吡唑并 [1, 5-b]-1, 2, 4-三唑、2, 6-二甲基 [3, 2-c]-1, 2, 4-三唑、6-甲基吡唑并-[1, 5-a] 苯并咪唑、2, 6-二羟基吡啶、2, 6-二羟基-3, 4-二甲基吡啶、6-羟基苯并吗啉、2, 6-二羟基-3, 4-二甲基吡啶、3, 5-二氨基-2, 6-二甲氧基吡啶、3-氨基-2-甲基氨基-6-甲氧基吡啶、它们的盐、以及它们的混合物。

[0257] 在某些实施方案中，偶合剂包括：2-氨基-5-乙基苯酚、1, 3-苯二酚、4-氯苯-1, 3-二酚、4, 6-二氯苯-1, 3-二酚、2-甲基-1, 3-苯二酚、2-氨基-4-(2'-羟乙基) 氨基苯甲醚、2, 4-二氨基苄醇、2, 4-二氨基苯乙醇、间苯二胺、5-氨基-2-甲基苯酚、3-氨基-2, 6-二甲基苯酚、2, 4-二氨基苯氧基乙醇、1-萘酚、2-甲基萘酚、3-氨基苯酚、3-氨基-2-甲基苯酚、4-羟基-1, 2-亚甲二氧基苯、4-氨基-1, 2-亚甲二氧基苯、4-(2'-羟乙基) 氨基-1, 2-亚甲二氧基苯、1-甲基-2-羟基-4-(2'-羟乙基) 氨基苯、2, 4-二氨基苯乙醚、2, 4-二氨基-5-甲基苯乙醚、4-羟基吡啶、3-氨基-5-羟基-2, 6-二甲氧基吡啶；和 3, 5-二氨基-2, 6-二甲氧基吡啶、苯-1, 3-二胺、2-氨基吡啶-3-醇、1-苯基-3-甲基吡唑-5-酮、它们的盐、以及它们的混合物。

[0258] 此外，在一些实施方案中，显色剂和偶合剂包括 5-甲氧基甲基-2-氨基苯酚、5-乙基-2-氨基苯酚、5-苯基-2-氨基苯酚、5-氰乙基-2-氨基苯酚、它们的盐、以及它们的混合物。

[0259] 可组合上述任何显色剂和偶合剂以形成显色剂和偶合剂的混合物。本发明的毛发

染料组合物一般包含按所述染色组合物的重量计约 0.001% 至约 10% 的显色剂和偶合剂染料。例如,可提供低强度染色如自然金色至浅棕色毛发色调的组合物通常包含按所述染色组合物的重量计约 0.001% 至约 5%, 在一些实施方案中约 0.1% 至约 2%, 在某些实施方案中约 0.2% 至约 1% 的显色剂和偶合剂。更深的色调例如棕色和黑色通常包含 0.001 重量% 至约 10 重量%, 在一些实施方案中约 0.05 重量% 至约 7 重量%, 在某些实施方案中约 1 重量% 至约 5 重量% 的显色剂和偶合剂。显色剂化合物一般以针对偶合剂化合物大约等摩尔的量使用。然而,显色剂化合物可针对偶合剂化合物以更大或更小的量存在。

[0260] 直接染料 :

[0261] 具有创造性的组合物还可包含相容的直接染料,所述直接染料的含量足以提供着色,尤其是在强度方面。通常按所述染料组合物的重量计,此类量将在约 0.05% 至约 4% 的范围内。适宜的直接染料包括但不限于:酸性黄 1;酸性橙 3;分散红 17;碱性褐 17;酸性黑 52;酸性黑 1;分散紫 4;4-硝基邻苯二胺;2-硝基对苯二胺;苦氨酸;HC 红 13 号;1,4-二-(2'-羟乙基)-氨基-2-硝基苯;HC 黄 5 号;HC 红 7 号;HC 蓝 2 号;HC 黄 4 号;HC 黄 2 号;HC 橙 1 号;HC 红 1 号;2-氯-5-硝基-N-羟乙基-对苯二胺;HC 红 3 号;4-氨基-3-硝基苯酚;2-羟乙基氨基-5-硝基苯甲醚;3-硝基对羟乙基氨基苯酚;2-氨基-3-硝基苯酚;6-硝基邻甲苯胺;3-甲基氨基-4-硝基苯氧基乙醇;2-硝基-5-甘油基甲基苯胺;HC 黄 11 号;HC 紫 1 号;HC 橙 2 号;HC 橙 3 号;HC 黄 9 号;4-硝基苯基氨基乙基脲;HC 红 10 号;HC 红 11 号;2-羟乙基苦氨酸;HC 蓝 12 号;HC 黄 6 号;羟乙基-2-硝基-p-甲苯胺;HC 黄 12 号;HC 蓝 10 号;HC 黄 7 号;HC 黄 10 号;HC 蓝 9 号;N-乙基-3-硝基 PABA;4-氨基-2-硝基苯胺-2'-甲酸;2-氯-6-乙基氨基-4-硝基苯酚;6-硝基-2,5-吡啶二胺;HC 紫 2 号;2-氨基-6-氯-4-硝基苯酚;4-羟丙基氨基-3-硝基苯酚;HC 黄 13 号;1,2,3,4-四氢-6-硝基喹啉;HC 红 14 号;HC 黄 15 号;HC 黄 14 号;3-氨基-6-甲基氨基-2-硝基吡啶;2,6-二氨基-3-((吡啶-3-基)偶氮)吡啶;碱性红 118 号;碱性橙 69 号;N-(2-硝基-4-氨基苯基)-丙烯胺;4-[(4-氨基-3-甲基苯基)(4-亚氨基-3-甲基-2,5-环己二烯-1-亚基)甲基]-2-甲基-苯胺盐酸盐;2-[[4-(二甲基氨基)苯基]偶氮]-1,3-二甲基-1H-氯化咪唑;1-甲基-4-[(甲基苯基亚胍基)甲基]吡啶甲酯硫酸盐;2-[(4-氨基苯基)偶氮]-1,3-二甲基-1H-氯化咪唑;碱性红 22;碱性红 76;碱性褐 16;碱性黄 57;7-(2',4'-二甲基-5'-磺基苯基偶氮)-5-磺基-8-羟基萘;酸性橙 7;酸性红 33;1-(3'-硝基-5'-磺基-6'-氧基苯基偶氮)-氧基-萘合铬配合物;酸性黄 23;酸性蓝 9;碱性紫 14;碱性蓝 7;碱性蓝 26;喹酞酮或 2-喹啉基茚二酮的一磺酸-和二磺酸混合物的钠盐(主要为后者);碱性红 2;碱性蓝 99;分散红 15;酸性紫 43;分散紫 1;酸性蓝 62;颜料蓝 15;酸性黑 132;碱性黄 29;分散黑 9;1-(N-甲基吗啉-3-基)-4-羟基蒽醌甲酯硫酸盐;溴化 N,N-二甲基-3-((4-(甲基氨基)-9,10-二氧-9,10-二氢蒽-1-基)氨基)-N-丙基丙-1-胺;HC 蓝 8 号;HC 红 8 号;HC 绿 1 号;HC 红 9 号;2-羟基-1,4-萘醌;酸性蓝 199;酸性蓝 25;酸性红 4;河南红;靛蓝;胭脂红;HC 蓝 14 号;分散蓝 23;分散蓝 3;分散蓝 377;碱性红 51;碱性橙 31;碱性黄 87;以及它们的混合物。优选的直接染料包括但不限于:分散黑 9;HC 黄 2;HC 黄 4;HC 黄 15;4-硝基邻苯二胺;2-氨基-6-氯-4-硝基苯酚;HC 红 3 号;分散紫 1 号;HC 蓝 2 号;分散蓝 3 号;分散蓝 377 号;碱性红 51 号;碱性橙 31 号;碱性黄 87 号;以及它们的混合物。

[0262] 氧化剂

[0263] 本发明的组合物可包含氧化剂,其存在的量足以漂白毛发中的黑素颜料和/或导致由氧化性染料前体(当存在时、包括显色剂和/或偶合剂)形成染料发色团。优选能够在含水介质中产生过氧化氢的无机过氧材料,并且包括但不限于:过氧化氢;无机碱金属过氧化物(例如高碘酸钠和过氧化钠);有机过氧化物(例如过氧化脲、过氧化三聚氰胺);无机过氧化氢合物盐漂白化合物(例如过硼酸、过碳酸、过磷酸、过硅酸和过硫酸的碱金属盐,优选它们的钠盐),它们可作为一水合物、四水合物等混入;碱金属溴酸盐;酶;以及它们的混合物。在一个实施方案中,本发明的氧化剂选自过碳酸盐(例如过碳酸钠、过碳酸铵和过碳酸钾);和过硫酸盐(例如过硫酸钠、过硫酸铵和过硫酸钾)。在另一个实施方案中,本发明的氧化剂选自过碳酸钠和过硫酸铵。

[0264] pH 调节剂和缓冲剂

[0265] 本发明的组合物可包含 pH 调节剂和/或缓冲剂,其含量足以有效地将所述组合物的 pH 调节至约 3 至约 13 范围内,在一些实施方案中至约 8 至约 12,并且甚至约 8 至约 11 范围内。在一些实施方案中,如下文所述的碳酸根离子源的 pH 范围为 8.5 至 9.5,优选 8 至 9。适用于本文的 pH 调节剂和/或缓冲剂包括但不限于:氨,链烷醇胺例如单乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、单丙醇胺、二丙醇胺、三丙醇胺、三丙醇胺、2-氨基-2-甲基-1-丙醇和 2-氨基-2-羟甲基-1,3-丙二醇以及胍基盐,碱金属和铵的氢氧化物和碳酸盐,优选氢氧化钠和碳酸铵,以及酸如无机酸和有机酸例如磷酸、乙酸、抗坏血酸、柠檬酸或酒石酸、盐酸、以及它们的混合物。

[0266] 碳酸根离子来源

[0267] 本发明的组合物还可在一个实施方案中包含至少一种过一碳酸根离子源,优选由过氧化氢源和碳酸根离子源就地形成。依照本发明,所述组合物因此还可包含至少一种碳酸根离子源或氨基甲酸根离子源或碳酸氢根离子源、或它们的任何混合物。可使用这些离子的任何来源。适用于本文的来源包括碳酸根、氨基甲酸根和碳酸氢根离子的钠盐、钾盐、胍盐、精氨酸盐、锂盐、钙盐、镁盐、钡盐、铵盐、以及它们的混合物如碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸钾、碳酸氢钾、碳酸胍、碳酸氢胍、碳酸锂、碳酸钙、碳酸镁、碳酸钡、碳酸铵、碳酸氢铵、以及它们的混合物。也可使用过碳酸盐,来提供碳酸根离子源和氧化剂。适宜的碳酸根离子源、氨基甲酸根离子源、和碳酸氢根离子源包括碳酸氢钠、碳酸氢钾、氨基甲酸铵以及它们的混合物。

[0268] 自由基清除剂体系

[0269] 本发明的组合物还可包含足量的自由基清除剂以降低氧化性漂白或着色过程期间对毛发的损伤。优选地,将自由基清除剂选择成使得其与碱化剂不为同一种类。自由基清除剂是能够与碳酸盐基团反应以通过一系列快速反应将碳酸盐基团转变成活性较低组分的组分。适宜的自由基清除剂可选自下列类别:链烷醇胺、氨基糖、氨基酸、以及它们的混合物,并且可包括但不限于:单乙醇胺、3-氨基-1-丙醇、4-氨基-1-丁醇、5-氨基-1-戊醇、1-氨基-2-丙醇、1-氨基-2-丁醇、1-氨基-2-戊醇、1-氨基-3-戊醇、1-氨基-4-戊醇、3-氨基-2-甲基丙-1-醇、1-氨基-2-甲基丙-2-醇、3-氨基丙-1,2-二醇、葡糖胺、N-乙酰基葡糖胺、甘氨酸、精氨酸、赖氨酸、脯氨酸、谷氨酰胺、组氨酸、肌氨酸、丝氨酸、谷氨酸、色氨酸、以及上述物质的钾盐、钠盐和铵盐以及它们的混合物。其它适宜的自由基清除

