

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **034518**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

- (45) Дата публикации и выдачи патента
2020.02.17
- (21) Номер заявки
201891505
- (22) Дата подачи заявки
2016.12.02
- (51) Int. Cl. *C11D 3/12* (2006.01)
C11D 3/22 (2006.01)
C11D 3/37 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)

(54) **МИКРОКАПСУЛА, СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОКАПСУЛЫ И КОМПОЗИЦИЯ
ДЛЯ СТИРКИ, ВКЛЮЧАЮЩАЯ МИКРОКАПСУЛУ**

- (31) PCT/CN2015/098331; 16154262.6
(32) 2015.12.22; 2016.02.04
(33) CN; EP
(43) 2018.11.30
(86) PCT/EP2016/079570
(87) WO 2017/108376 2017.06.29
- (56) US-A1-2015191682
US-A1-2004071746
US-A1-2009275494
- (71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЮНИЛЕВЕР Н.В. (NL)
- (72) Изобретатель:
**Джонс Крейг Уоррен (GB), Ли
Чангкси, Пань Сяююнь, Ву Янь, Чжан
Юаньюань (CN)**
- (74) Представитель:
Воробьева Е.В., Фелицына С.Б. (RU)

-
- (57) Раскрыта микрокапсула, включающая полезный агент внутри нерастворимой в воде пористой внутренней оболочки и внешнюю оболочку, содержащую по меньшей мере один слой катионного полимера и по меньшей мере один слой анионного полимера, и неионное полисахаридное средство осаждения.

B1

034518

**034518
B1**

Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение относится к микрокапсуле, включающей полезные агенты для субстратов, к способам производства микрокапсулы и к композиции, включающей такую микрокапсулу. Такая частица может доставлять усиленное душистое вещество в ранние моменты обеспечения свежести для потребителей, в частности, когда бельё извлекают из стиральной машины.

Предшествующий уровень техники

Многие продукты бытовой химии и личной гигиены предназначены для доставки полезных агентов на субстраты, такие как текстиль, твердые поверхности, волосы и кожа. Для достижения долговременного характера высвобождения полезного агента предложено инкапсулирование полезного агента в частицах, в частности для парфюмерных веществ. При нанесении микрокапсула может отлагаться на субстраты, например на одежду, и разрушаться под действием давления и/или трения, когда потребитель одевается. Парфюмерное вещество высвобождается и обеспечивает превосходные сенсорные свойства для потребителей.

Однако другим важным моментом для потребителя, по меньшей мере, для моющих средств является момент, когда одежду извлекают из стиральной машины. Необходимо, чтобы парфюмерное вещество высвобождалось в этот момент, чтобы доставить удовольствие потребителю. Такая характеристика не будет достигаться при добавлении душистого вещества в детергенты без инкапсулирования, поскольку душистое вещество удаляется во время цикла полоскания.

Таким образом, мы считаем необходимой микрокапсулу, способную к инкапсулированию, когда микрокапсулы находятся в композиции для стирки, но отлагающуюся на ткань и высвобождающую полезный агент в процессе стирки и/или кондиционирования.

Таким образом, мы разработали микрокапсулу, включающую полезный агент внутри нерастворимой в воде пористой внутренней оболочки; внешнюю оболочку, включающую по меньшей мере один слой катионного полимера и по меньшей мере один слой анионного полимера и неионное полисахаридное средство осаждения. Было неожиданно установлено, что при включении в композицию для стирки полезный агент был инкапсулирован в микрокапсулы, и был способен высвободиться под действием разбавления композиции для стирки, которое имитирует процесс стирки и/или кондиционирования.

Изложение сущности изобретения

В первом аспекте изобретение направлено на микрокапсулу, включающую полезный агент внутри нерастворимой в воде пористой внутренней оболочки, внешнюю оболочку, содержащую по меньшей мере один слой из катионного полимера и по меньшей мере один слой из анионного полимера, и неионное полисахаридное средство осаждения.

Во втором аспекте настоящее изобретение направлено на способ получения микрокапсулы из настоящего изобретения, включающий: (i) инкапсулирование полезного агента в нерастворимой в воде пористой внешней оболочке; (ii) присоединение неионного полисахаридного средства осаждения на микрокапсуле; (iii) образование слоя катионного полимера и слоя анионного полимера без этапа разделения; и при необходимости повторение этапа (iii) без этапа разделения.

В третьем аспекте настоящее изобретение направлено на композицию для стирки, включающую микрокапсулу из настоящего изобретения, и по меньшей мере один сурфактант.

Все другие аспекты настоящего изобретения станут легко понятными из следующего подробного описания и примеров.

Подробное описание изобретения

За исключением примеров, или если явно не указано иное, все численные значения в настоящем описании, указывающие количества материала или условия реакции, физические свойства материалов и/или применение, могут при необходимости подразумевать модификацию термином "примерно".

Все количества приведены по массе композиции, если не указано иное.

Необходимо отметить, что при указании какого-либо диапазона величин любое конкретное верхнее значение может быть связано с любым конкретным нижним значением.

Во избежание неопределенности, термин "включающий" предназначен для обозначения "содержащий", но не обязательно "состоящий из" или "построенный из". Другими словами, перечисленные этапы или варианты не являются исчерпывающими.

Раскрытие изобретения в настоящей заявке должно рассматриваться как охватывающее все варианты осуществления, как изложено в формуле изобретения, как находящиеся во множественной зависимости, независимо от того факта, что формула изобретения может не содержать множественной зависимости или избыточности.

"Размер", как применяется в настоящей заявке, означает диаметр, если не указано иное. Для образцов, имеющих частицы с диаметром не более 1 мкм, диаметр означает z-средний размер микрокапсулы, измеренный, например, с применением динамического светорассеяния (см. международный стандарт ISO 13321) с таким прибором, как Zetasizer Nano™ (Malvern Instruments Ltd., Соединенное Королевство). Для образцов, имеющих частицы с диаметром больше 1 мкм, диаметр означает кажущийся объемный медианный диаметр (D50, также известный как $\times 50$ или иногда $d(0,5)$) микрокапсул, измеренный, напри-

мер, посредством лазерной дифракции с применением системы (такой, как Mastersizer™ 2000, поставляемой Malvern Instruments Ltd.), удовлетворяющей требованиям ISO 13320.

"Нерастворимый в воде", как применяется в настоящей заявке, означает, что растворимость в воде составляет меньше 1 г на 100 г воды, предпочтительно меньше 1 г на 1 кг воды при 25°C и атмосферном давлении.

Как правило, микрокапсула имеет средний размер от 0,6 до 40 мкм. Более предпочтительно, микрокапсула имеет средний размер от 2 до 32 мкм, еще более предпочтительно от 4 до 25 мкм и наиболее предпочтительно от 6 до 20 мкм.

