



(10) 授权公告号 CN 112004852 B

(45) 授权公告日 2023.04.04

(21) 申请号 201880092657.1

(22) 申请日 2018.04.24

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112004852 A

(43) 申请公布日 2020.11.27

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2020.10.22(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2018/060492 2018.04.24(87) PCT国际申请的公布数据
W02019/206404 EN 2019.10.31(73) 专利权人 西姆莱斯有限公司
地址 德国霍尔茨明登(72) 发明人 帕特里克·奥特 科利亚·贝伦斯
蒂莫西·J·埃文斯-洛拉
约翰·M·特芬哈特

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

专利代理师 郑斌 刘振佳

(51) Int.Cl.

C08G 18/72 (2006.01)

C08G 18/73 (2006.01)

C08G 18/75 (2006.01)

A61Q 13/00 (2006.01)

A61K 8/11 (2006.01)

C08G 18/32 (2006.01)

(56) 对比文件

赵博,等.1,4-环己烷二异氰酸酯合成研究
进展.《精细与专用化学品》.2004,第14卷

Andere Basterretxea,等

.Biocompatibility and hemocompatibility
evaluation of polyether urethanes
synthesized using DBU organocatalyst.《European Polymer Journal》.2016,第84卷第
750-758页.

审查员 江小梅

权利要求书2页 说明书18页 附图5页

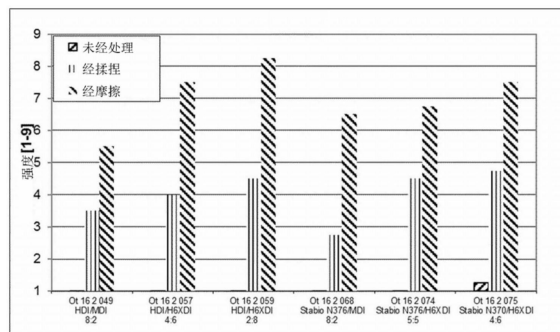
(54) 发明名称

以直链和环状脂肪族多异氰酸酯制备的核壳胶囊

(57) 摘要

本发明涉及以直链和/或支链以及环状脂肪族多异氰酸酯制备的核壳胶囊。特别是,本发明公开了一种核壳胶囊,其中所述壳包括聚合物材料或由其构成,所述聚合物材料通过使两种成分反应制造或可通过使两种成分反应制造,第一成分包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯,或者由分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的

至少一种环状脂肪族多异氰酸酯构成;第二成分包括一种或多种交联剂,或者由一种或多种交联剂构成。此外,提供了包括本核壳胶囊的产品、用于制造本核壳胶囊的方法和本核壳胶囊的用途。



1. 一种核壳胶囊,其中所述壳包括聚合物材料,并且其中所述聚合物材料通过使成分(A)与成分(B)反应来制造,其中,

成分(A)包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯,或者由分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯构成,并且

成分(B)包括一种或多种交联剂,或者由一种或多种交联剂构成,

其中所述环状脂肪族多异氰酸酯选自由1,3-二(异氰酸根合甲基)环己烷、1,2-二(异氰酸根合甲基)环己烷、1,4-二(异氰酸根合甲基)环己烷组成的组。

2. 根据权利要求1所述的核壳胶囊,其中所述壳由聚合物材料构成。

3. 根据权利要求1所述的核壳胶囊,其中,成分(A)的所述至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或所述至少一种支链脂肪族多异氰酸酯以及所述至少一种环状脂肪族多异氰酸酯均不包含任何芳香族结构。

4. 根据权利要求1至3中任一项所述的核壳胶囊,其中,所述直链或支链脂肪族多异氰酸酯选自由五亚甲基二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、乙酯赖氨酸三异氰酸酯、赖氨酸二异氰酸酯乙酯、以及它们的衍生物组成的组,其中每一种所述衍生物包含一个以上异氰酸酯基团并任选地还包含一个或多个选自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物组成的组的基团。