剂化合物包括苜胺、谷氨酸、咪唑、二叔丁基羟基甲苯、氢醌、儿茶酚、以及它们的混合物。

[0270] 螯合剂

[0271] 本发明组合物可包含足量的螯合剂以减少可与制剂组分尤其是氧化剂,更具体地讲是过氧化物相互作用的金属含量。适用于本文的螯合剂包括但不限于:二胺-N,N'-二多元酸、单胺单酰胺-N,N'-二多元酸、以及N,N'-二(2-羟基苄基)乙二胺-N,N'-二乙酸螯合剂(优选EDDS(乙二胺二琥珀酸))、羧酸(优选氨基酸)、膦酸(优选氨基膦酸)和多磷酸(具体地讲为直链多磷酸)、它们的盐和衍生物。

[0272] 发泡剂

[0273] 本发明组合物可以泡沫的形式来递送。此类实施方案需要使用发泡剂,例如表面活性剂(例如阴离子、非离子、阳离子和两性的)、蛋白质(例如酶)、纤维素材料、聚合材料、以及它们的混合物。适宜的聚合材料包括亲水性聚合物,例如琼脂-琼脂、聚乙烯醇、藻酸钠和十二烷基硫酸钠-聚(环氧乙烷)。优选的聚合材料为疏水改性的碱溶性乳液聚合物,所述聚合物通过由酸/丙烯酸酯共聚物主链与连接疏水基作为侧链的单体的乳液聚合方法合成。此类材料的实例是AcuLyn™22,可从Rohm Haas商购获得,其可由丙烯酸、丙烯酸酯和硬脂基聚氧乙烯醚-20甲基丙烯酸酯合成。另一个优选的聚合物为阴离子碱可溶解的聚合物乳液,由酸和丙烯酸盐共聚单体通过乳液聚合合成。此类材料的实例是AcuLyn™33,可从RohmHaas商购获得。其它发泡剂包括鲸蜡基羟乙基纤维素、PEG 7M、羟丙基甲基纤维素、卡波姆和聚季铵盐-55。可使用这些材料的混合物。

[0274] 如本文所用,“泡沫”是指毛发着色剂组合物,其在穿过可用手致动的、非气溶胶分配器之后,具有约6至约14ml/g,如约7.5ml/g至约12ml/g,或甚至约8至约10.5ml/g的泡沫比体积。

[0275] 在毛发着色剂组合物中可接受的泡沫特性由保持其形状并停留为一致的形式泡沫例证。关于这个的最短时间至少足够长以从使用者手中转移至毛发上期望的位置,例如泡沫基本上保持其形状至少15秒,例如至少20秒或至少30秒。如果产生一定量的泡沫(例如由发型师产生一满钵)并且仅在易于制得满钵泡沫后开始铺展在头上,则可更长久。

[0276] 如果泡沫过早崩解并且变成液体状(或一些液体在泡沫下方的手中形成水坑),则使用者手部的任何运动造成在泡沫到达期望的位置之前,泡沫移动、滴下或换句话讲移动离开使用者的手并且被认为是不可取的。

[0277] 当成形时,所述泡沫为适宜的,当组合物使用其中组合物与空气混合的可用手致动的、非气溶胶分配器时,使得空气与组合物的比率为约1:6至约1:15,约1:8至约1:12,或约1:10。

[0278] 适宜的可用手致动的非气溶胶分配器结构包括浸料管尺寸、进入混合室的空气入口尺寸、混合室尺寸(包括混合室入口和出口孔口)、分配槽尺寸、多孔元件(例如滤网或筛网)和分配头孔口。

[0279] 制备洗发剂制剂的方法

[0280] 可使用制备本发明洗发剂的任何适宜的方法。在一个实施方案中,依照本领域已知的标准方法,将基于十一烷基的表面活性剂与洗发剂组合物的其它组分混合。用于清洗洗发剂一般的步骤为将十一烷基硫酸盐糊剂或十一烷醇聚醚硫酸盐糊剂、或它们的混合物与水混合,添加所需的水可溶解辅助表面活性剂并通过添加防腐剂、pH控制剂、香料和盐以

获得目标物理特性来获得组合物。如果需要水不溶性辅助表面活性剂,可将表面活性剂和水的混合物加热至适宜的温度以有利于它们的掺合。如果需要流变改性剂,它可在最后步骤之前被加入表面活性剂混合物中。

[0281] 在调理洗发剂的情况下,通常将所述表面活性剂糊剂与如上的辅助表面活性剂混合,并用水稀释至相当的目标含量以获得最终活性。此时可加入流变改性剂,然后加入调理剂如蔗糖聚酯、硅氧烷或硅氧烷乳剂或其它油、得自聚合物预混物的阳离子聚合物、香料、珠光剂或遮光剂、香料和防腐剂。可按需要使用适宜的混合步骤来确保均匀性。所述产品通过加入 pH 控制剂、水溶助长剂和盐至期望的物理特性而完成。

[0282] 制备调理剂制剂的方法

[0283] 所述毛发调理剂可通过任何本领域熟知的常规方法制备。它们可适宜地如下制备:将去离子水加热至 85°C,并混入阳离子表面活性剂和高熔点脂肪化合物。如果必要的话,阳离子表面活性剂和脂肪醇可在加入水之前,在 85°C 下预熔融。使该水保持在约 85°C 的温度,直至组分混合均匀且观察不到固体。然后将该组合物冷却到约 55°C 并保持该温度,以形成凝胶基质。有机硅或有机硅的共混物以及低粘度流体,或有机硅的含水分散体被加入凝胶基质中。如果包含的话,聚 α - 烯烃油、聚丙二醇和 / 或聚山梨酸酯还可被加入凝胶基质中。如果包含的话,可在搅拌下加入其它附加组分例如香料和防腐剂。在持续搅拌的这段时间中使凝胶基质保持在约 50°C 以确保均化。在将它匀化后,将其冷却至室温。如果需要,可以在每一个步骤中采用三叶搅拌器和 / 或球磨机以分散原料。

[0284] 浓缩制剂

[0285] 本发明还可被用于浓缩毛发护理制剂。浓缩配方为以较低的使用量向消费者递送相同有益效果的配方。浓缩制剂和制备浓缩制剂的方法在美国专利申请公布 2009/0221463A1 中进行了描述。

[0286] 助剂材料

[0287] 虽然对于本发明而言不是必需的,但下文所举例说明的助剂物质的非限制性列表适用于本发明组合物,并且可期望将其结合到本发明的某些实施方案中,以例如有助于或提高处理待清洁基底的性能,或在含香料、着色剂、染料等的情况下调节组合物的美观性。应当理解,上述助剂是在由申请人的附聚物 / 颗粒所提供的组分之外的。这些附加组分的明确性质及其掺入量将取决于组合物的物理形式以及其所应用的操作的性质。适宜的助剂材料包括但不限于:聚合物例如阳离子聚合物、表面活性剂、助洗剂、螯合剂、染料转移抑制剂、分散剂、酶和酶稳定剂、催化材料、漂白活化剂、聚合物分散剂、粘土污垢移除剂 / 抗再沉淀剂、增白剂、抑泡剂、染料、附加香料和香料递送体系、结构弹性化剂、织物软化剂、载体、水溶助长剂、加工助剂和 / 或颜料。除了以下公开内容外,上述其它助剂的合适实例和用量还存在于美国专利 5, 576, 282、6, 306, 812B1 和 6, 326, 348B1 中,所述文献以引用方式并入本文中。

[0288] 按照规定,辅助成分对于申请人的清洁和织物护理组合物并不是必需的。因此,申请人的组合物的某些实施方案不包含一种或多种以下助剂材料:漂白活化剂、表面活性剂、助洗剂、螯合剂、染料转移抑制剂、分散剂、酶和酶稳定剂、催化金属配合物、聚合物分散剂、粘土和污垢移除 / 抗再沉淀剂、增白剂、抑泡剂、染料、附加的香料和香料递送体系、结构增强剂、织物软化剂、载体、水溶助长剂、加工助剂和 / 或颜料。然而,当存在一种或多种助剂

时,上述一种或多种助剂可根据以下详述存在:

[0289] 表面活性剂—根据本发明所述的组合物可包含一种表面活性剂或表面活性剂体系,其中所述表面活性剂可选自非离子和/或阴离子和/或阳离子表面活性剂和/或两性的和/或两性离子的和/或半极性的非离子表面活性剂。所述表面活性剂通常以按所述清洁组合物的重量计约0.1%,约1%,或甚至约5%至按所述清洁组合物的重量计约99.9%,至约80%,至约35%,或甚至至约30%的含量存在。

[0290] 助洗剂—本发明的组合物可包含一种或多种洗涤剂助剂或助洗剂体系。当所述组合物存在时,其将通常包含按重量计至少约1%的助洗剂,或约5%或10%至约80%,50%,甚至30%的所述助洗剂。助洗剂包括但不限于多磷酸的碱金属盐、铵盐和链烷醇铵盐,硅酸碱金属盐,碳酸碱土金属和碱金属盐,硅铝酸盐助洗剂,多羧酸盐化合物,醚羟基多羧酸盐,马来酸酐与乙烯或乙烯基甲基醚的共聚物,1,3,5-三羟基苯-2,4,6-三磺酸,和羧甲基苹果酸,多乙酸(如乙二胺四乙酸和氨三乙酸)以及多羧酸(如苯六甲酸、琥珀酸、氧联二琥珀酸、多元马来酸、1,3,5-三苯甲酸、羧甲基苹果酸)的各种碱金属盐、铵盐和取代的铵盐,以及它们的可溶性盐。

[0291] 螯合剂—本文的组合物还可任选地包含一种或多种铜螯合剂、铁螯合剂和/或锰螯合剂。如果使用螯合剂,这些螯合剂的含量按本文所述组合物的重量计通常为约0.1%至约15%,甚至约3.0%至约15%。

[0292] 染料转移抑制剂—本发明的组合物还可包含一种或多种染料转移抑制剂。适宜的聚合物染料转移抑制剂包括但不限于:聚乙烯吡咯烷酮聚合物、聚胺N-氧化物聚合物、N-乙烯基吡咯烷酮和N-乙烯基咪唑的共聚物、聚乙烯基咪唑烷酮和聚乙烯基咪唑或它们的混合物。当染料转移抑制剂存在于本发明的组合物时,其含量按所述清洁组合物的重量计为约0.0001%、约0.01%、约0.05%至约10%、约2%、甚至约1%。

[0293] 分散剂—本发明的组合物还可包含分散剂。适宜的水溶性有机物是均聚酸或共聚酸或其盐,其中多元羧酸可包含至少两个彼此相隔不超过两个碳原子的羧基。

[0294] 酶—组合物可包含一种或多种洗涤剂酶,该酶提供清洁性能和/或织物护理有益效果。适宜酶的实施例包括但不限于:半纤维素酶,过氧化物酶、蛋白酶、纤维素酶、木聚糖酶、脂肪酶、磷脂酶、酯酶、角质酶、果胶酶、角质素酶、还原酶、氧化酶、酚氧化酶、脂氧合酶、木素酶、支链淀粉酶、鞣酸酶、戊聚糖酶、麦拉宁酶(melanase)、 β -葡聚糖酶、阿拉伯糖酶、透明质酸酶、软骨素酶、漆酶和淀粉酶、或它们的混合物。典型的组合是常规可用酶例如蛋白酶、脂肪酶、角质酶和/或与淀粉酶结合的纤维素酶的组合。