Полезные агенты в соответствии с изобретением означают агенты, которые могут обеспечить ряд полезных эффектов для кожи и/или тканей, более предпочтительно для тканей, и наиболее предпочтительно для целлюлозных тканей, полиэфирных тканей, или их комбинаций. Полезный агент, как правило, присутствует в количестве 10-90% от общей массы микрокапсулы, более предпочтительно от 15 до 60% от общей массы микрокапсулы.

Полезные агенты могут включать душистое вещество, предшественник душистого вещества, ферменты, противовоспалительные агенты, флуоресцирующие вещества, красители для подцветки, пигменты, антимикробные агенты, или их смесь. Более предпочтительно, полезный агент включает душистое вещество и/или предшественник душистого вещества, и наиболее предпочтительно, полезным агентом является душистое вещество.

Подходящие компоненты душистого вещества включают материалы натурального или синтетического происхождения. Они включают отдельные соединения и смеси. Специфические примеры таких компонентов можно найти в современной литературе, например, в "Fenaroli's Handbook of Flavour Ingredients", 1975, CRC Press; "Synthetic Food Adjuncts", 1947 by M.B. Jacobs, edited by Van Nostrand; или "Fragrance and Flavour Chemicals" by S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (США). Эти вещества хорошо известны специалистам в области парфюмерии, ароматизации и/или ароматизирующих продуктов потребления, т.е. обеспечения запаха и/или запаха и вкуса продукта потребления, традиционно содержащего душистые или вкусоароматические вещества, или модификации запаха и/или вкуса указанного продукта потребления.

"Душистое вещество" в настоящем контексте означает не только полностью готовый продукт душистого вещества, но также избранные компоненты такого душистого вещества, в частности такие, которые склонны к исчезновению, как так называемые "верхние ноты".

Верхние ноты определены Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2): 80 [1955]). Примеры хорошо известных верхних нот включают цитрусовые масла, линалоол, линалилацетат, лаванду, дигидромирценол, розеноксид и цис-3-гексанол. Верхние ноты, как правило, составляют 15-25 мас.% душистой композиции, и в тех вариантах осуществления изобретения, которые содержат повышенные уровни верхних нот, подразумевается их присутствие в микрокапсуле в количестве по меньшей мере 20 мас.%.

Другой группой душистых веществ, которые могут применяться в настоящем изобретении, являются так называемые материалы для "ароматерапии". Они включают многие компоненты, также применяемые в парфюмерии, в том числе компоненты эфирных масел, такие как масло шалфея мускатного, эвкалипта, герани, лаванды, экстракт шелухи мускатного ореха, масло нероли, мускатного ореха, мяты кудрявой, листа фиалки душистой и валерианы.

Типичные душистые компоненты, которые предпочтительно применять в вариантах осуществления изобретения, включают те, которые имеют относительно низкую точку кипения, предпочтительно с точкой кипения меньше 300°C, предпочтительно 100-250°C, при измерении при одной атмосфере.

Также предпочтительно инкапсулировать душистые компоненты, имеющие низкое значение LogP (т.е. те, которые разделяются в воде), предпочтительно с LogP меньше 3,0.

Предшественник душистого вещества может быть, например, пищевым липидом. Пищевые липиды, как правило, содержат структурные единицы с выраженной гидрофобностью. Большинство липидов получают из жирных кислот. В этих "ацильных" липидах жирные кислоты преимущественно присутствуют в виде сложных эфиров, и включают моно-, ди-, триацилглицерины, фосфолипиды, гликолипиды, диоловые липиды, воски, стероловые сложные эфиры и токоферолы.

Душистое вещество, как правило, присутствует в количестве 10-85% от общей массы микрокапсулы, предпочтительно 15-75% от общей массы микрокапсулы. Душистое вещество, соответственно, имеет молекулярную массу от 50 до 500 Да. Предшественники душистых веществ могут иметь более высокую молекулярную массу, как правило, 1-10 кДа.

Для уточнения необходимо пояснить, что нерастворимая в воде пористая внутренняя оболочка образует полую сердцевину внутри внутренней оболочки, а микрокапсула включает полезный агент по меньшей мере в полую сердцевину. Пора, используемая в настоящей заявке, означает пору в стенке внутренней оболочки вместо полую сердцевину, образованной пористой внутренней оболочкой.

Предпочтительно, сердцевина включает по меньшей мере 5% ароматизатора по массе сердцевины, более предпочтительно от 10 до 100 мас.% сердцевины, еще более предпочтительно от 35 до 100 мас.% сердцевины.

Как правило, внутренняя оболочка имеет средний размер от 5 до 800 нм, более предпочтительно от 12 до 400 нм, еще более предпочтительно от 30 до 200 нм. Размер поры означает наибольшее измеряемое расстояние на поре. Средний размер может быть измерен, например, посредством сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) путем усреднения значения по меньшей мере десяти пор.

Внутренняя оболочка может включать неорганический материал, полимер или их смесь. Неорганический материал может быть выбран из глины, цеолита, диоксида кремния, аморфного силиката, кристаллического неслоистого силиката, слоистого силиката, кальция карбоната, натрия карбоната, содалита и фосфатов щелочных металлов. Как правило, полимер может быть биополимером и/или синтетическим полимером. Подходящий полимер может включать производное альгината, хитозана, коллагена, декстрана, желатина, целлюлозы, камеди, крахмала, поливинилпирролидона, поливинилового спирта, эфира целлюлозы, полистирола, полиакрилата, полиметакрилата, полиолефина, аминопластового полимера, полиакриламида, акрилат-акриламидного сополимера, меламин-формальдегидного конденсата, конденсата мочевины-формальдегида, полиуретана, полисилоксана, полимочевины, полиамида, полиимида, полиангирида, полиолефина, полисульфона, полисахарида, полилактида, полигликолида, полиортоэфира, полифосфазена, силикона, липида, полиэфира, этилен-малеинового ангидридного сополимера, стирол-малеинового ангидридного сополимера, этилен-винилацетатного сополимера, лактид-гликолидного сополимера или комбинаций этих материалов.

Предпочтительно, внутренняя оболочка включает полистирол, поливиниловый спирт, полиакрилат, полиметакрилаты, полиолефины, аминопластовый полимер, полиакриламид, акрилат-акриламидный сополимер, меламин-формальдегидный конденсат, конденсат мочевины-формальдегида, полиуретан, полимочевину, полисахарид, диоксид кремния, кальция карбонат, или их смесь. Более предпочтительно, внутренняя оболочка включает полистирол, модифицированный поливиниловый спирт, полиакрилат, полиметакрилат, полиолефин, аминопластовые полимеры, меламин-формальдегидный конденсат, конденсат мочевины-формальдегида, полиуретан, полимочевину, диоксид кремния, кальция карбонат, или их смесь. Еще более предпочтительно, внутренняя оболочка включает меламин-формальдегидный конденсат, полистирол, модифицированный поливиниловый спирт, полиолефин, полиуретан, полимочевину, диоксид кремния или их смесь. Еще более предпочтительно, внутренняя оболочка включает меламин-формальдегидный конденсат, полиуретан, полимочевину, диоксид кремния, модифицированный поливиниловый спирт или их смесь, и наиболее предпочтительно, внутренняя оболочка включает меламин-формальдегидный конденсат, диоксид кремния, или их смесь.