5. 根据权利要求1至3中任一项所述的核壳胶囊,其中,所述交联剂是具有一个以上氨基基团的多胺或其盐。

6. 根据权利要求1至3中任一项所述的核壳胶囊,其中,所述胶囊为微胶囊。

7. 根据权利要求1所述的核壳胶囊,其中,所述反应为界面反应,包括使包括成分(A)或由其构成的第一相与包括成分(B)或由其构成的第二相接触。

8. 根据权利要求7所述的核壳胶囊,其中,所述第一相在所述界面反应之前分散在所述第二相中,并且其中所述第一相还包括所述核的一种或更多种其他组分。

9. 根据权利要求7或8所述的核壳胶囊,其中,所述第二相还包括一种或多种胶体稳定剂,以防止所述第一相的聚结。

10. 根据权利要求5所述的核壳胶囊,其中,相对于存在于成分(A)中的每1摩尔的异氰酸酯基团,成分(B)包括0.5至4摩尔的氨基基团。

11. 根据权利要求1或10所述的核壳胶囊,其中,所述核包括选自由气味物质、芳香分子、冷却剂、TRPV1/TRPV3调节剂、染料、染料前体、相变材料、用于化学反应的催化剂、粘合剂、用于涂敷粘合剂的反应物质、药物活性物质、UV过滤剂、化妆品活性物质、植物保护活性物质、驱虫剂、憎水剂、阻燃剂、农用化学品、润滑剂和溶剂组成的组的一种或更多种其他组分。

12. 一种产品,其包括根据权利要求1至11中任一项所述的核壳胶囊。

13. 一种用于制造核壳胶囊的方法,所述方法包括:

(i) 提供分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多

异氰酸酯、一种或更多种待封装的其他组分、和任选地一种或多种溶剂，

其中所述环状脂肪族多异氰酸酯选自由1,3-二(异氰酸根合甲基)环己烷、1,2-二(异氰酸根合甲基)环己烷、1,4-二(异氰酸根合甲基)环己烷组成的组，

(ii) 提供一种或多种交联剂，

(iii) 制造包含步骤(i)的成分的溶液(1)，其中溶液(1)不溶于水，

(iv) 制造溶液(1)在步骤(ii)的所述成分的水溶液(2)中的分散液，

(v) 使溶液(1)的所述多异氰酸酯与溶液(2)的所述交联剂反应，并且

(vi) 任选地，随后将反应混合物的温度维持在40至80℃的范围内0.5至5小时。

14. 根据权利要求13所述的方法，其中，步骤(i)的所述直链或支链脂肪族多异氰酸酯选自由五亚甲基二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、乙酯赖氨酸三异氰酸酯、赖氨酸二异氰酸酯乙酯、以及它们的衍生物组成的组，其中每一种所述衍生物包含一个以上异氰酸酯基团并任选地还包含一个或多个选自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物组成的组的基团。

15. 根据权利要求1至3中任一项所述的核壳胶囊，所述核壳胶囊通过权利要求13至14中任一项定义的方法制造。

16. 一种根据权利要求1至11中任一项所述的核壳胶囊、或一种根据权利要求12所述的产品用于使纺织品、毛发、皮肤、表面和/或环境空气增香的用途。

以直链和环状脂肪族多异氰酸酯制备的核壳胶囊

技术领域

[0001] 本发明涉及以直链和/或支链以及环状脂肪族多异氰酸酯制备的核壳胶囊。特别是,本发明公开了一种核壳胶囊,其中所述壳包括聚合物材料或由其构成,所述聚合物材料通过使两种成分反应制造或可通过使两种成分反应制造,第一成分包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯,或者由分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯构成;第二成分包括一种或多种交联剂,或者由一种或多种交联剂构成。此外,提供了包括本核壳胶囊的产品、用于制造本核壳胶囊的方法和本核壳胶囊的用途。