[0295] 酶稳定剂—对于用于组合物中的酶,例如洗涤剂可用多种技术来稳定。本发明使用的酶可由最终组合物中存在的钙和/或镁离子水溶性源来稳定,最终组合物将这种离子提供给酶。

[0296] 催化金属配合物—申请人的组合物可包含催化金属配合物。一种含金属的漂白催化剂是这样的催化剂体系,该体系包含具有确定漂白催化活性的过渡金属阳离子,例如铜阳离子、铁阳离子、钛阳离子、钇阳离子、钨阳离子、钼阳离子或锰阳离子;包含具有很低的或者没有漂白催化活性的辅助金属阳离子,例如锌阳离子或铝阳离子;以及包含对于催化的和辅助的金属阳离子有确定稳定性常数的螯合剂,尤其是乙二胺四乙酸、乙二胺四(亚甲基膦酸)以及它们的水溶性盐。此类催化剂公开于美国专利4,430,243中。

[0297] 如果需要,本发明组合物可借助锰化合物进行催化。这些化合物和用量是本领域熟知的,并且包括例如公开于美国专利 5,576,282 中的锰基催化剂。

[0298] 可用于本发明的钴漂白催化剂是已知的,并且描述于例如美国专利 5,597,936 和 5,595,967 中。此类钴催化剂易于通过已知的方法制备,例如美国专利 5,597,936 和 5,595,967 中所提出的方法。

[0299] 本发明的组合物还可适宜地包括大多环刚性配体(简称为“MRL”)的过渡金属配合物。作为实施项,而不是作为限制,可调节本发明的组合物和清洁方法,使得在含水洗涤介质中提供大约至少一亿分之一的有益剂 MRL 物质,并且在洗涤液体中可提供约 0.005ppm 至约 25ppm,约 0.05ppm 至约 10ppm,甚至约 0.1ppm 至约 5ppm 的 MRL

[0300] 即用的过渡金属漂白催化剂中的适宜过渡金属包括锰、铁和铬。本文适宜的 MRL 是特殊类型的交联超刚性配体,例如 5,12-二乙基-1,5,8,12-四氮杂双环[6.6.2]十六烷。

[0301] 通过已知步骤易于制备适宜的过渡金属 MRL,例如在美国专利 6,225,464 中所提出的。

[0302] 在一个方面,公开了根据此类组合物处理的部位,例如通过前述方法。

[0303] 制备方法

[0304] 本发明的组合物可配制成任何适宜的形式并且通过配制人员所选的任何方法制备,其非限制性实施例描述于美国专利 5,879,584、5,691,297、5,574,005、5,569,645、5,565,422、5,516,448、5,489,392、5,486,303 中,这些专利均以引用方式并入本文。

[0305] 在一个方面,公开了用于制造组合物的方法,所述组合物为消费品,或甚至在一个方面为清洁组合物、织物护理组合物和/或个人护理组合物,所述方法包括:

[0306] a) 形成具有选定渗透性的微胶囊,形成微胶囊的所述方法包括:制备包含油和引发剂的芯材料;制备第一组合物,所述第一组合物包含 i) 油溶性胺或分散性胺与 ii) 多官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体或低聚物、油溶性酸和能量活化型引发剂的反应产物,并且在第一温度下使第一组合物反应;将所述芯材料加入第一组合物中;制备第二组合物,所述第二组合物包含阴离子乳化剂,所述阴离子乳化剂包含水溶性丙烯酸烷基酸共聚物或水分散性丙烯酸烷基酸共聚物、水、以及碱或碱盐,将第二组合物加入第一组合物中,并且搅拌以形成分散于第一组合物中的芯材料液滴;并且将能量源适当地施用于引发剂以围绕所述液滴引发壁固化,从而形成微胶囊;

[0307] b) 将所述微胶囊与一种或多种辅助成分混合。

[0308] 在所述方法的一个方面,能量活化型引发剂可为紫外线引发剂。

[0309] 在所述方法的一个方面,制备的第一组合物可包含油溶性或分散性仲胺或叔胺的反应产物。

[0310] 在所述方法的一个方面,制备的第一组合物可包含制备的丙烯酸氨基烷基酯、甲基丙烯酸氨基烷基酯、甲基丙烯酸二乙氨基乙酯、甲基丙烯酸二甲氨基乙酯或甲基丙烯酸叔丁氨基乙酯和油溶的酸以及引发剂的反应产物。

[0311] 在所述方法的一个方面,制备芯材料可包括将选自下列的材料与油共混:色原体、染料、香料、调味剂、甜味剂、油、颜料、药剂、杀霉菌剂、除草剂、肥料、相变材料或粘合剂。

[0312] 在所述方法的一个方面,可首先将第一组合物分散在油溶剂中。

[0313] 在所述方法的一个方面,所述阴离子乳化剂可任选包含能量活化型引发剂。

[0314] 在所述方法的一个方面,能量活化型引发剂可为紫外线引发剂。

[0315] 在所述方法的一个方面,当涂覆在基底上时,在 10 分钟测试期间,所述微胶囊可具有小于 1.4mg/in² 基底的渗透度。

[0316] 在所述方法的一个方面,所述引发剂可为能量活化型引发剂例如紫外线引发剂和酮化合物。

[0317] 在所述方法的一个方面,所述引发剂可为紫外线引发剂,选自二苯甲酮;苯乙酮;苜基;苯甲醛;邻氯苯甲醛;咕吨酮;噻吨酮;9,10-蒽醌;1-羟基环己基苯基甲酮;2,2-二乙氧基苯乙酮;二甲氧基苯基苯乙酮;甲基二乙醇胺;二甲基氨基苯甲酸酯;2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮;2,2-二仲丁氧基苯乙酮;2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙-1-酮;二甲氧基缩酮;和苯基乙二醛;2,2'-二乙氧基苯乙酮、羟基环己基苯基甲酮、 α -羟基酮、 α -氨基酮、 α -萘基羰基化合物和 β -萘基羰基化合物、苯偶姻醚如苯偶姻甲基醚、苜基、苜基缩酮例如苜基二甲基缩酮、苯乙酮、芴酮和 2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮。

[0318] 在所述方法的一个方面,通过能量引发并且包含能量活化型引发剂例如紫外线引发剂,产生第一组合物的反应产物。

[0319] 在所述方法的一个方面,所述颗粒可被包含在与所述助剂混合的浆液中。

[0320] 在所述方法的一个方面,所述浆液可包含一种或多种加工助剂,选自水、聚集抑制物质,例如二价的盐;颗粒悬浮聚合物,例如黄原胶、瓜尔胶、羧甲基纤维素。

[0321] 在所述方法的一个方面,所述颗粒可被包含在与所述助剂混合的附聚物中。

[0322] 在所述方法的一个方面,所述附聚物可包含选自下列的材料:二氧化硅、柠檬酸、碳酸钠、硫酸钠、氯化钠和基料,例如硅酸钠、改性的纤维素、聚乙二醇、聚丙烯酸酯、聚丙烯酸、沸石、以及它们的混合物。

[0323] 可使用制备本发明洗发剂的任何适宜的方法。在一个实施方案中,依照本领域已知的标准方法,将基于十一烷基的表面活性剂与洗发剂组合物的其它组分混合。用于清洁洗发剂一般的步骤为将十一烷基硫酸盐糊剂或十一烷醇聚醚硫酸盐糊剂、或它们的混合物与水混合,添加所需的水可溶解辅助表面活性剂并通过添加防腐剂、pH 控制剂、香料和盐以获得目标物理特性来获得组合物。如果需要水不溶性辅助表面活性剂,可将表面活性剂和水混合物加热至适宜的温度以有利于它们的掺合。如果需要流变改性剂,它可在最后步骤之前被加入表面活性剂混合物中。

[0324] 在调理洗发剂的情况下,通常将所述表面活性剂糊剂与如上的辅助表面活性剂混合,并用水稀释至相当的目标含量以获得最终活性。此时可加入流变改性剂,然后加入调理剂如蔗糖聚酯、硅氧烷或硅氧烷乳剂或其它油、得自聚合物预混物的阳离子聚合物、香料、珠光剂或遮光剂、香料和防腐剂。可按需要使用适宜的混合步骤来确保均匀性。所述产品通过加入 pH 控制剂、水溶助长剂和盐至期望的物理特性而完成。

[0325] 所述毛发调理剂可通过任何本领域熟知的常规方法制备。它们可适宜地如下制备:将去离子水加热至 85°C,并混入阳离子表面活性剂和高熔点脂肪化合物。如果必要的话,阳离子表面活性剂和脂肪醇可在加入水之前,在 85°C 下预熔融。使该水保持在约 85°C 的温度,直至组分混合均匀且观察不到固体。然后将该组合物冷却到约 55°C 并保持该温度,以形成凝胶基质。有机硅或有机硅的共混物以及低粘度流体,或有机硅的含水分散体被加

入凝胶基质中。如果包含的话,聚 α - 烯炔油、聚丙二醇和 / 或聚山梨酸酯还可被加入凝胶基质中。当包括时,可在搅拌下加入其它附加组分例如香料和防腐剂。在持续搅拌的这段时间中使凝胶基质保持在约 50°C 以确保均化。在将它匀化后,将其冷却至室温。如果需要,可以在每一个步骤中采用三叶搅拌器和 / 或球磨机以分散原料。

[0326] 使用方法

[0327] 在一个方面中,公开了处理和 / 或清洁部位的方法。所述方法可包括:任选地洗涤和 / 或冲洗所述部位;用任何本说明书中公开的单个或组合物的组合接触所述部位;并任选地洗涤和 / 或冲洗所述部位。典型地,该部位的至少一部分接触申请者的组合物实施方案,所述组合物以纯的形式或稀释在液体,例如洗涤液体中。就本发明的目的而言,洗涤包括但不限于擦洗和机械搅拌。如果所述部位包括织物,则其可包括大多数在正常消费者使用条件下能够洗涤或处理的任何织物。可包含所公开组合物的液体可具有约 3 至约 11.5 的 pH。此类组合物在溶液中通常以约 500ppm 至约 15,000ppm 的浓度使用。当洗涤溶剂为水时,水温典型为约 5°C 至约 90°C,并且当部位包括织物时,水与织物的比率典型为约 1:1 至约 30:1。

[0328] 在一个方面,公开了根据此类组合物处理的部位,例如通过前述方法。

[0329] 测试方法

[0330] 应当理解,由于此发明描述于本文且受权利要求书保护于本文,在本专利申请测试方法部分公开的测试方法应被用来确定申请人的发明的参数各自的值。

[0331] (1) 中值粒度

[0332] 使用由 Particle Sizing Systems, Santa Barbara CA 制造的 Accusizer780A 测量粒度。所述仪器使用 Duke 粒度标准物从 0 至 300 μ 校准。用于粒度评估的样品通过稀释约 1g 的胶囊浆液于约 5g 的去离子水中并进一步稀释约 1g 的该溶液于约 25g 的水中制备。

[0333] 约 1g 的最稀释的样品被加入 Accusizer 中,并且测试开始,使用自动稀释部件。所述 Accusizer 应被以超过 9200 计数 / 秒读数。如果计数小于 9200,应添加附加的样品。所述 accusizer 将稀释试验样本直至 9200 计数 / 秒并开始评估。测试之后 2 分钟,Accusizer 将显示所述结果,包括体积 - 重量中值尺寸。

[0334] 宽度指数可通过确定超过 95% 的累积颗粒体积的粒度 (95% 尺寸),超过 5% 的累积颗粒体积的粒度 (5% 尺寸) 以及中值体积 - 重量粒度 (50% 尺寸—该尺寸“上方”和“下方”两者的 50% 的颗粒体积) 计算。宽度指数 (5) = ((95% 尺寸) - (5% 尺寸) / 50% 尺寸)。

[0335] (2) 破裂强度测试方法

[0336] a) 将 1 克颗粒置于 1 升的蒸馏去离子 (DI) 水中。

[0337] b) 使颗粒在 DI 水中保留 10 分钟,然后通过使用 60mL 注射器过滤器 (1.2 微米硝化纤维过滤器 (微孔, 25mm 直径)) 过滤回收颗粒。