Как правило, катионный полимер выбран из полиаллиламина гидрохлорида, полиэтиленимина, поликватерниума-48, поликватерниума-49, поликватерниума-50, поливинилпирролидона, поли(L-лизина), хитозана, полидиаллилдиметиламмония хлорида, поликватерниума-39, и полигексаметиленбигуанидин гидрохлорида; более предпочтительно, катионный полимер выбран из полиаллиламина гидрохлорида, поли(этиленимина), поликватерниума-49, поли(L-лизина), поли(диаллилдиметиламмония хлорида), поликватерниума-39 и полигексаметиленбигуанидина гидрохлорида. Еще более предпочтительно, катионным полимером является поликватерниум-49 (PQ-49).

В некоторых вариантах осуществления, например, где микрокапсула включена в кондиционер для белья, предпочтительно, катионный полимер выбран из поликватерниума-48, поликватерниума-50 и поливинилпирролидона.

Предпочтительно, катионный полимер имеет средневесовую молекулярную массу от 10000 до 40000, более предпочтительно от 20000 до 250000, еще более предпочтительно от 30000 до 120000 и наиболее предпочтительно от 40000 до 100000.

Как правило, анионный полимер выбран из полистиролсульфоновой кислоты, гепарина, полиакриловой кислоты, альгината, карбоксиметилцеллюлозы, поливинилсульфоновой кислоты, полиметакриловой кислоты и арабийской камеди. Более предпочтительно, анионный полимер выбран из полистиролсульфоновой кислоты, гепарина, полиакриловой кислоты и альгината. Еще более предпочтительно, анионный полимер является полистиролсульфоновой кислотой.

Предпочтительно, анионный полимер имеет средневесовую молекулярную массу от 10000 до 30000, более предпочтительно от 15000 до 180000, еще более предпочтительно от 30000 до 120000, и наиболее предпочтительно от 40000 до 10000.

Наиболее предпочтительно, катионным полимером является поликватерниум-49, а анионным полимером является полистиролсульфоновая кислота. Предпочтительно, и поликватерниум-49, и полистиролсульфоновая кислота имеют средневесовую молекулярную массу от 40000 до 100000.

Предпочтительно, внешняя оболочка включает от 1 до 10 слоев катионного полимера и от 1 до 10 слоев анионного полимера. Более предпочтительно, внешняя оболочка включает от 1 до 4 слоев катионного полимера и от 1 до 4 слоев анионного полимера, и наиболее предпочтительно, внешняя оболочка включает от 2 до 3 слоев катионного полимера и от 2 до 3 слоев анионного полимера. Предпочтительно, слой анионного полимера является таким же, как слой катионного полимера.

Предпочтительные полисахаридные осаждающие полимеры могут быть выбраны из группы, состоящей из тамариндовой камеди (предпочтительно состоящей из ксилотрикановых полимеров), гуаровой камеди, камеди плодов рожкового дерева (предпочтительно состоящей из галактоманнановых поли-

меров) и других промышленных камедей и полимеров, которые включают камедь тары, пажитника, алоэ, шалфея испанского, семян льна, семян подорожника, семян айвы, ксантановую камедь, геллановую, велановую, рамзановую камедь, декстран, курдлан, пуллулан, склероглюкан, шизофиллан, хитин, гидроксиалкилцеллюлозу, арабинан (предпочтительно из сахарной свеклы), девятвенный арабинан (предпочтительно из сахарной свеклы), арабиноксилан (предпочтительно из ржаной и пшеничной муки), галактан (предпочтительно из люпина и картофеля), пектиновый галактан (предпочтительно из картофеля), галактоманнан (предпочтительно из рожкового дерева, включая и низкую, и высокую вязкость), глюкоманнан, лихенан (предпочтительно из исландского мха), маннан (предпочтительно из плодов фителефаса), пахиман, рамногалактуронан, арабийскую камедь, агар, альгинаты, каррагинин, хитозан, клаван, гиалурионовую кислоту, гепарин, инулин, целлодекстрины, целлюлозу, производные целлюлозы и их смеси, но не ограничиваются ими.

Предпочтительно, полисахарид является целлюлозой, производным целлюлозы, или другим β -1,4-связанным полисахаридом, обладающим аффинностью к целлюлозе, предпочтительно маннаном, глюкоманном, глюкоманнаном, ксилоглюканом, галактоманнаном и их смесями. Более предпочтительно, полисахарид выбран из группы, состоящей из ксилоглюкана и галактоманнана. Наиболее предпочтительно, осаждающим полимером является камедь плодов рожкового дерева, ксилоглюкан, гуаровая камедь или их смеси.

Альтернативно или в дополнение, полисахариды могут быть выбраны из группы, состоящей из гидроксипропилцеллюлозы, гидроксипропилметилцеллюлозы, гидроксипропилметилцеллюлозы, гидроксипропилгуара, гидроксипропилметилцеллюлозы и метилцеллюлозы.

Предпочтительно, полисахарид имеет только β -1,4 связи в полимерном каркасе.

Предпочтительная молекулярная масса полисахаридного средства осаждения находится в диапазоне примерно от 5 до 500 кДа, предпочтительно от 10 до 500 кДа, более предпочтительно от 20 до 300 кДа. Предпочтительно, средство осаждения присутствует на таком уровне, что отношение полимер:твердые вещества микрокапсулы находится в диапазоне от 1:500 до 3:1, предпочтительно от 1:200 до 3:1.

Средство осаждения предпочтительно связано с внутренней оболочкой, более предпочтительно посредством ковалентной связи, переплетения и/или сильной адсорбции, еще более предпочтительно путем ковалентной связи и/или переплетения и наиболее предпочтительно путем ковалентной связи и переплетения. Важно, чтобы средство осаждения не удалялось водой из микрокапсулы, поскольку оно не сможет эффективно действовать как средство доставки. Переплетение, как применяется в настоящей заявке, означает, что средство осаждения адсорбируется на микрокапсуле, когда происходит полимеризация и размер микрокапсулы увеличивается. Считается, что в таких условиях часть адсорбированного средства осаждения становится скрытым во внутренней части микрокапсулы. Таким образом, в конце полимеризации часть средства осаждения улавливается и связывается в полимерном матриксе микрокапсулы, в то время как оставшаяся часть свободна для распространения в водной фазе.