背景技术

[0002] 在工业中,通常需要不断提供包含香料或香料混合物的新制剂。具有多种不同香调的香料混合物大量且以无数种变体应用于香水、香味混合物(增香组合物)以及用于为各种的不同使用领域增香,例如包括清洁剂、织物柔软剂、洗衣粉、液体洗衣洗涤剂、沐浴露,洗发水、除臭剂、身体乳等。

[0003] 由于消费者对新香调的需求不断增加,香水行业不仅不断需要新的香料混合物,而且还需要提供新的制剂配方,例如,在不同环境下改善香调的释放和香料混合物的稳定性。更具体来说,对于新型香料混合物而言,重点主要针对除了它们的主要特性即其嗅觉特性之外所额外具有的正面的次级特性,例如在特定使用条件下具有更高的稳定性、高丰度、高发散性、良好的扩散性(即良好的空间效果)、丰满度、能量和/或自然度、气味增强特性和/或乃至更优选的皮肤相容性、良好的溶解性和毒理相容性。

[0004] 特别是,香水与制剂的其他成分的相互作用或香水中较轻挥发性成分的过早蒸发经常发生。一般来说,这会导致香水的嗅觉印象改变或完全消失。

[0005] 这种香料混合物的封装提供了减少或完全阻止芳香产品中的相互作用或轻微挥发性成分蒸发的可能性。微胶囊的使用提供了在精确定义的条件一种或多种成分的释放。因此,例如,在含有芳香物质的微胶囊的情况下,在微胶囊中包裹通常对环境条件(例如氧化性化合物)敏感的香料是必要的,因此它们在储存过程中是稳定的,并且只有在需要香氛的时刻微胶囊才会被机械应力打破。

[0006] 核/壳胶囊通常是由核材料在水相中的精细分散而制成。然后在凝聚过程或原位聚合过程中,外壁材料从水相中析出并包裹油滴。因此,油滴的大小直接决定了后面的胶囊核的大小。在这种原位聚合中,氨基塑料是非常常用的外壁材料。这些氨基塑料通常是基于三聚氰胺和甲醛或其他胺成分或醛类的缩合。本领域中已知制造此类微胶囊的方法。

[0007] US 2011/118161 A1公开了一种包封有气味物质的核壳微胶囊,其中所述壳由一种或多种包含一个或多个氨基基团的聚硅氧烷和一种或多种多异氰酸酯制成。US 6,586,107 B2公开了具有通过多异氰酸酯与胍化合物反应而获得的外壁的微胶囊,其中所述多异

氰酸酯由六亚甲基二异氰酸酯低聚物构成。

[0008] 本领域仍然需要提供具有改进的壳结构的微胶囊,以提高各自应用于诸如清洁剂、织物柔软剂、洗衣粉、液体洗衣洗涤剂、沐浴露、洗发水、除臭剂、身体乳和其他化妆品时的稳定性和释放特性。提供微胶囊的另一个目的是使壳材料具有足够的稳定性,从而一方面使壳在储存于应用基料时具有足够的稳定性,以防止在最终使用消费品之前气味/芳香化合物流失,并且其中在另一方面由于壳材料的稳定性太高,胶囊有效载荷的释放并未完全受到抑制。提供微胶囊的再一个目的在于具有改进的感官特性,包括气味。

发明内容

[0009] 根据第一方面,本发明因此涉及提供一种核壳胶囊,其中所述壳包括聚合物材料或由其构成,并且其中所述聚合物材料通过使成分(A)与成分(B)反应来制造或可通过使成分(A)与成分(B)反应来制造,其中,

[0010] 成分(A)包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯,或者由分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯构成,优选其中所述直链和/或支链脂肪族多异氰酸酯的总量与所述环状脂肪族多异氰酸酯的总量的重量比的范围为90:10至10:90,优选为70:30至15:85,更优选为60:40至20:80,最优选为50:50至20:80,并且