[0338] c) 测定 50 个单独颗粒的破裂力。采用 Zhang, Z. ;Sun, G ;“Mechanical Properties of Melamine-Formaldehydemicrocapsules” (J. Microencapsulation, 第 18 卷, 第 5 期, 第 593-602 页, 2001 年) 中的实验装置和方法测量每一个颗粒的粒度。然后通过将破裂力 (以牛顿为单位) 除以各个球形颗粒的横截面积 (πr^2 , 其中 r 是压缩之前颗粒的半径) 来计算每一颗粒的破裂强度,所述横截面积如下确定:采用 Zhang, Z. ;Sun, G ;“Mechanical

Properties of Melamine-Formaldehydemicrocapsules”(J. Microencapsulation, 第 18 卷, 第 5 期, 第 593-602 页, 2001 年) 中的实验装置和方法测量每一个颗粒的粒度。

[0339] d) 使用得自上文 c.) 的 50 次独立测量, 并且计算破裂强度在受权利要求书保护的破裂强度范围内的颗粒百分比。

实施例

[0340] 尽管已用具体实施方案来说明和描述了本发明, 但是对那些本领域的技术人员显而易见的, 在不背离本发明的精神和范围的情况下可作出许多其它的改变和变型。因此, 所附权利要求书中旨在涵盖本发明范围内的所有这些改变和变型。

[0341] 实施例 1:

[0342]

油相		
	7.5 克	胺改性的丙烯酸聚醚酯
	17.5 克	乙二醇二甲基丙烯酸酯
	1.8 克	马来酸单丁酯
	223.7 克	松油
	3 克	1-羟基环己基苯基甲酮
水相		
	300 克	蒸馏水
	25 克	聚丙烯酸
	10 克	5% 氢氧化钠

[0343] 混合油相并在氮气层中搅拌 1 小时。以 300rpm 搅拌。加入水相并用磁性搅拌器搅拌。同时, 暴露于 UV 光照下约三小时。在 70°C 下研磨 3 小时, 增加速度至 400rpm 的同时, 持续紫外线曝光。使用最终研磨尺寸为 12.4。

[0344] 实施例 2-4 为一般实例, 提供了用 UV 引发壁预反应、胶囊固化或这两个步骤皆有来制备胶囊的方法的描述。实施例 5-7 对应于实施例 2-4 中提供的一般实例提供了具体的实例。

[0345] 实施例 2: 热预反应、UV-固化的壁:

[0346] 所述的体系用由大豆油甲酯中的 2% 的 I6B 染料组成的芯制备, SR355 为主要的壁材料, TBAEMA 为油性胺并且 MBM 为油性酸。油溶液包含 Vazo-52 (热引发剂) 连同光引发剂 (在该情况下为 CibaIrgacure 651 或 Ciba Darocure 1173)。水相包含另一种光引发剂 (CibaDarocure 1173)。批料在玻璃带夹套的反应器中制备, 且以 300cc/min 应用氮气层。

[0347] 包含所述引发剂的油被加热到 75°C, 在 75°C 下保持 30 分钟, 在 75 分钟内冷却至 55°C。加入附加的包含壁材料的油溶液, 且在添加水相并开始研磨之前, 混合的油保持在 55°C 下另外的 30 分钟。在研磨后, 在应用 UV 灯之前, 将乳液在 55°C 下混合 45 分钟。将 200 瓦特 UV 源置于距离玻璃反应器旁边约 1 英寸处以用于固化。将 UV 等应用 18 小时以使壁彻底固化。UV 固化的胶囊形成地相当好且耐用。测量的在 5 小时的己烷渗漏数据对于可比较的热固化体系大约为 0.13mg/ml, 且对于 UV- 固化的体系为 0.32mg/ml。与可比较的热引发的体系相比较, 该 UV 固化的胶囊具有不同的渗漏特性, 但形成可接受的缓慢释放的旨在本文中作为低渗透的微胶囊。该类型的释放特征在某些应用上, 例如定时释放清洁剂、表面改性剂、纺织品处理剂、无纺布上或用于无纺布的添加剂、芳香剂递送基底、响应特殊环境条件的传感器、指示灯等是期望的。

[0348] 还可通过调整固化条件或调整壁制剂材料或浓度调节或改变渗漏特性。

[0349] 实施例 3: 紫外线预反应, 紫外线固化的壁:

[0350] 所述油相包含芯材料(在该情况下, ME-130 中的 2%I6B)、SR355、TBAEMA、MBM 和 Irgacure 651 光引发剂。所用的光引发剂的含量为通常所用的热引发剂含量的 20-80%。起初将全部油相光引发剂的一半置于油相中。批料在具有以 300cc/min 应用的氮气层的带夹套的玻璃反应器中制备。所述油用 UV 等处理 5 分钟。处理后, 油相一般已经变得浑浊。加入第二个一半的油相光引发剂并使其溶解。加入所述水相(具有水相引发剂 Darocure 1173)且开始研磨。研磨之后, 在应用 UV 灯 18 小时之前, 使批料壁混合 45 分钟。

[0351] UV 固化的胶囊的平均粒度为 13.93 μm 。

[0352] 实施例 4: 紫外线预反应, 热固化的壁:

[0353] 所述油相包含芯材料(在该情况下, ME-130 中的 2%I6B)、SR355、TBAEMA、MBM、热引发剂和 Irgacure 651 光引发剂。所用的光引发剂的含量为通常所用的热引发剂含量的 20-80%。随着以 300cc/min 的氮气层应用, 将油保持在 35°C, 并在 750rpm 下用 6- 尖端的星型球磨机混合。所述油用 UV 等处理 5 分钟。处理后, 油相已经变得浑浊。无搅拌下, 加入水相(具有水相引发剂 Vazo 68WSP)并开始研磨。研磨后, 用平坦的桨式搅拌器以 400rpm 混合批料。将批料在 35°C 保持 45 分钟, 在 45 分钟内加热至 75°C, 在 75°C 下保持 4 小时, 在 45 分钟内加热至 90°C, 并在 90°C 下保持 8 小时。

[0354] 实施例 5:

[0355] 将包含 100g 的 Oleocal ME-130 中的 2%I6B、1g 的 Vazo-52 和 1g 的 Irgacure 651 的油溶液置于 35°C 的具有 750rpm(6- 尖端星型球磨机)混合且具有 300cc/min 的氮气层的玻璃带夹套反应器中。在 45 分钟内将油溶液从 35°C 加热至 75°C 并在 75°C 下保持 30 分钟。然后在 75 分钟内将油溶液从 75°C 冷却至 55°C。将包含 25g 的 ME-130 中的 2%I6B、12.25g 的 SR355、0.25g 的 TBAEMA 和 0.5g 的 MBMA 的第二油溶液(预加热至 55°C)加入反应器中, 且混合的油在 55°C 下保持 30 分钟。停止混合, 且包含 300g 的水、12.5g 的 Colloid 351、1.0g 的 20% 氢氧化钠、和 1g 的 Darocure 1173 的水相被加入油相的底部。以 2750rpm 开始研磨, 并持续 60 分钟(最终乳液尺寸: 11.2 μm)。在研磨完成后, 用平坦的桨式搅拌器以 400rpm 进行混合。将批料保持在 55°C 下 45 分钟, 然后在小于 2 英寸的距离向玻璃反应器应用 UV 灯(200W 输出)。应用 UV 灯 18 小时。

[0356] 实施例 6:

[0357] 将包含 125g 的 ME-130 中的 2%I6B、12.25g 的 SR355、0.25g 的 TBAEMA、0.5g 的 MBM 和 0.1g 的 Irgacure 651 的油溶液置于 35℃ 的具有 750rpm (6-尖端星型球磨机) 混合且具有 300cc/min 的氮气层的玻璃带夹套反应器中。在距离反应器旁边小于 2" 之处应用 UV 灯 (200W 输出) 10 分钟。在灯关掉后, 加入另一个 0.1g 的 Irgacure 651, 并且将油混合 5 分钟以完全溶解材料。停止混合, 且包含 300g 的水、12.5g 的 Colloid351、1.0g 的 20% 氢氧化钠、和 1g 的 Darocure 1173 的水经由漏斗加入靠近油相的底部。将批料在 2750rpm 下研磨 60 分钟, 导致在研磨结束 9.27 μ 的乳液。在研磨完成后, 用平坦的桨式搅拌器以 400rpm 进行混合。在 45 分钟的保持期 (在 35℃) 之后, 再次应用 UV 灯 18 小时以固化胶囊壁。

[0358] 实施例 7 :

[0359] 将包含 125g 的 ME-130 中的 2%I6B、12.25g 的 SR355、0.25g 的 TBAEMA、0.5g 的 MBM、0.25g 的 Irgacure 651、0.5g 的 Vazo-52 和 0.5g 的 Vazo-67 油溶液置于 35℃ 的具有 300cc/min 的氮气层, 且用 6-尖端星型球磨机叶片以 750rpm 混合的玻璃带夹套反应器中。在距离反应器小于 2" 之处应用 UV 灯 (200W 输出) 5 分钟。在 UV 灯关掉后, 停止混合并将包含 300g 的水、12.5g 的 Colloid 351、2.5g 的 20% 氢氧化钠和 1g 的 Vazo-68WSP (水溶性 Vazo) 的水相使用漏斗加入油相的底部。再次研磨, 并在 2750rpm 下持续 60 分钟, 导致在研磨结束, 乳液具有 12.53 μ 的中值粒度。在研磨结束后, 用平坦的桨式搅拌器以 400rpm 进行混合。将批料在 35℃ 保持 45 分钟, 在 45 分钟内加热至 75℃, 在 75℃ 下保持 4 小时, 在 45 分钟内加热至 90℃, 并在 90℃ 下保持 8 小时。

[0360] 实施例 8 :免洗型调理剂中的微胶囊

[0361] 如下将从上述实施例中选择的微胶囊配置成免洗型调理剂制剂 :向 98.0 克免洗型调理剂 (具有下文给定的典型配方) 中加入适量的实施例 1 至 7 的微胶囊浆液, 以递送 0.5 重量 % 的包封油用量。将微胶囊添加到调理剂制剂的顶部, 然后使用 SpeedMixer 通过 Hauschild DAC400FVZ, 以 1000RPM 混合内容物 1 分钟。

[0362] 免洗型调理剂制剂典型的组合物提供于下表中 :

组分	实施例 II (批号) (%)
预混合物	
氨基硅氧烷	-
PDMS	1.0 - 1.5
凝胶基质载体	
二十二烷基三甲基氯化铵	-
硬脂酰氨基丙基二甲胺 (SAPDMA), C18	0.60 - 0.8
DTDMAC, C18 (季铵-18)	0.45 - 0.6
柠檬酸 (无水)	0.10 - 0.25
鲸蜡醇	0.80 - 1.0
硬脂醇	0.54 - 1.0
去离子水	余量
聚合物	
羟乙基纤维素 (HEC)	0.15 - 0.50
PEG-2M (Polyox WAR N-10)	0.30 - 0.60
芳香剂微胶囊 ¹	1.0 - 1.2
防腐剂	0.40 - 0.60

[0364] 1 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合。(活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

[0365] 实施例 9 : 洗发剂中的微胶囊

[0366] 如下将从上述实施例中选择的一部分微胶囊配置成洗去型洗发剂制剂: 向 90.0 克洗发剂制剂(具有下文给定的典型配方)中加入适量的实施例 1 至 7 的微胶囊浆液,以递送 0.5 重量%的包封油用量。将微胶囊和水添加到洗发剂制剂的顶部,然后使用 SpeedMixer 通过 HauschildDAC400FVZ 混合器,以 1850RPM 混合内容物 1 分钟。

[0367] 洗发剂制剂典型的组合物提供于下文的实施例中。

[0368]