Микрокапсула может быть приготовлена любым подходящим способом. Однако предпочтительно способ включает:

- (i) инкапсулирование полезного агента внутри нерастворимой в воде пористой внутренней оболочки;
- (ii) присоединение неионного полисахаридного средства осаждения на микрокапсуле;
- (iii) образование слоя катионного полимера и слоя анионного полимера без этапа разделения; и при необходимости, повторение этапа (iii) без этапа разделения.

На этапе (i) полезный агент может быть инкапсулирован при образовании капсулы, имеющей внутреннюю оболочку. Альтернативно, могут быть образованы капсулы, имеющие внутреннюю оболочку, которые не содержат полезный агент (полая пористая капсула), а затем подвергнуты воздействию полезного агента, который может быть адсорбирован внутри полой сердцевины.

Предпочтительно, чтобы слой катионного полимера формировался первым в случае, когда пористая оболочка отрицательно заряжена, и наоборот. Далее, полимерный слой с противоположным зарядом может быть образован после формирования первого полимерного слоя. Когда образуется слой полимера, полимер предпочтительно находится в форме водного раствора. Для ясности, "без этапа разделения" означает, что не имеется этапа разделения между образованием противоположно заряженных полимерных слоев.

Композиции готового продукта из настоящего изобретения могут быть в любой физической форме, но предпочтительно в виде жидкости на основе воды. Микрокапсулы из изобретения могут быть предпочтительно включены в композиции для стирки и/или для личной гигиены, но предпочтительно в композицию для стирки. Композиция для стирки предпочтительно является водным детергентом для стирки или водным кондиционером для белья. Композиция для личной гигиены предпочтительно является композицией, очищающей кожу, содержащей очищающий сурфактант. Предпочтительно, композиция включает воду в количестве по меньшей мере 5% от массы композиции, более предпочтительно по меньшей мере 15% и еще более предпочтительно по меньшей мере 30% от массы композиции.

Как правило, композиция для стирки или личной гигиены включает микрокапсулы на уровне от 0,001 до 10%, более предпочтительно от 0,005 до 7,55%, более предпочтительно от 0,01 до 5% и наибо-

лее предпочтительно от 0,1 до 2 мас.% всей композиции.

Композиция предпочтительно включает очищающий сурфактант, соединение - кондиционер для белья или их смесь. Более одного очищающего сурфактанта может быть включено в композицию. Очищающий сурфактант может быть выбран из мыла, немыльного анионного, катионного, неионного, амфотерного и цвиттерионного сурфактанта и их смесей. Многие подходящие поверхностно-активные соединения доступны и полностью описаны в литературе, например в "Surface-Active Agents and Detergents", Volumes I and II, by Schwartz, Perry and Berch. Предпочтительными поверхностно-активными соединениями, которые можно применять, являются мыла, немыльный анионный, неионный сурфактант или их смесь.

Подходящие немыльные анионные сурфактанты включают линейный алкилбензолсульфонат, первичные и вторичные алкилсульфаты, в частности, C₈-C₁₅ первичные алкилсульфаты; алкилэфирсульфаты; олефинсульфонаты; алкилсилолсульфонаты; диалкилсульфосукцинаты; сульфонаты сложных эфиров жирных кислот; или их смесь. Как правило, предпочтительными являются натриевые соли.

Наиболее предпочтительным немыльным анионным сурфактантом является линейный алкилбензолсульфонат, в частности линейные алкилбензолсульфонаты, имеющие длину алкильной цепи от C₈ до C₁₅. Предпочтительно, уровень линейного алкилбензолсульфоната составляет от 0 до 30 мас.%, более предпочтительно от 1 до 25 мас.%, наиболее предпочтительно от 2 до 15 мас.% по массе всей композиции.

Неионные сурфактанты, которые можно применять, включают этоксилаты первичных и вторичных спиртов, особенно C₈-C₂₀ алифатические спирты, этоксилированные в среднем с 1-20 моль этиленоксида на моль спирта, и особенно C₁₀-C₁₅ первичные и вторичные алифатические спирты, этоксилированные в среднем с 1-10 моль этиленоксида на моль спирта. Неэтоксилированные неионные сурфактанты включают алкилполигликозиды, глицериновые моноэфиры и полигидроксиамиды (глюкамид). Предпочтительно, уровень неионного сурфактанта составляет от 0 до 30 мас.%, предпочтительно от 1 до 25 мас.%, наиболее предпочтительно от 2 до 15 мас.% по массе полностью сформированной композиции, включающей микрокапсулы из настоящего изобретения.

Также можно включать определенные моноалкильные катионные сурфактанты. Катионные сурфактанты, которые можно применять, включают четвертичные аммонийные соли общей формулы R¹R²R³R⁴N⁺ X⁻, где R группы являются длинными или короткими углеводородными цепями, как правило, алкильными, гидроксиалкильными или этоксилированными алкильными группами, а X является противоионом (например, соединения, в которых R¹ является C₈-C₂₂ алкильной группой, предпочтительно C₈-C₁₀ или C₁₂-C₁₄ алкильной группой, R² является метильной группой, а R³ и R⁴, которые могут быть одними и теми же или разными, являются металльными или гидроксиэтильными группами); и катионные сложные эфиры (например, холиновые сложные эфиры).

Можно применять любое обычное соединение - кондиционер для белья. Кондиционирующее соединение может быть катионным или неионным. Если соединение - кондиционер для белья можно применять в основной моющей композиции для стирки, соединение, как правило, является неионным. Для применения в фазе полоскания, как правило, оно является катионным. Оно может, например, применяться в количествах от 0,5 до 35%, предпочтительно от 1 до 30%, более предпочтительно от 3 до 25 мас.% полностью сформированной композиции, включающей микрокапсулы из изобретения.

Соединения - кондиционеры для белья предпочтительно являются соединениями, обеспечивающими отличное смягчение, и характеризуются температурой Lβ-Lα перехода плавления цепей больше 25°C, предпочтительно больше 35°C, наиболее предпочтительно больше 45°C. Этот Lβ-Lα переход можно измерить посредством дифференциальной сканирующей калориметрии, как определено в "Handbook of Lipid Bilayers", D. Marsh, CRC Press, Boca Raton, Florida, 1990 (pages 137 and 337).

Подходящими катионными соединениями - кондиционерами для белья являются, по существу, нерастворимые в воде четвертичные аммонийные материалы, включающие единичную алкильную или алкенильную длинную цепь, имеющую среднюю длину цепи, равную или превышающую C₂₀, или более предпочтительно, соединения, включающие полярную концевую группу и две алкильных или алкенильных цепи, имеющих среднюю длину цепи, равную или превышающую C₁₄. Предпочтительно, соединения для смягчения ткани имеют две длинные алкильных или алкенильных цепи, каждая из которых имеет среднюю длину цепи, равную или превышающую C₁₆. Наиболее предпочтительно, по меньшей мере 50% длинноцепочечных алкильных или алкенильных групп имеют длину цепи C₁₈ или больше. Предпочтительно, длинноцепочечные алкильные или алкенильные группы соединения, смягчающего ткань, являются преимущественно линейными. По существу, нерастворимые в воде соединения, смягчающие ткань, определяются как соединения, смягчающие ткань, имеющие растворимость меньше 1×10⁻³ мас.% в деминерализованной воде при 20°C. Предпочтительно, агент для кондиционирования белья имеет растворимость меньше 1×10⁻⁴ мас.%, более предпочтительно от менее чем 1×10⁻⁸ мас.% до 1×10⁻⁶ мас.%.