[0011] 成分(B)包括一种或多种交联剂或由其构成。

[0012] 本发明也提供一种优选为香料产品的包括本核壳胶囊的产品、一种用于制造本核壳胶囊的方法、以及本核壳胶囊或优选本产品用于使纺织品、毛发、皮肤、表面和/或环境空气增香的用途。

[0013] 本发明基于使特定的异氰酸酯反应可提供具有改进的分析和感官特性的核壳微胶囊这一发现。特别是,本发明人等已发现,使包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯的组合与任何合适的交联剂反应,可得到显示出壳材料的优异材质属性的壳结构,这样,壳既不会出现会导致封装的活性组分、特别是香料/气味化合物的渗出的过早破裂/泄漏,也不会太晚破裂/泄漏或者由于壳材料的稳定性过高而完全不破裂。令人惊讶地发现,本多异氰酸酯的组合为多种活性组分、尤其是香料进一步提供了(化学)稳定性以及调整包括释放时间的释放曲线的可能性,这取决于施加到本核壳胶囊的机械载荷的量和/或时间。

[0014] 由于本核壳胶囊提供优选气味物质/香料的活性组分的受控释放,因此在破壳后气味发展方面的感官特性得到改进。根据本发明的本核壳胶囊不仅允许使用不与活性组分反应的化合物,而且还允许在长时间内为胶囊壳提供足够的稳定性。

[0015] 在不受任何理论约束的前提下,目前的假设是,特别是在不同浓度下与具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯的组合会导致对发生反应的异氰酸酯的至少部分屏蔽。换言之,至少部分破坏/分解/穿过聚合物材料的化合物在进入时受到空间上的阻碍。

[0016] 在此使用的术语“异氰酸酯”是指具有式 $R-N=C=O$ 的官能团。具有至少两个异氰酸酯基团,即至少2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、20、50、100、250个异氰酸酯基团的化合物称为多异氰酸酯。

[0017] 在此用术语“脂肪族多异氰酸酯”描述的分子是指任何非芳香族(定义如下)的多异氰酸酯。此外,所述分子包含至少两个异氰酸酯基团,即,至少2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、20、50、100、250个异氰酸酯基团,这些基团直接附着于同一脂肪族分子的相应数量的不同C原子。直接附着有至少两个异氰酸酯基团的同一脂肪族分子的所述至少两个C原子,即,至少2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、20、50、100、250个C原子是非芳香族,即,不构成具有 $4n+2\pi$ 电子的共轭双键的平面环状分子的一部分。更优选地,同一脂肪族分子的所述至少两个C原子,即,至少2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、20、50、100、250个C原子不是 sp^2 杂化的。因此,例如,不包括 $R_1R_2C=CR_3NCO$ 类型的结构,其中 R_1 、 R_2 和/或 R_3 展示出至少一个(附加)异氰酸酯基团。进而更优选地,同一脂肪族分子的所述至少两个C原子,即,至少2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、20、50、100、250个C原子是 sp^3 杂化的,即,除了异氰酸酯基团还展示出三个其他取代基。除了具有两个或更多个异氰酸酯基团(如上定义)的同一脂肪族分子的所述至少两个C原子,即,至少2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、20、50、100、250个C原子之外,所述脂肪族多异氰酸酯分子可包含任何结构,包括一个或多个杂原子,例如氮、氧、磷和/或硫、芳香族结构和附加的C原子,其是 sp 、 sp^2 和/或 sp^3 杂化的。

[0018] 带有至少两个异氰酸酯基团,即至少2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、20、50、100、250个异氰酸酯基团的所述脂肪族多异氰酸酯分子可进一步为直链、支链或环状(如上文根据本发明第一方面所定义),并且可展示任何取代基,包括例如脂肪族取代基、芳香族取代基、诸如卤素的杂原子,特别是氟、氯、溴和/或碘、和/或其他官能团,诸如烷氧基基团。