实施例组成	I	II	III 成分
水	适量	适量	适量
聚季铵盐 76 ¹	2.50 -- -		
瓜尔羟基丙基三甲基氯化铵 ²		0.25 --	

聚季铵盐 6 ³			0.79
-			
-			
月桂基聚氧乙烯醚硫酸钠 (SLE3S) ⁴	21.43	21.43	21.43
月桂基硫酸钠 (SLS) ⁵	20.69	20.69	20.69
有机硅 ⁶	0.75	1.00	0.5
椰油酰氨基丙基甜菜碱 ⁷	3.33	3.33	3.33
椰油酰胺 MEA ⁸	1.0	1.0	1.0
乙二醇二硬脂酸酯 ⁹	1.50	1.50	1.50
氯化钠 ¹⁰	0.25	0.25	0.25
芳香剂	0.70	0.70	0.70
芳香剂微胶囊 ¹¹	1.2	1.2	1.2
防腐剂, pH 调节剂	最多 1%	最多 1%	最多 1%

[0369] 1Mirapol AT-1、丙烯酰胺 (AM) 和 TRIQUAT 的共聚物、MW=1,000,000 ;CD=1.6meq. / gram ;10% 活性物质 ; 供应商 Rhodia

[0370] 2Jaguar C500, MW - 500,000, CD=0.7, 供应商 Rhodia

[0371] 3Mirapol100S, 31.5% 活性物质, 供应商 Rhodia

[0372] 4 月桂基聚氧乙烯醚硫酸钠, 28% 活性, 供应商 :P&G

[0373] 5 月桂基硫酸钠, 29% 活性, 供应商 :P&G

[0374] 6 缩水甘油基有机硅 VC2231-193C

[0375] 7Tegobetaine F-B, 30% 活性物质, 供应商 :Goldschmidt Chemicals

[0376] 8Monamid CMA, 85% 活性物质, 供应商 Goldschmidt Chemical

[0377] 9 乙二醇二硬脂酸酯, EGDS 纯度, 供应商为 Goldschmidt Chemical

[0378] 10 氯化钠 USP (食品级), 供应商 Morton ; 注意, 盐为可调节的成分, 可添加较高或较低的含量以获得目标粘度。

[0379] 11 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合。(活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

[0380]

实施例组成	IV	V	VI 成分

水	适量	适量	适量
有机硅 A ¹	1.0 -- --		
有机硅 B ²		0.5 --	
有机硅 C ³			0.5
环戊硅氧烷 ⁴		0.61	1.5
二十二烷基三甲基氯化铵 ⁵	2.25	2.25	2.25
异丙醇	0.60	0.60	0.60
鲸蜡醇 ⁶	1.86	1.86	1.86
硬脂醇 ⁷	4.64	4.64	4.64
乙二胺四乙酸二钠	0.13	0.13	0.13
氢氧化钠	0.01	0.01	0.01
苯醇	0.40	0.40	0.40
甲基氯异噻唑啉酮 / 甲基异噻唑啉酮 ⁸	0.0005	0.0005	0.0005
泛醇 ⁹	0.10	0.10	0.10
泛基乙基醚 ¹⁰	0.05	0.05	0.05
芳香剂	0.35	0.35	0.35
芳香剂微胶囊 ¹¹	1.2	1.2	1.2

[0381] 1 缩水甘油基有机硅 VC2231-193

[0382] 2 缩水甘油基有机硅 VC2231-193F

[0383] 3 缩水甘油基有机硅 VC2231-193A

[0384] 4 环戊硅氧烷 :SF1202, 购自 Momentive Performance Chemicals

[0385] 5 二十二烷基三甲基氯化铵 / 异丙醇 :Genamin™KMP, 购自 Clariant

[0386] 6 鲸蜡醇 :Konol™ 系列, 购自 Shin Nihon Rika

- [0387] 7 硬脂醇 :Konol™ 系列,购自 Shin Nihon Rika
- [0388] 8 甲基氯异噻唑啉酮 / 甲基异噻唑啉酮 :Kathon™CG,购自 Rohm&Haas
- [0389] 9 泛醇 :购自 Roche
- [0390] 10 泛基乙基醚 :购自 Roche
- [0391] 11 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合。(活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

实施例组成成分	VII	VIII
月桂基聚氧乙烯醚硫酸钠	10.00	10.00
月桂基硫酸钠	1.50	1.50
椰油酰胺丙基甜菜碱	2.00	2.00
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵(1)	0.40	
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵(2)		0.40
聚二甲基硅氧烷(3)	2.00	2.00
凝胶网络(4)		27.27
[0392] 乙二醇二硬脂酸酯	1.50	1.50
5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮, Kathon CG	0.0005	0.0005
苯甲酸钠	0.25	0.25
乙二胺四乙酸二钠	0.13	0.13
香料	0.40	0.40
芳香剂微胶囊(5)	0.30	0.30
柠檬酸/二水合柠檬酸钠	pH 适量	pH 适量
氯化钠/二甲苯磺酸铵	粘度适量	粘度适量
水	适量	适量

[0393] (1) Jaguar C17, 购自 Rhodia

[0394] (2) N-Hance 3269 (具有 ~500,000 的分子量, 并且电荷密度为 0.8meq/g), 购自 Aqualon/Hercules

[0395] (3) Viscasil 330M, 购自 General Electric Silicones

[0396] (4) 凝胶网络; 参见下文的组合物。将水加热至约 74°C 并且将鲸蜡醇、硬脂醇和 SLES 表面活性剂加入其中。掺入之后, 将该混合物通过热交换器, 在其中将它冷却到约 35°C。作为该冷却步骤的结果, 脂肪醇和表面活性剂结晶以形成结晶的凝胶网络。

[0397]

成分	重量
水	86.14%
鲸蜡醇	3.46%
硬脂醇	6.44%
月桂基聚氧乙烯醚-3 硫酸钠 (28% 活性物质)	3.93%

5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮, Kathon CG	0.03%
--------------------------------	-------

[0398] (5) 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合。(活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

[0399] 实施例 10: 乳液中的微胶囊

实施例	I	II	III
A 相			
DC-9040 ¹	8.60	3.00	5.00
聚二甲基硅氧烷	4.09	4.00	4.00
聚甲基倍半硅氧烷 ²	4.09	4.00	4.00
环状聚甲基硅氧烷	11.43	0.50	11.33
KSG-210 ³	5.37	5.25	5.40
聚乙烯蜡 (PE 蜡) ⁴	3.54		2.05
DC-2503 化妆用蜡 ⁵	7.08	10.00	3.77
疏水性 TiO ₂			0.50
氧化铁涂层云母			0.65
TiO ₂ 涂层云母	1.00	1.00	
芳香剂颗粒 ⁸	1.00	1.00	1.00
B 相			
甘油	10.00	10.00	10.00
右旋泛醇	0.50	0.50	0.50
戊二醇	3.00	3.00	3.00
二羟乙基磺酸己氧苯醚 ⁶	0.10	0.10	0.10
烟酰胺 ⁷	5.00	5.00	5.00
对羟基苯甲酸甲酯	0.20	0.20	0.20
对羟基苯甲酸乙酯	0.05	0.05	0.05
柠檬酸钠	0.20	0.20	0.20
柠檬酸	0.03	0.03	0.03
苯甲酸钠	0.05	0.05	0.05
氯化钠	0.50	0.50	0.50
FD&C 红#40 (1%)	0.05	0.05	0.05
水	适量至 100	适量至 100	适量至 100
在 21°C 的硬度 (g)	33.3	15.4	14.2
在 33°C 的硬度 (g)	6.4	0.7	4.0

[0401] 1. 环戊硅氧烷中的 12.5% 聚二甲基硅氧烷交联聚合物。购自 Dow Corning™。

[0402] 2. 例如 Tospearl™145A 或 Tospearl 2000, 购自 GE Toshiba Silicone。

[0403] 3. 25% 的聚二甲基硅氧烷 PEG-10/15 交联聚合物的聚二甲基硅氧烷溶液, 购自 Shin-Etsu™。

[0404] 4. Jeenate™3H 的聚乙烯蜡, 购自 Jeen™

[0405] 5. 硬脂基聚二甲基硅氧烷。购自 Dow Corning。

[0406] 6. 二羟乙基磺酸己氧苯醚, 购自 Laboratoires Serobiologiques。

[0407] 7. 此外或作为另外一种选择, 所述组合物可以同样公开于本文中的本领域技术人

员认为适宜的量包含一种或多种如本文所公开的其它护肤活性物质、它们的盐和衍生物。

[0408] 8. 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合。(活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

[0409] 就上文实施例而言,在适合容器中将 A 相的成分混合。在一个分开的适合的容器中,将 B 相的成分混合。加热每个相至 73°C -78°C,同时用适合的搅拌器(例如锚叶、螺旋桨叶或 IKA T25)混合每个相直到每个达到所期望温度的基本上恒定和均一化。将 B 相缓慢加入 A 相中,并且持续搅拌以混合 A 相。继续搅拌直至此批均匀。在 73°C 至 78°C 下将产物倒入适合的容器中并在室温储存。作为另外一种选择,当温度降低连续搅拌混合物得到在 21°C 和 33°C 下观察到更低的硬度值。

[0410] 实施例 11:单个单位剂量个人护理产品中的微胶囊

[0411] 下列表面活性剂 / 聚合物液体加工组合物以标明的重量百分比制备,如下表 1 中所述。

[0412] 表 1

[0413]

组分	
甘油	3.2
聚乙烯醇 ¹	8.1
月桂酰两性基乙酸钠(26%活性) ²	31.8
月桂基聚氧乙烯醚-3 硫酸铵(25%活性)	4.9
十一烷基硫酸铵(24%活性)	19.9
月桂基聚氧乙烯醚-1 硫酸铵(70%活性)	8.0
阳离子纤维素 ³	0.5
柠檬酸	1.6
蒸馏水	22.0
总计	100.0
Ph	5.8
粘度(cP)	35,400

[0414] 1 Sigma-Aldrich 目录号 363081, MW 85,000-124,000, 87-89% 水解

[0415] 2 McIntyre Group Ltd (University Park, IL), Mackam HPL-28ULS

[0416] 3UCARE™ Polymer LR-400, 购自 Amerchol Corporation (Plaquemine, Louisiana)

[0417] 通过使用常规的塔顶搅拌器(IKA® RW20DZM Stirrer, 购自 IKA® Works, Inc.,

Wilmington, DE) 和热板(Corning Incorporated LifeSciences, Lowell, MA) 制备 300 克目标重量的上述组合物。在一个适当大小且干净的器皿中,在 100 至 150rpm 搅拌下加入蒸馏水和甘油。当存在时,然后在恒定的搅拌下缓慢添加阳离子聚合物直至均匀。称量聚乙烯醇入适宜的容器中,并且使用药匙以小增量缓慢加入主混合物中,同时持续搅拌,以避免形成明显的团块。调节搅拌速度以使泡沫形成最小化。将混合物缓慢加热至 80℃之后,加入表面活性剂。然后将所述混合物加热至 85℃,同时持续搅拌,然后使其冷却至室温。加入额外的蒸馏水以补偿蒸发损失的水(基于容器原皮重)。最终 pH 介于 5.2-6.6 之间,并且如果需要,用柠檬酸或稀氢氧化钠调节。测定所得加工混合物的粘度。

[0418] 可溶性多孔固体基质(在本文实施例中也称作“基质”)如下表 2 所述由上述液体加工混合物制备。

[0419] 表 2

[0420]

充气时间(秒)	62
湿密度(g/cm ³)	0.26
烤箱温度(℃)	130
干燥时间(min)	38
干燥基质平均重量(g)	1.10
干燥基质平均厚度(cm)	0.62
基质平均收缩(%)	4.6%
干燥基质平均密度(g/cm ³)	0.11
平均基重(g/m ²)	650