Четвертичные аммонийные соединения, имеющие две длинноцепочечных алифатических группы, например дистеарилдиметиламмония хлорид и ди(твердый таллоу-алкил)диметиламмония хлорид, широко применяются в коммерческих композициях кондиционеров для полоскания.

Предпочтительно, четвертичный аммонийный материал является биodeградируемым.

Композиции, включающие микрокапсулы в соответствии с изобретением, могут также подходящим образом содержать отбеливающее соединение. Подходящие пероксидные отбеливающие соединения включают органические пероксиды, такие как мочевины пероксид, и неорганические персоли, такие как пербораты, перкарбонаты, перфосфаты, персиликаты и персульфаты щелочных металлов. Предпочтительными неорганическими персолями являются натрия перборат моногидрат и тетрагидрат, и натрия перкарбонат. Особо предпочтительным отбеливающим соединением является натрия перкарбонат, предпочтительно имеющий защитную оболочку против дестабилизации под действием влаги.

Пероксидное отбеливающее соединение подходящим образом присутствует в полностью сформированном продукте в количестве от 0,1 до 35 мас.%, предпочтительно от 0,5 до 25 мас.%.

Полностью сформированная композиция может также содержать один или несколько ферментов.

Подходящие ферменты включают протеазы, амилазы, целлюлазы, оксидазы, пероксидазы и липазы, пригодные для включения в моющие композиции. Предпочтительные протеолитические ферменты (протеазы) являются каталитически активными белковыми материалами, которые разрушают или изменяют белковые типы пятен на белье в реакции гидролиза. Они могут быть любого подходящего происхождения, такого как растительное, животное, бактериальное или дрожжевое происхождение.

Композиции из изобретения могут содержать щелочной металл, предпочтительно натрия карбонат, для повышения моющей способности и облегчения обработки. Натрия карбонат может соответственно присутствовать в полностью сформированных продуктах в количествах в диапазоне от 1 до 60 мас.%, предпочтительно от 2 до 40 мас.%.

Полностью сформированная моющая композиция при разбавлении в моющем растворе (во время типичного цикла стирки), как правило, дает pH моющего раствора от 7 до 10,5 для основного моющего детергента.

Изобретение далее описано со ссылкой на следующие не ограничивающие примеры.

Примеры

Материалы.

Таблица 1. Катионные полимеры и анионные полимеры

Наименование полимера	Аббревиатура	Поставщик
Поли(аллиламингидрохлорид)	PAH	Aldrich
Поли(этиленимин) (молекулярная масса 750 000)	PEI	BASF
Поликватерниум-48	PQ-48	GOO Chemical
Поликватерниум -49	PQ-49	GOO Chemical
Поликватерниум -50	PQ-50	GOO Chemical
Поливинилпирролидон-K30	PVP	Sinopharm Chemical Reagent
Поли(L-лизин)	PLL	Beijing ShiJi WenCai Technology
Хитозан (молекулярная масса 3 000)	CHI	Aldrich
Поли(диаллилдиметиламмония хлорид)	PDDA	Aldrich
Merquat Plus 3330 (Поликватерниум-39)	PQ-39	Lubrizol
Полигексаметиленбигуанидина гидрохлорид	PHBH	Suning chemicals
Поли(стиролсульфоновой кислоты) натриевая соль (молекулярная масса ~70,000)	PSS	Alfa Asear
Гепарин натрия (Серия №: 63007101)	HEP	Wokai
Пол(акриловой кислоты) натриевая соль (молекулярная масса ~60 000)	PAA	Polysciences
Карбоксиметилцеллюлозы натриевая соль (молекулярная масса ~90 000)	CMC	Acros
Натрия альгинат (Серия №: 4502229437)	ALG	Danisco
Поли(винилсульфоновой кислоты натриевая соль)	PVS	Aldrich
Поли(метакриловая кислота) (молекулярная масса ~100 000)	PMA	Polysciences
Порошок аравийской камеди (Серия №: 69012480)	GAP	Sinopharm

Таблица 2. Состав модельного парфюмерного соединения (показывающая ингредиент, поставщика и количество)

Ингредиент	Количество (масс.% от общей парфюмерной композиции)	Поставщик
Линалоол	60%	Fluka
Бензилацетат	30%	TCI
Лимонен	10%	TCI

Пример 1.

Этот пример демонстрирует влияние слоя катионного полимера на инкапсулирование и активность высвобождения душистого вещества.

а) Приготовление кондиционеров для белья и жидких детергентов для стирки.

Модельный кондиционер для белья и модельный жидкий детергент для стирки формировали путем следующих стандартных процедур. Модельные кондиционеры для белья со значением pH 2,9 содержали 3,9 мас.% ненасыщенного ТЕА четвертичного аммония (Stepantex SP88-2 ex. Stepan), 0,57 мас.% цетеарилового спирта и были уравновешены водой. Модельный жидкий детергент для стирки содержал 11,2 мас.% линейной алкилбензолсульфоновой кислоты, 8,4 мас.% NEODOL 25-7 (от Shell), 8,4 мас.% натрия лаурилэфирсульфата (ЗЕО), 8,0 мас.% монопропиленгликоля и был уравновешен водой.

Разбавленный кондиционер для белья и разбавленный жидкий детергент для стирки готовили путем разбавления модельного кондиционера для белья и модельного жидкого детергента для стирки в 600 раз соответственно.

б) Приготовление микрокапсулы, доставляющей парфюмерное вещество.

Пористые микрокапсулы из диоксида кремния, инкапсулирующие модельное парфюмерное вещество, готовили посредством процедур, описанных ниже. Предварительно смешивали 0,2 мл тетраэтилортосиликата и 1,0 мл модельного парфюмерного вещества. Затем предварительную смесь добавляли в 60 г 0,5 мас.% раствора Tween 80 и гомогенизировали при 7200 об/мин в течение 20 мин при комнатной температуре. Значение pH смеси устанавливали и поддерживали примерно равным 3 и оставляли для затвердевания при перемешивании при 200 об/мин в течение ночи. Затем получали суспензию из пористых микрокапсул из диоксида кремния, инкапсулирующих модельное парфюмерное вещество.