[0421] 在 70℃下将 300 克的加工混合物储藏在对流炉内超过两小时以预加热所述加工混合物。随后将所述混合物转移到 K5SS 型 **KITCHENAID**[®] 搅拌器(购自 Hobart Corporation, Troy, OH) 的预加热的 5 夸脱不锈钢碗中(通过置于 70℃的烘箱中 15 分钟以上),所述搅拌器装配有平板式打夯机附件和包括 70-75℃下的自来水的水浴附件。所述混合物在 10 的最大速度设置下剧烈充气直到达到大约 0.26g/cm³ 的润湿密度(表中记录的时间)。通过称量已知体积并且用刮刀将杯顶刮平的填充杯的重量,测得密度。然后用刮刀将充过气的所得混合物铺展到 160mm×160mm 并且深 6.5mm 的正方形铝模中,用以 45° 角握持并且在模具表面上均匀缓慢移动的金属大刮刀的直刀刃移除过量的湿泡沫。然后将所述铝模置于 130℃的对流炉中大约 35 至 45 分钟。使所述模具冷却至室温,在薄刮刀和镊子的帮助下,将大体上干燥的可溶性多孔固体基质从模具中移除。

[0422] 使用切割冲模和 Samco SB20 切割机将每个所得的 160mm×160mm 正方形基质切割成九个 43mm×43mm 正方形(具有圆形边缘)(每个正方形具有大约 16.9cm² 的表面积)。然

后将所得的较小的基质在敞开于室内空气的大自封袋内,在保持在 70 °F 和 50% 相对湿度恒定环境室内平衡过夜(14 小时)。

[0423] 在通风柜内,将所述基质安装在以约 60 度的角度放置不锈钢架上,所述架子具有凹痕支撑基质防止下滑,并在板上具有一个洞,以便所述基质可通过从底板上推容易地从支架上移除。重要的是,所述基质的顶部表面(在干燥炉中暴露于空气的那一侧且与在干燥工艺期间直接接触所述铝模具的那一侧相反的)远离所述架子。带有泵式喷雾器的小玻璃瓶用第一芳香油 1a 填充,然后从 2 至 3 英寸的距离喷射到所述基质的表面。然后将所述基质从架子上移除并放回在天平上的称量皿,使顶部一面向外。记录涂覆的香料的重量,且在目标重量没有达到的情况下,涂覆另一次喷射量,或者用 Kim 擦拭物从所述基质上吸收掉过量的香料。重复该迭代工艺直至达到所述目标重量范围。在下表中记录涂覆的芳香剂 1a 的量。靠在小称量皿上所得的基质被储存在自封袋内并密封隔绝空气。对第二个基质重复上述工艺。

[0424] 在其称量皿内的所述第一基质接下来被从自封袋中移除,并在 4 档重量天平上再次配衡至 0% 重量。然后将实施例 1 的香料微胶囊施用在每个基底表面上。然后将基质用所述香料微胶囊涂覆,通过以左右摇摆的方式,在包含过量的所述香料包含配合物的盘子上(或其它适宜的容器)轻轻地摇动所述基质十次(对其它侧面重复所述工艺)。然后将所得的粉末涂覆的基质拿起来(用带手套的手)并轻轻地摇动并轻打多次以移除任何过量的没有充分粘附到所述基质上的粉末。在下表中记录所得的应用的第二香芳香剂微胶囊的重量。然后将在其称量皿内的多孔基质放回到自封袋中并密封隔绝空气。对于第二基质重复该粉末应用工艺。

[0425] 获得的最终重量提供于下表中。

[0426]

基质序号	初始基质重量	应用的第一芳香剂的重量	实施例 1 的香料微胶囊重量
1	1.194	0.050	0.0175
2	1.063	0.055	0.0150
平均	1.129	0.053	0.0161

[0427] 实施例 12 :止汗剂 / 除臭剂中的微胶囊

[0428]

成分	比较实施 例 I	比较实施 例 II ⁹	实施例 III	实施例 IV	实施例 V
部分 I: 局部连续相					
六甲基二硅氧烷 ¹	22.65	21.25	21.25	21.25	21.25
DC5200 ²	1.20	1.20	1.20	1.20	
芳香剂	0.35	1.25	1.25	1.25	1.25
芳香剂胶囊 ⁸	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
皮肤 Etsu KF 6038 ³					1.20
部分 II: 分散相					
ACH (40%溶液) ⁴	40.00	55.0			
IACH (34%溶液) ⁵		2.30	49.00		
ZAG (30%溶液) ⁶				52.30	52.30
丙二醇	5.00		5.00	5.00	5.00
水	12.30		3.30		
部分 III: 连续相的结构 剂加上残留物					
FinSolve TN	6.50	6.00	6.50	6.00	6.50
Ozocrite Wax					12.00
Performalene PL ⁷	11.00	11.00	12.00	12.00	
水相电导率 (mS/cm)	37.7	79.5	40.5	60.3	60.3

[0429] 1 - DC246 流体, 得自 Dow Corning

[0430] 2- 得自 Dow Corning

[0431] 3- 得自 Shinetsu

[0432] 4 - 标准的水合氯化铝溶液

[0433] 5 - IACH 溶液, 用钙稳定

[0434] 6 - IZAG 溶液, 用钙稳定

[0435] 7- 得自 New Phase Technologies

[0436] 8 - 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合 (活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

[0437] 9 - 乳液, 当制造该组合物时破乳

[0438] 上文实施例 I 至 V 可通过下列一般方法制得, 所述方法本领域的技术员将能够结合可用的设备进行改变。部分 I 和部分 II 的成分在单独的适宜的容器中混合。然后在搅拌下将部分 II 缓慢加入部分 I 中, 以确保制备硅氧烷包水乳剂。然后用适宜的球磨机, 例如得自 Grecco Corp. 的 Grecco1L03 研磨乳液, 以形成均一化的乳液。混合部分 III 并加热至 88°C 直至所有的固体完全熔融。然后还将乳液加热至 88°C, 然后加入部分 3 的成分中。然后将最终混合物倾入适当的容器中, 并使其固化且冷却至环境温度。

[0439]

成分	VI	VII	VIII	IX	X
产品形式	固体除臭剂	固体除臭剂	固体除臭剂	固体除臭剂	除臭剂或身体喷雾器
双丙二醇	45	22	20	30	20
丙二醇	22	45	22		
三丙二醇			25		
甘油				10	
PEG -8				20	
乙醇					适量
水	适量	适量	适量	适量	
硬脂酸钠	5.5	5.5	5.5	5.5	
乙二胺四乙酸四钠	0.05	0.05	0.05	0.05	
氢氧化钠	0.04	0.04	0.04	0.04	
三氯生	0.3	0.3	0.3	0.3	
芳香剂	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
芳香剂胶囊	1.0	1.0	1.0	1.0	0.5
二氢月桂烯醇	0.3	.1	0.3	0.5	.1
里哪醇	0.2	.15	0.2	0.25	.15
推进剂 (1,1 二氟乙烷)					40

[0440] QS - 表明该材料被用于使总量达到 100%。

[0441] 实施例 VI 至 IX 可如下制得：除了芳香剂、里哪醇和二氢月桂烯醇以外的所有成分在适宜的容器中混合并加热至约 85°C 以形成均一化的液体。然后将溶液冷却至约 62°C，然后加入芳香剂、里哪醇和二氢月桂烯醇。然后将混合物倾入适当的容器中，并使其在冷却至环境温度时固化。

[0442] 实施例 X 可如下制得：除了推进剂以外的所有成分在适当的气溶胶容器中混合。然后用适当的气溶胶递送阀门密封容器。接着，通过向阀门应用真空将容其中的空气移除，然后通过阀门将推进剂加入容器中。最后，将适当的致动器连接到阀门上以容许分配产品。

[0443] 实施例 13：洗去型调理剂中的微胶囊

[0444]

组分	实施例 I	实施例 II	实施例 III	实施例 IV	实施例 V	实施例 VI (比较实施例, w/PDMS, 而不是氨基有机硅)
预混合物						
氨基硅氧烷-1 *1	0.50	0.50				
氨基硅氧烷-2 *2			0.50	0.50	0.50	
PDMS						0.50
芳香剂微胶囊 ³	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
凝胶基质载体						
二十二烷基三甲基氯化铵	2.30	2.30	2.30	2.30	2.30	2.30
鲸蜡醇	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
硬脂醇	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8
去离子水	适量	适量	适量	适量	适量	适量
防腐剂	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
泛醇	-	-	0.03	-	-	-
泛基乙基醚	-	-	0.03	-	-	-

[0445] 组分定义

[0446] *1 氨基硅氧烷 -1 (AMD): 具有 0.12-0.15mmol/g 的胺含量, 并且粘度为 3,000-8,000mPa·s, 其为水不溶性的

[0447] *2 氨基硅氧烷 -2 (TAS): 具有 0.04-0.06mmol/g 的胺含量, 并且粘度为 10,000-16,000mPa·s, 其为水不溶性的

[0448] 3 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合(活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

[0449] 制备方法

[0450] “实施例 I”至“实施例 VI”的调理组合物:

[0451] 随着搅拌将阳离子表面活性剂、高熔点脂肪化合物加入水中, 并加热至约 80°C。将混合物冷却至约 50°C 以形成凝胶基质载体。个别地, 香料微胶囊混悬液和有机硅在室温下随着搅拌混合以形成预混合物。随着搅拌, 将预混合物加入凝胶基质载体中。如果包括的话, 随着搅拌加入其它成分, 例如防腐剂。然后将所述组合物冷却至室温。

[0452] 如下制备“实施例 II”中的调理组合物:

[0453] 随着搅拌将阳离子表面活性剂、高熔点脂肪化合物加入水中, 并加热至约 80°C。将混合物冷却至约 50°C 以形成凝胶基质载体。然后, 随着搅拌加入有机硅。个别地, 随着搅拌加入香料微胶囊混悬液, 且如果包括的话, 随着搅拌加入其它成分, 例如防腐剂。然后将所述组合物冷却至室温。

[0454] 实施例 14: 身体清洁组合物中的微胶囊

[0455]

	实施例 D	实施例 E	实施例 F
I: 清洁相组合物			
十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠 (由 Iconol TDA-3 (BASF Corp.) 硫酸化至>95%硫酸盐)	5.9	5.9	5.9
月桂基硫酸钠 (Procter and Gamble)	5.9	5.9	5.9
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠 (Cognis Chemical Corp.)	3.6	3.6	3.6
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (N-Hance3196, 得自 Aqualon)	---	0.3	0.7
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (Jaguar C-17, 得自 Rhodia)	0.6	---	---
Stabylen 30 (丙烯酸酯/异癸酸乙烯酯, 3V)	0.33	0.33	0.33
氯化钠	3.75	3.75	3.75
十三烷基聚氧乙烯醚-3 (Iconal TDA-3, 得自 BASF Corp.)	1.75	1.75	1.75
甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮 (Kathon CG, Rohm & Haas)	0.033	0.033	0.033
EDTA (Dissolvine NA 2x)	0.15	0.15	0.15
苯甲酸钠	0.2	0.2	0.2
柠檬酸, 滴定	pH = 5.7 ± 0.2	pH = 5.7 ± 0.2	pH = 5.7 ± 0.2
香料	1.11%	1.11%	1.11%
水和微量组分 (氢氧化钠)	适量	适量	适量
II: 有益相组合物			
凡士林 (G2218, 得自 Sonnerbonn)	60	60	60
矿物油 (Hydrobrite1000, 得自 Sonnerbonn)	20	20	20
芳香剂微胶囊 ¹	10	10	10
III: 表面活性剂相: 有益相共混比率	50:50	90:10	90:10

[0456]

[0457] 1 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合。(活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)

[0458] 实施例 15: 织物软化产物中的微胶囊

[0459] 包含上述实施例中纯化过的香料微胶囊的产品制剂非限制性实施例综述于下表中。

[0460]

(%重量)	实施例									
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
FSA ^a	14	16.47	14	12	12	16.47	---	---	5	5
FSA ^b					---		3.00	---	---	---
FSA ^c					---		---	6.5	---	---
乙醇	2.18	2.57	2.18	1.95	1.95	2.57	---	---	0.81	0.81
异丙醇	---	---	---	---	---	---	0.33	1.22	---	---
淀粉 ^d	1.25	1.47	2.00	1.25	---	2.30	0.5	0.70	0.71	0.42
微胶囊 (活性物质%) [*]	0.6	0.75	0.6	0.75	0.37	0.60	0.37	0.6	0.37	0.37
相稳定化聚合物 ^f	0.21	0.25	0.21	0.21	0.14	---	---	0.14	---	---
抑泡剂 ^g	---	---	---	---	---	---	---	0.1	---	---
氯化钙	0.15	0.176	0.15	0.15	0.30	0.176	---	0.1-0.15	---	---
DTPA ^h	0.017	0.017	0.017	0.017	0.007	0.007	0.20	---	0.002	0.002
防腐剂 (ppm) ^{i,j}	5	5	5	5	5	5	---	250 ^j	5	5
消泡剂 ^k	0.015	0.018	0.015	0.015	0.015	0.015	---	---	0.015	0.015
染料 (ppm)	40	40	40	40	40	40	11	30-300	30	30
氯化铵	0.100	0.118	0.100	0.100	0.115	0.115	---	---	---	---
HCl	0.012	0.014	0.012	0.012	0.028	0.028	0.016	0.025	0.011	0.011
结构剂 ^l	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
纯的未经胶囊包封的香料	0.8	0.7	0.9	0.5	1.2	0.5	1.1	0.6	1.0	0.9
去离子水	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量

[0461]

[0462] a N,N-二(牛脂酰氧乙基)-N,N-二甲基氯化铵。

[0463] b 甲基二(牛油酰氨基乙基)2-羟乙基甲酯硫酸铵。

[0464] c 摩尔比为 1.5:1 的脂肪酸与甲基二乙醇胺的反应产物,用氯甲烷季铵化,从而形成摩尔比为 1:1 的 N,N-二(硬脂酰氧乙基)-N,N-二甲基氯化铵和 N-(硬脂酰氧乙基)-N-羟乙基-N,N-二甲基氯化铵的混合物。

[0465] d 以商品名 **CATO**[®] 购自 National Starch 的阳离子高直链淀粉玉米淀粉。

[0466] f 环氧乙烷和对苯二酸酯的共聚物,其具有 US 5,574,179 第 15 栏第 1 至 5 行中所描述的化学式,其中每个 X 为甲基,每个 n 为 40,u 为 4,每个 R1 基本上为 1,4-亚苯基部分,每个 R2 基本上为亚乙基、1,2-亚丙基部分,或它们的混合物。

[0467] g 购自 Wacker 的 SE39

[0468] h 二亚乙基三胺五醋酸。

[0469] i 购自 Rohm and Haas Co. 的 **KATHON**[®] CG。“PPM”为“份每一百万份”。

[0470] j 戊二醛

[0471] k 以商品名 DC2310 购自 Dow Corning Corp. 的硅氧烷消泡剂。

- [0472] 1 以商品名 Aculyn™44 购自 Rohm and Haas 的疏水改性的乙氧基化脲。
- [0473] * 实施例 1 至 7 中提供的微胶囊的适当组合 (活性物质百分比涉及微胶囊的核芯含量。)
- [0474] 实施例 16 : 干燥衣物洗涤制剂中的微胶囊
- [0475] 包含上述实施例中纯化过的香料微胶囊的产品制剂非限制性实施例综述于下表中。
- [0476]

组分	%w/w 颗粒状衣物洗涤剂组合物						
	A	B	C	D	E	F	G
增白剂	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1
皂	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6
乙二胺二琥珀酸	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
丙烯酸盐/马来酸盐共聚物	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
羟乙烷二(亚甲基膦酸)	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
一 C ₁₂₋₁₄ 烷基、二甲基、一羟乙基季铵氯化物	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
直链烷基苯	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2	0.1
直链烷基苯磺酸盐	10.3	10.1	19.9	14.7	10.3	17	10.5
硫酸镁	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
碳酸钠	19.5	19.2	10.1	18.5	29.9	10.1	16.8
硫酸钠	29.6	29.8	38.8	15.1	24.4	19.7	19.1
氯化钠	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
沸石	9.6	9.4	8.1	18	10	13.2	17.3
光漂白剂颗粒	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2
蓝色和红色碳酸盐斑粒	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
乙氧基化醇 AE7	1	1	1	1	1	1	1
四乙酰基乙二胺附聚物 (92 重量% 的活性物质)	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
柠檬酸	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4
PDMS/粘土附聚物 (9.5% 重量% 活性 PDMS)	10.5	10.3	5	15	5.1	7.3	10.2
聚环氧乙烷	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
酶, 例如蛋白酶 (84mg/g 活性物质)、淀粉酶 (22mg/g 活性物质)	0.2	0.3	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2
抑泡剂附聚物 (12.4 重量% 活性物质)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
过碳酸钠 (具有 12% 至 15% 的活性 AvOx)	7.2	7.1	4.9	5.4	6.9	19.3	13.1
香料油	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
固体香料颗粒	0.4	0	0.4	0.4	0.4	0.4	0.6
香料微胶囊*	1.3	2.4	1	1.3	1.3	1.3	0.7
水	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4
杂项	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
总份数	100	100	100	100	100	100	100

[0477] * 以 25-35% 活性物质浆液(水溶液)形式加入的微胶囊。芯/壁比率可在 80/20 至最多 90/10 范围内,并且平均粒径可在 5 μm 至 50 μm 范围内,并且可经由任何上述实施例纯化。适用于配制的示例性微胶囊提供于实施例 1 至 7 中。

[0478] 实施例 17:液体衣物洗涤制剂(HDL)

[0479] 包含上述实施例中纯化过的香料微胶囊的产品制剂非限制性实施例综述于下表中。

[0480]

成分	HDL 1	HDL 2	HDL3	HDL4	HDL 5	HDL 6
烷基醚硫酸盐	0.00	0.50	12.0	12.0	6.0	7.0
十二烷基苯磺酸	8.0	8.0	1.0	1.0	2.0	3.0
乙氧基化醇	8.0	6.0	5.0	7.0	5.0	3.0
柠檬酸	5.0	3.0	3.0	5.0	2.0	3.0
脂肪酸	3.0	5.0	5.0	3.0	6.0	5.0
季铵化的乙氧基硫酸化环己烷二胺	1.9	1.2	1.5	2.0	1.0	1.0
二亚乙基三胺五亚甲基膦酸	0.3	0.2	0.2	0.3	0.1	0.2
酶	1.20	0.80	0	1.2	0	0.8
增白剂(基于二磺酸化的二氨基二苯乙烯的 FWA)	0.14	0.09	0	0.14	0.01	0.09
阳离子羟乙基纤维素	0	0	0.10	0	0.200	0.30
聚(丙烯酰胺-共聚-氯化二烯丙基二甲基铵)	0	0	0	0.50	0.10	0
氯化蓖麻油结构剂	0.50	0.44	0.2	0.2	0.3	0.3
硼酸	2.4	1.5	1.0	2.4	1.0	1.5
乙醇	0.50	1.0	2.0	2.0	1.0	1.0
1,2-丙二醇	2.0	3.0	1.0	1.0	0.01	0.01
戊二醛	0	0	19ppm	0	13ppm	0
二甘醇(DEG)	1.6	0	0	0	0	0
2,3-甲基-1,3-丙二醇(M pdiol)	1.0	1.0	0	0	0	0
单乙醇胺	1.0	0.5	0	0	0	0
足以向制剂提供下列 pH 的氢氧化钠:	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8
异丙基苯磺酸钠(NaCS)	2.00	0	0	0	0	0
硅氧烷(PDMS)乳液	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003
香料	0.7	0.5	0.8	0.8	0.6	0.6
聚乙烯亚胺	0.01	0.10	0.00	0.10	0.20	0.05
香料微胶囊*	1.00	5.00	1.00	2.00	0.10	0.80
水	余量至 100%	余量至 100%	余量至 100%	余量至 100%	余量至 100%	余量至 100%

[0481] *以 25-35% 活性物质浆液(水溶液)形式加入的微胶囊。芯/壁比率可在 80/20 至最多 90/10 范围内,并且平均粒径可在 5 μm 至 50 μm 范围内,并且可经由任何上述实施例纯化。适用于配制的示例性微胶囊提供于实施例 1 至 7 中。

[0482] 包含上述实施例中纯化过的香料微胶囊的产品制剂非限制性实施例综述于下表中。

[0483]

液体洗涤剂实施例	A	B	C	D
C14 - C15 烷基多乙氧基化物 (8)	6.25	4.00	6.25	6.25
C12 - C14 烷基多乙氧基化物 (7)	0.40	0.30	0.40	0.40
C12 - C14 烷基多乙氧基化物(3)硫酸钠盐	10.60	6.78	10.60	10.60
直链烷基苯磺酸	0.19	1.16	0.79	0.79
柠檬酸	3.75	2.40	3.75	3.75
C12-C18 脂肪酸	4.00	2.56	7.02	7.02
酶	0.60	0.4	0.60	0.60
硼酸	2.4	1.5	1.25	1.25
反式硫酸化的乙氧基化的己二胺季铵盐	1.11	0.71	1.11	1.11
二亚乙基三胺五亚甲基膦酸	0.17	0.11	0.17	0.17
荧光增白剂	0.09	0.06	0.14	0.14
氯化蓖麻油	0.05	0.300	0.20	0.20
乙醇	2.50	1.00	2.50	2.50
1,2-丙二醇	1.14	0.7	1.14	1.14
氢氧化钠	3.8	2.6	4.60	4.60
单乙醇胺	0.8	0.5		
异丙基苯磺酸钠				
硅氧烷乳剂	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030
染料	0.002	0.002	0.002	0.002
遮光剂 (基于丙烯酸苯乙烯酯)				
膨润土软化粘土				
丙烯酰胺/MAPTAC (得自 Nalco Chemicals (Naperville, IL))			0.40	0.40
Mirapol 550 (得自 Rhodia Chemie, France)				
聚季铵盐 10 - 阳离子羟乙基纤维素				
PP-5495 (硅氧烷, 得自 Dow Corning Corporation, Midland, MI)				
DC 1664 (硅氧烷, 得自 Dow Corning Corporation, Midland, MI)				
珠光剂*				0.2
香料微胶囊 (以香料油表示)	0.8	0.5	1.0	0.7
香料	0.7	0.55	1.00	1.00
聚乙烯亚胺 MW 25000				
水	至多 100	至多 100	至多 100	至多 100

[0484]

[0485] *Mica-TiO₂(得自Eckart的Prestige Silk Silver Star)或BiOCl(Biron Silver CO. -Merck)或预结晶的EGDS(得自Degussa的Tegoparl N 100,表示为纯的EGDS)

[0486] **以25-35%活性物质浆液(水溶液)形式加入的微胶囊。芯/壁比率可在80/20至最多90/10范围内,并且平均粒径可在5 μm至50 μm范围内,并且可经由任何上述实施

例纯化。适用于配制的示例性微胶囊提供于实施例 1 至 7 中。

[0487]