Дзета-потенциал микрокапсул из диоксида кремния измеряли с помощью анализатора дзета-потенциала (Zetasizer Nano ZS90, Malvern, США) при 25°C. Микрокапсулы диспергировали в воде с содержанием твердого вещества 50 ч./млн, и pH дисперсии доводили примерно до 7 для измерения. Каждое испытание проводили три раза. Дзета-потенциал микрокапсулы из диоксида кремния составил около -10 мВ.

Пористые микрокапсулы из диоксида кремния покрывали катионным полимером следующим образом. Готовили 0,007 г/мл раствор катионного полимера, содержащий 0,5М натрия хлорида, и доводили значение pH раствора до 3. Затем добавляли 1 мл раствора катионного полимера со скоростью 0,2 мл/мин в 6 мл вышеуказанной суспензии микрокапсул из диоксида кремния при перемешивании при 200 об/мин. Затем смесь перемешивали при комнатной температуре в течение ночи для получения микрокапсулы из диоксида кремния, покрытой катионным полимером.

в) Оценка утечки парфюмерного вещества.

Утечку парфюмерного вещества оценивали в различных композициях для стирки для имитации процесса стирки/кондиционирования. Суспензию микрокапсул, содержащую 20 мкл модельного парфюмерного вещества, добавляли на 2,0 г композиции для стирки в стеклянном флаконе для образования смеси. Стеклянный флакон вращали при 30 об/мин в течение 5 мин. Затем смесь фильтровали с применением мембранного фильтра с диаметром 1,2 мкм. Использовали 5,0 мл ацетона для экстракции модельного парфюмерного вещества в 0,1 г фильтра. Количество экстрагированного модельного парфюмерного вещества (A1) из смеси в ацетоновом экстракте измеряли посредством метода газовой хроматографии - масс-спектрометрии. Количество утечки парфюмерного средства (A2) также измеряли с помощью той же самой процедуры, за исключением того, что использовали смесь из 20 мкл модельного парфюмерного вещества с водой в том же количестве, как для суспензии микрокапсул, вместо суспензии микрокапсул.

Утечку парфюмерного вещества в определенных композициях для стирки рассчитывали по формуле $A1/A2 \times 100\%$. Значения были получены при расчете средней величины по результатам пяти испытаний и выражены в виде среднего значения \pm среднеквадратическое отклонение. Для свободного парфюмерного вещества значение означает

$$[1 \pm (\text{среднеквадратическое отклонение } A2) / \text{среднее значение } A2] \times 100\%$$

Результаты показаны в табл. 3.

Таблица 3

Образец	Утечка парфюмерного средства (%)			
	Кондиционер для белья	Разбавленный кондиционер для белья	Жидкий детергент для стирки	Разбавленный жидкий детергент для стирки
<i>Свободное парфюмерное вещество</i>	100,0±0,2	100,0±0,2	100,0±0,2	100,0±5,0
<i>Диоксид кремния</i>	97,1±10,0	88,8±0,2	88,1±2,0	104,6±3,0
<i>Диоксид кремния-РАН</i>	82,6±13,3	77,8±0,4	67,5±7,0	89,7±0,4
<i>Диоксид кремния-РЕІ</i>	83,7±15,6	80,7±9,4	74,3±3,0	82,3±2,0
<i>Диоксид кремния-РQ-48</i>	79,6±7,8	86,8±5,2	87,6±16,0	72,7±5,0
<i>Диоксид кремния-РQ-49</i>	91,8±5,6	73,4±7,3	65,3±11,0	108,0±3,0
<i>Диоксид кремния-РQ-50</i>	87,1±1,1	82,4±6,3	90,0±2,0	80,2±4,0
<i>Диоксид кремния-РVP</i>	65,9±2,2	92,6±13,5	78,7±1,0	59,9±1,4
<i>Диоксид кремния-PLL</i>	82,1±6,7	77,8±3,8	73,1±0,8	97,8±3,0
<i>Диоксид кремния-СНІ</i>	87,1±12,2	58,2±6,3	74,2±0,6	95,0±8,9
<i>Диоксид кремния-PDDA</i>	74,5±7,8	76,6±3,8	78,4±20,0	96,6±0,4
<i>Диоксид кремния-РQ-39</i>	84,6±5,6	82,5±4,6	61,8±1,6	72,6±0,8
<i>Диоксид кремния-РНВН</i>	85,2±1,6	70,4±9,4	80,0±1,0	83,7±0,6

Необходимо отметить, что более низкая утечка парфюмерного вещества в исходной композиции для стирки означает лучшее инкапсулирование, а более высокая утечка парфюмерного вещества в разбавленной композиции для стирки означает лучшее высвобождение парфюмерного вещества при стирке или кондиционировании. Таким образом, необходимо иметь более низкую утечку парфюмерного вещества в исходной композиции для стирки, но более высокую утечку парфюмерного вещества в разбавленной композиции для стирки. Как можно видеть из табл. 3, Диоксид кремния-РАН, Диоксид кремния-РЕІ, Диоксид кремния-РQ-49, Диоксид кремния-PLL, Диоксид кремния-PDDA, Диоксид кремния-РQ-39, Диоксид кремния-РНВН имели хорошую активность и в кондиционере для белья, и в жидком детергенте для стирки. Диоксид кремния-РQ-49 имел наилучшую активность в жидком детергенте для стирки.

Пример 2.

Этот пример демонстрирует влияние анионного полимера на инкапсулирование и активность высвобождения душистого вещества.

а) Приготовление кондиционеров для белья и жидких детергентов для стирки.

Кондиционеры для белья и жидкие детергенты для стирки готовили таким же образом, как описано в примере 1(а).

б) Приготовление капсулы, доставляющей парфюмерное вещество.

Микрокапсулы из меламина-формальдегида (МФ), инкапсулирующие модельное парфюмерное вещество, готовили посредством процедур, описанных далее. 0,533 г 10 мас.% водной дисперсии меламина-формальдегида (от Wuhan Huake New Material Co., LTD) и 20 мкл модельного парфюмерного вещества объединяли и перемешивали при 500 об/мин в течение 15 мин, а затем выдерживали в течение ночи для получения суспензии МФ микрокапсул, содержащих парфюмерное вещество. Зета-потенциал МФ, измеренный с применением того же способа, как в примере 1, составил около +10 мВ.

Затем МФ микрокапсулу покрывали анионным полимером посредством процедуры, описанной далее. Суспензию МФ микрокапсул объединяли с 1 мл водной дисперсии анионного полимера 5,33 мг/мл при перемешивании для получения МФ микрокапсулы с инкапсулированным модельным парфюмерным веществом внутри.

с) Оценка утечки парфюмерного вещества.

Утечку парфюмерного вещества анализировали таким же способом, как описано в примере 1(с), за тем исключением, что микрокапсулами, доставляющими парфюмерное вещество, были микрокапсулы, приготовленные в примере 2(б). Результаты были получены путем определения среднего значения от пяти испытаний, и выражены таким образом, как в примере 1, и показаны в табл. 4.