液体洗涤剂实施例	E	F	G	H
C14 - C15 烷基多乙氧基化物 (8)	6.25	4.00	6.25	6.25
C12 - C14 烷基多乙氧基化物 (7)	0.40	0.30	0.40	
C12 - C14 烷基多乙氧基化物(3)硫酸钠盐	10.60	6.78	10.60	10.60
直链烷基苯磺酸	0.79	1.19	0.79	0.79
柠檬酸	3.75	2.40	3.75	3.75
C12-C18 脂肪酸	7.02	4.48	7.02	7.02
酶	0.60	1.0	0.60	
硼酸	1.25	1.25	1.25	1.25
反式硫酸化的乙氧基化的己二胺季铵盐	1.11	0.71	1.11	1.11
二亚乙基三胺五亚甲基膦酸	0.17	0.11	0.17	0.17
荧光增白剂	0.14	0.06	0.14	
氯化蓖麻油	0.20	0.300	0.20	0.20
乙醇	2.50	1.00	2.50	2.50
1,2-丙二醇	1.14	0.09	1.14	1.14
氢氧化钠	4.60	3.01	4.60	4.60
单乙醇胺				
异丙基苯磺酸钠				
硅氧烷乳剂	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030
染料	0.002	0.00084	0.00084	0.00084
遮光剂 (基于丙烯酸苯乙烯酯)				0.1
膨润土软化粘土				
丙烯酰胺/MAPTAC (得自 Nalco Chemicals (Naperville, IL))			0.40	
Mirapol 550 (得自 Rhodia Chemie, France)	0.40	0.25		
聚季铵盐 10 - 阳离子羟乙基纤维素				0.30
PP-5495 (硅氧烷, 得自 Dow Corning Corporation, Midland, MI)		3.0		
DC 1664 (硅氧烷, 得自 Dow Corning Corporation, Midland, MI)	3.0		3.0	
珠光剂*			0.2	
香料微胶囊** (以香料油表示)	0.9	0.3	0.5	1.2
香料	1.00	0.65	1.00	1.00
聚乙烯亚胺 MW 25000				
水	至多 100	至多 100	至多 100	至多 100

[0488]

[0489] *Mica-TiO₂(得自Eckart的Prestige Silk Silver Star)或BiOCl(Biron Silver CO. -Merck)或预结晶的EGDS(得自Degussa的Tegoparl N 100,表示为纯的EGDS)

[0490] **以 25-35% 活性物质浆液(水溶液)形式加入的微胶囊。芯/壁比率可在 80/20 至最多 90/10 范围内,并且平均粒径可在 5 μ m 至 50 μ m 范围内,并且可经由任何上述实施例纯化。适用于配制的示例性微胶囊提供于实施例 1 至 7 中。

[0491]

液体洗涤剂实施例	I	J	K
C14 - C15 烷基多乙氧基化物 (8)	4.00	6.1	
C12 - C14 烷基多乙氧基化物 (7)			2.00
C12 - C14 烷基多乙氧基化物(3)硫酸钠盐	6.78		
直链烷基苯磺酸	1.19	7.8	15.0
柠檬酸	2.40	2.6	2.50
C12-C18 脂肪酸	4.48	2.6	11.4
酶		.55	.07
硼酸	1.25	1.50	1.3
反式硫酸化的乙氧基化的己二胺季铵盐	0.71	1.20	
二亚乙基三胺五亚甲基膦酸	0.11	0.20	0.7
荧光增白剂		0.09	0.14
氯化蓖麻油	0.300	0.45	0.09
乙醇	1.00	1.40	0.7
1,2-丙二醇	0.09	3.30	6.7
氢氧化钠	3.01	3.00	5.5
单乙醇胺		0.50	
异丙基苯磺酸钠			1.6
硅氧烷乳剂	0.0030	0.0030	0.30
染料	0.00084	0.02	0.004
遮光剂 (基于丙烯酸苯乙烯酯)			
膨润土软化粘土			3.40
丙烯酰胺/MAPTAC (得自 Nalco Chemicals (Naperville, IL))			
Mirapol 550 (得自 Rhodia Chemie, France)			
聚季铵盐 10 - 阳离子羟乙基纤维素	0.18		
PP-5495 (硅氧烷, 得自 Dow Corning Corporation, Midland, MI)			
DC 1664 (硅氧烷, 得自 Dow Corning Corporation, Midland, MI)	3.0		
珠光剂*	0.2		
香料微胶囊 (以香料油表示)	0.2	0.45	0.75
香料	0.65	0.5	1.0
聚乙烯亚胺 MW 25000			0.08
水	至多 100	至多 100	至多 100

[0492]

[0493]

液体洗涤剂实施例	L	M**	N
C14-C15 烷基多乙氧基化物 (8)	3.7		20.7
C12-C14 烷基多乙氧基化物 (7)		16.7	
C12-C14 烷基多乙氧基化物(3)硫酸钠盐	17.8		5.5
直链烷基苯磺酸	12.5	22.9	13.5
柠檬酸	3.9		1.7
C12-C18 脂肪酸	11.1	18	5.1
酶	3	1.2	3
硼酸	0.5		0.5
反式硫酸化的乙氧基化的己二胺季铵盐	3.25		1.2
PEI 600 EO20	1.25		1.2
二亚乙基三胺五亚甲基膦酸或 HEDP	1.6		0.85
荧光增白剂	0.2	0.3	0.14
氯化蓖麻油		0.2	
1,2-丙二醇	4.3	20.3	11.7
氢氧化钠		1.0	3.9
单乙醇胺	9.8	6.8	3.1
染料	存在	存在	存在
PDMS		2.15	
亚硫酸钾		0.2	
香料微胶囊* (以香料油表示)	1.6	1.5	1.4
香料	1.2	1.6	1.0
形成苯基硼酸			存在
水	至多 100	至多 100	至多 100

[0494] * 以 25-35% 活性物质浆液(水溶液)形式加入的微胶囊。芯/壁比率可在 80/20 至最多 90/10 范围内,并且平均粒径可在 5 μm 至 50 μm 范围内,并且可经由任何上述实施例纯化。适用于配制的示例性微胶囊提供于实施例 1 至 7 中。

[0495] ** 聚乙烯醇单位剂量 / 小袋中的低含水量液体洗涤剂

[0496] 实施例 18 :液体和凝胶洗涤剂

[0497] 表 1 (% 按重量计)

[0498]

成分	33	34	35
烷基苯磺酸	17.2	12.2	23
C12-14 醇 7- 乙氧基化物	8.6	0.4	19.5
C14-15 醇 8- 乙氧基化物		9.6	
-		-	

C12-14 醇 3- 乙氧基化硫酸盐, 钠盐	8.6 - -		
C8-10 烷基酰胺丙基二甲胺 - -			0.9
柠檬酸	2.9	4.0 -	
C12-18 脂肪酸	12.7	4.0	17.3
酶	3.5	1.1	1.4
乙氧基化聚亚胺	1.4 -		1.6
乙氧基化的聚亚胺聚合物, 季铵化的和硫酸化的	3.7	1.8	1.6
羟乙烷二膦酸 (HEDP)	1.4 - -		
五亚甲基三胺五膦酸 -		0.3 -	
儿茶酚 2,5 二磺酸钠盐	0.9 - -		
荧光增白剂	0.3	0.15	0.3
1,2 丙二醇	3.5	3.3	22
乙醇 -		1.4 -	
二甘醇 -		1.6 -	
1- 乙氧基戊醇	0.9 - -		

异丙基苯磺酸钠 -		0.5 -	
单乙醇胺(MEA)	10.2	0.8	8.0
MEA 硼酸盐	0.5	2.4 -	
氢氧化钠 -		4.6 -	
香料	1.6	0.7	1.5
如实施例 2 的香料微胶囊	1.1	1.2	0.9
水	22.1	50.8	2.9
香料、染料、各种微量组分	余量	余量	余量
在 $20s^{-1}$, 未稀释的粘度 (V_n) cps	2700	400	300

[0499] ** 以 25-35% 活性物质浆液(水溶液)形式加入的微胶囊。芯/壁比率可在 80/20 至最多 90/10 范围内, 并且平均粒径可在 $5\mu m$ 至 $50\mu m$ 范围内, 并且可经由任何上述实施例纯化。适用于配制的示例性微胶囊提供于实施例 1 至 7 中。

[0500] 实施例 19: 液体单位剂量

[0501] 下列是单位剂量施用的实施例, 其中所述液体组合物被包封在 PVA 薄膜内。用于本发明实施例中的优选薄膜是 $76\mu m$ 厚度的 MonosolM8630。

[0502]

	D			E		F		
	3 隔室			2 隔室		3 隔室		
隔室编号	42	43	44	45	46	47	48	49
剂量 (g)	34.0	3.5	3.5	30.0	5.0	25.0	1.5	4.0
成分	重量%							
直链烷基苯磺酸	20.0	20.0	20.0	10.0	20.0	20.0	25	30
烷基硫酸钠				2.0				
C ₁₂₋₁₄ 烷基-7-乙氧基化物	17.0	17.0	17.0		17.0	17.0	15	10
C ₁₂₋₁₄ 烷基-3-乙氧基硫酸盐	7.5	7.5	7.5			7.5	7.5	
柠檬酸	0.5		2.0	1.0				2.0
沸石 A				10.0				
C ₁₂₋₁₈ 脂肪酸	13.0	13.0	13.0		18.0	18.0	10	15
柠檬酸钠				4.0	2.5			
酶	0-3	0-3	0-3	0-3		0-3	0-3	0-3
过碳酸钠				11.0				
TAED				4.0				
聚羧酸酯				1.0				
乙氧基化的聚乙烯亚胺 ¹	2.2	2.2	2.2					
羟基乙烷二磷酸	0.6	0.6	0.6	0.5			2.2	
亚乙基二胺四(亚甲基膦酸)						0.4		
增白剂	0.2	0.2	0.2	0.3		0.3		
微胶囊**	0.4	1.2	1.5	1.3	1.3	0.4	0.12	0.2
水	9	8.5	10	5	11	10	10	9
CaCl ₂							0.01	
香料	1.7	1.7		0.6		1.5	0.5	
微量组分 (抗氧化剂、亚硫酸盐、美学)	2.0	2.0	2.0	4.0	1.5	2.2	2.2	2.0
缓冲剂 (氢氧化钠、单乙醇胺) ³	对于液体至 pH 8.0 对于粉末至 RA > 5.0							
溶剂 (1,2-丙二醇、乙醇), 硫酸盐	至 100p							

[0503] 1 聚氮丙啶 (MW=600), 每个 -NH 具有 20 个乙氧基化基团。

[0504] 3RA= 储备碱度 (g 氢氧化钠 / 剂量)

[0505] ** 以 25-35% 活性物质浆液 (水溶液) 形式加入的微胶囊。芯 / 壁比率可在 80/20 至最多 90/10 范围内, 并且平均粒径可在 5 μm 至 50 μm 范围内, 并且可经由任何上述实施例纯化。适用于配制的示例性微胶囊提供于实施例 1 至 7 中。

[0506] 实施例 20 : PMC 浆液的离心

[0507] 将实施例 1 香料微胶囊的 14 毫升含水悬浮液放置于 20 毫升离心管中。制备 6 个相同的此类管并置于成批离心机中 (IEC Centra CL2)。以 3800RPM 速率离心 20 分钟后, 取出离心管。将顶部微胶囊层与其余物质分离。该材料包含大约 20 重量 % 的水, 并可被掺入包含低水量的制剂中。

[0508] 本文所公开的量纲和值不旨在被理解为严格地限于所述的精确值。相反, 除非另

外指明,每个这样的量纲旨在表示所引用的值以及围绕该值的功能上等同的范围。例如,公开为“40mm”的量纲旨在表示“约 40mm”。

[0509] 在发明详述中引用的所有文件均在相关部分中以引用方式并入本文;对于任何文件的引用均不应当被解释为承认其是有关本发明的现有技术。当本文献中术语的任何含义或定义与以引用方式并入的文献中相同术语的任何含义或定义冲突时,将以赋予本文献中那个术语的含义或定义为准。

[0510] 尽管已用具体实施方案来说明和描述了本发明,但是对那些本领域的技术人员显而易见的是,在不背离本发明的精神和范围的情况下可作出许多其它的改变和变型。因此,所附权利要求书中旨在涵盖本发明范围内的所有这些改变和变型。