Таблица 4

Образцы	Утечка парфюмерного вещества (%)			
	Модельный кондиционер для белья	Разбавленный модельный кондиционер для белья	Жидкий детергент для стирки	Разбавленный жидкий детергент для стирки
<i>Свободное парфюмерное вещество</i>	100,0±6,0	100,0±7,0	100,0±19,6	100,0±5,1
<i>МФ</i>	80,7±6,8	108,1±2,4	89,8±6,9	93,6±3,5
<i>МФ-PSS</i>	32,4±0,9	109,1±11,0	75,7±22,5	103,8±9,2
<i>МФ-HEP</i>	30,1±1,7	111,4±0,6	71,4±20,6	95,4±4,2
<i>МФ-РАА</i>	32,0±0,9	115,3±4,6	74,8±15,7	93,8±3,2
<i>МФ-СМС</i>	29,7±4,3	114,7±5,0	76,2±2,0	67,3±4,4
<i>МФ-ALG</i>	41,7±0,9	109,1±9,6	80,1±3,5	87,5±0,4
<i>МФ-PVS</i>	31,9±0,2	106,4±2,0	86,8±5,1	100,5±10,6
<i>МФ-РМА</i>	32,2±4,3	108,1±2,0	89,8±10,8	83,0±0,2
<i>МФ-GAP</i>	39,5±0,3	120,7±7,6	86,5±9,8	91,2±4,1

Как можно видеть из табл. 4, все частицы имели хорошую активность для кондиционера для белья. МФ-PSS, МФ-HEP, МФ-РАА, МФ-ALG имели лучшую активность в жидком детергенте для стирки.

Пример 3.

Этот пример демонстрирует влияние слоев на инкапсулирование и активность высвобождения душистого вещества.

а) Приготовление жидких детергентов для стирки и пористых микрокапсул из диоксида кремния.

Жидкие детергенты для стирки и суспензию пористых микрокапсул из диоксида кремния, инкапсулирующих модельное парфюмерное вещество, готовили таким же образом, как описано в примере 1.

б) Покрытие из катионного полимера и анионного полимера.

Пористые микрокапсулы из диоксида кремния покрывали катионным полимером и анионным полимером с помощью процедур, описанных далее. 0,5 мл водного раствора PQ-49 (14 мг/мл) добавляли по каплям в 5 мл суспензии микрокапсул из диоксида кремния при перемешивании со скоростью 200 об/мин со скоростью подачи 0,25 мл/мин. После непрерывного перемешивания при 200 об/мин в течение 1 ч получали пористые микрокапсулы из диоксида кремния, покрытые одним слоем катионного полимера. Затем 0,5 мл водного раствора PSS (14 мг/мл) добавляли по каплям в суспензию микрокапсул из диоксида кремния, покрытых катионным полимером при перемешивании при 200 об/мин со скоростью дозирования 0,25 мл/мин. Затем смесь перемешивали при 200 об/мин в течение еще 1 ч для получения покрытия из слоя PSS. Процесс нанесения слоя повторяли, соответственно, для получения необходимых полимерных слоев.

Дзета-потенциал микрокапсул анализировали в соответствии с тем же способом, который описан в примере 1.

с) Оценка утечки парфюмерного вещества.

Утечку парфюмерного вещества анализировали таким же образом, как описано в примере 1(с), за тем исключением, что микрокапсулы, доставляющие парфюмерное вещество, были микрокапсулами, приготовленными в примере 3. Результаты были получены путем определения среднего значения от пяти испытаний, и выражены таким образом, как в примере 1, и показаны в табл. 5.

Таблица 5

Образцы	Дзета-потенциал (мВ)	Утечка парфюмерного вещества (%)	
		Жидкий детергент для стирки	Разбавленный жидкий детергент для стирки
<i>Свободное парфюмерное вещество</i>	---	100,0±6,5	100,0±4,2
<i>Микрокапсула из диоксида кремния</i>	-13	89,9±0,1	68,7±8,8
<i>Диоксид кремния-(PQ-49)</i>	+37	93,3±9,9	52,5±5,2
<i>Диоксид кремния-(PQ-49)-PSS</i>	-21	84,8±3,4	68,0±6,3
<i>Диоксид кремния-PQ-49-PSS-PQ-49</i>	+26	77,2±11,6	37,6±6,4
<i>Диоксид кремния-(PQ-49-PSS)₂</i>	-25	52,7±4,6	65,5±8,2
<i>Диоксид кремния-(PQ-49-PSS)₂-PQ-49</i>	+15	50,5±14,0	44,2±7,7

Как можно видеть из табл. 5, Диоксид кремния-(PQ-49)-PSS, Диоксид кремния-PQ-49-PSS-PQ-49, Диоксид кремния-(PQ-49-PSS)₂, Диоксид кремния-(PQ-49-PSS)₂-PQ-49 обладали лучшей активностью, чем микрокапсула из диоксида кремния в жидком детергенте для стирки.

Пример 4.

Этот пример демонстрирует активность микрокапсул из настоящего изобретения.

а) Приготовление моющей жидкости.

Моющую жидкость формировали посредством следующих стандартных процедур. Готовили моющую жидкость, содержащую 0,00847 мас.% NEODOL 25-7 (от Shell), 0,0847 мас.% додецилбензолсульфоновой кислоты, 0,755 мас.% натрия карбоната, 0,242 мас.% натрия гидрокарбоната, 0,23 мас.% натрия сульфата и уравнивали водой.

б) Приготовление МФ микрокапсулы, содержащей парфюмерное вещество.

7,7 г 37% водного раствора формальдегида растворяли в 44 г деионизированной воды. Доводили pH до 8,9 с применением натрия карбоната. Затем добавляли 3,9 г меламина и 0,25 г натрия хлорида. Смесь перемешивали при комнатной температуре (около 20°C) в течение 10 мин, а затем нагревали до 62°C при непрерывном перемешивании, пока смесь не становилась прозрачной, что указывало на завершение реакции оксиметилирования. Готовый продукт (также называемый предварительным полимерным раствором) был в водном растворе из комплексной смеси меламина, оксиметилированного до разной степени, с содержанием твердых веществ 23,2 мас.%.

130,7 г воды добавляли к предварительному полимерному раствору, а затем нагревали до 75°C. Значение pH раствора быстро доводили до 4,1 с применением муравьиной кислоты, а затем гомогенизировали при 6000-7000 об/мин. Добавляли 20,3 мл коммерческого парфюмерного вещества в течение 10 с и смесь гомогенизировали при 6000-7000 об/мин в течение 8 мин с последующим перемешиванием при 400 об/мин при 75°C в течение 3 ч и давали остыть при перемешивании. Наконец, доводили значение pH до 7 с помощью натрия карбоната.

Твердые вещества экспериментальной микрокапсулы при измерении составили 13,8%, а содержание парфюмерного вещества составило 10,4%.

с) Прививка ксилоглюкана (xgl) на МФ капсулу.

60 г суспензии МФ капсул (с содержанием твердых веществ 15%) смешивали с 18,6 г 1% водного раствора ксилоглюкана, а затем добавляли 13 г деионизированной воды. Затем смесь нагревали и выдерживали при 75°C. Затем добавляли 12 г предварительного полимерного раствора, затем доводили pH до 4 муравьиной кислотой при непрерывном перемешивании при 400 об/мин при 75°C в течение 3 ч. Смеси давали остыть при перемешивании и окончательное значение pH смеси доводили до 7 натрия карбонатом.

Ксилоглюкан также прививали на коммерческую МФ капсулу (Asteroid Cap Det B71, Givauden) схожим способом.

д) Послойное нанесение покрытия из катионного полимера и анионного полимера.

Покрытия из катионного полимера и анионного полимера наносили способом, подобным описанному в примере 3b, за тем исключением, что концентрации полимерных растворов составили 10 мг/мл, и раствор содержал 0,5M NaCl.

е) Оценка доставки парфюмерного вещества.

Четыре куска хлопчатобумажной простыни (4×4 см) промывали 12,5 мл моющей жидкости (которая содержала 0,1% капсулы, 5 мл отбирали отдельно и маркировали как "WLB" в машине (Анализатор цветостойкости SDL Atlas M228 Rotawash (Rock Hill, США) при 40°C в течение 40 мин. Затем отбирали 5 мл воды и маркировали как "WLM" и удаляли оставшуюся моющую жидкость. Хлопчатобумажную простыню отжимали вручную для удаления избытка жидкости, и помещали назад в машину, и промывали 12,5 мл деионизированной воды при 40°C в течение 10 мин. Отбирали 5 мл воды и маркировали как "WLR".

Мутность образцов WLB, WLM и WLR измеряли с помощью УФ-Виз спектрофотометра (Cary 100, Agilent) с длиной волны 400 нм. Отношение осаждения рассчитывали по формуле

$$\frac{(\text{Мутность}_{\text{WLB}} - \text{Мутность}_{\text{WLM}} - \text{Мутность}_{\text{WLR}})}{\text{Мутность}_{\text{WLB}}} \times 100\%$$

Параллельно куски хлопчатобумажной простыни стирали таким же способом и отжимали для удаления избытка воды. Затем интенсивность парфюмерного вещества на хлопчатобумажной простыне оценивали путем метода парофазной газовой хроматографии - масс-спектрометрии. Данные были получены путем определения среднего значения по результатам пяти испытаний, и выражены таким же образом, как в примере 1, и показаны в табл. 6.

Таблица 6

Микрокапсула	Отношение осаждения	Доставка парфюмерного вещества		
		Тетра-гидролиналоол	Delta Damascibe	Лилиаль
Коммерческий МФ-xgl	30,0	100,0 ± 10,0	100,0 ± 10,0	100,0 ± 5,5
МФ-(PSS-PQ-49) ₂ -xgl	44,2	38,7 ± 6,5	246,4 ± 25,7	158,5 ± 23,3

Пример 5.

Этот пример демонстрирует активность микрокапсул из настоящего изобретения при оценке потребителем.

Приготовление микрокапсул (МФ-xgl и МФ-(PSS-PQ-49)₂-xgl) проводили таким же образом, как в примере 4, за тем исключением, что МФ готовили своими силами для обеих частиц.

Анализ активности микрокапсул проводили в слепом панельном испытании при прямом сравнении,

где потребитель оценивал интенсивность парфюмерного вещества для хлопчатобумажных простыней, выстиранных либо составом, содержащим контрольную микрокапсулу (МФ-хгл), либо тем же самым составом, но содержащим микрокапсулу (МФ-(PSS-PQ-49)₂-хгл) в соответствии с изобретением.

Потребители свободно выбирали, какое парфюмерное вещество был сильнее, и результаты показаны в табл. 7.

Таблица 7

Микрокапсула	Число баллов		
	0 минут после стирки	40 мин после стирки	1 сутки после стирки
<i>МФ-хгл</i>	5	0	0
<i>МФ-(PSS-PQ-49)₂-хгл</i>	19	24	24

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Микрокапсула, содержащая:

(а) душистое вещество внутри нерастворимой в воде пористой внутренней оболочки, включающей меламина-формальдегидный конденсат, диоксид кремния или их смесь;

(б) внешнюю оболочку, включающую по меньшей мере один слой катионного полимера и по меньшей мере один слой анионного полимера; и

(с) неионный полисахаридный осаждающий полимер.

2. Микрокапсула по п.1, имеющая средний размер от 0,6 до 40 мкм, предпочтительно от 4 до 25 мкм.

3. Микрокапсула по п.1 или 2, где пора внутренней оболочки имеет средний размер от 5 до 500 нм.

4. Микрокапсула по любому из предыдущих пунктов, где катионный полимер выбран из полиаллиламина гидрохлорида, поли(этиленimina), поликватерниума-49, поли(L-лизина), поли(диаллилдиметиламмония хлорида), поликватерниума-39 и полигексаметиленбигуанидин гидрохлорида; предпочтительно, катионным полимером является поликватерниум-49.

5. Микрокапсула по любому из предыдущих пунктов, где катионный полимер имеет средневесовую молекулярную массу от 10000 до 400000, предпочтительно от 30000 до 120000.

6. Микрокапсула по любому из предыдущих пунктов, где анионный полимер выбран из полистиролсульфоновой кислоты, гепарина, полиакриловой кислоты и альгината; предпочтительно, анионный полимер является полистиролсульфоновой кислотой.

7. Микрокапсула по любому из предыдущих пунктов, где анионный полимер имеет средневесовую молекулярную массу от 10000 до 300000, предпочтительно от 30000 до 120000.

8. Микрокапсула по любому из предыдущих пунктов, где внешняя оболочка включает от 1 до 10 слоев катионного полимера и от 1 до 10 слоев анионного полимера.

9. Микрокапсула по любому из предыдущих пунктов, где осаждающий полимер связан с внутренней оболочкой, предпочтительно посредством ковалентной связи и/или адсорбции.

10. Способ получения микрокапсулы по любому из пп.1-9, включающий:

(i) инкапсулирование душистого вещества внутри нерастворимой в воде пористой внутренней оболочки, включающей меламина-формальдегидный конденсат, диоксид кремния или их смесь;

(ii) присоединение неионного полисахаридного осаждающего полимера на нерастворимую в воде пористую внутреннюю оболочку посредством ковалентной связи и/или адсорбции;

(iii) образование слоя катионного полимера и слоя анионного полимера без этапа разделения.

11. Способ по п.10, где этап (iii) повторяют.

12. Композиция для стирки, включающая:

(а) микрокапсулу по любому из пп.1-9; и

(б) по меньшей мере один сурфактант.