[0019] 根据优选的实施方式,成分(A)的至少一种直链和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯以及至少一种环状脂肪族多异氰酸酯均不包含任何芳香族结构(即,各分子根本不包含任何芳香族结构)。

[0020] 根据另一个优选的实施方式,成分(A)的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯不包含任何芳香族结构,而成分(A)的至少一种支链脂肪族多异氰酸酯(如果存在)和至少一种环状脂肪族多异氰酸酯包含芳香族结构。

[0021] 根据另一个优选的实施方式,成分(A)的至少一种支链脂肪族多异氰酸酯不包含任何芳香族结构,而成分(A)的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯(如果存在)和至少一种环状脂肪族多异氰酸酯包含芳香族结构。

[0022] 根据另一个优选的实施方式,成分(A)的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯不包含任何芳香族结构,而成分(A)的至少一种直链和/或支链脂肪族多异氰酸酯包含芳香族结构。

[0023] 根据又一个优选的实施方式,成分(A)的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯不包含任何芳香族结构,而成分(A)的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯包含芳香族结构。

[0024] 直链脂肪族多异氰酸酯分子优选选自 C_2 - C_{20} ,优选 C_3 - C_{15} 、 C_4 - C_{12} 、 C_5 - C_{10} 、 C_6 - C_9 或 C_7 -

C₈的直链烷基。优选地,直链脂肪族分子不包含任何芳香族结构和/或任何环状结构。

[0025] 支链脂肪族多异氰酸酯分子优选选自C₂-C₂₀,优选C₃-C₁₅、C₄-C₁₂、C₅-C₁₀、C₆-C₉、C₇-C₈的支链烷基。优选地,支链脂肪族分子不包含任何芳香族结构和/或环状结构。

[0026] 环状脂肪族多异氰酸酯分子包含至少一个,即,1、2、3、4或更多个非芳香环结构,其中优选地,所述环结构本身仅由C原子组成,并且所述环状结构的所有C原子均经sp³杂化。当然,环结构的C原子可以携带适当的取代基。所述至少一个环结构优选由3、4、5、6、7或8元环相互独立地构成。优选地,环状脂肪族分子包含2至20个C原子,诸如3至15个,4至12个,5至10个,6至9个,或7至8个C原子。

[0027] 容易理解的是,由直链脂肪族多异氰酸酯和/或支链脂肪族多异氰酸酯形成的异氰脲酸酯、亚氨基噁二嗪二酮和/或脲二酮不是根据本发明的环状脂肪族多异氰酸酯。优选地,任何异氰脲酸酯、亚氨基噁二嗪二酮和/或脲二酮结构不是根据本发明的环状脂肪族多异氰酸酯。

[0028] 直链、支链和环状脂肪族多异氰酸酯可分别作为单体或聚合物存在。单体多异氰酸酯是不与另一分子相连的分子,特别是不通过一种或多种交联剂相连。聚合物多异氰酸酯包含至少两个通过一种或多种交联剂互连的单体。容易理解的是,至少两个单体不一定是相同的单体,也可能是不同的。聚合物多异氰酸酯优选包含至少两个或更多个单体,即,至少2、3、4、5、10、20、30、40、50或100个单体,这些单体通过至少一种交联剂相互连接。

[0029] 所述直链、支链和/或环状脂肪族多异氰酸酯优选地分别表现出有限的尺寸/分子量,允许与所述一种或多种交联剂反应。合适的分子量的实例优选包括约100g/mol至5*10⁴g/mol,优选120g/mol至2*10⁴g/mol、140g/mol至10⁴g/mol、160g/mol至5*10³g/mol、180g/mol至2*10³g/mol、200g/mol至10³g/mol、220g/mol至900g/mol、240g/mol至800g/mol、260g/mol至700g/mol、280g/mol至600g/mol、300g/mol至500g/mol、320g/mol至450g/mol或340g/mol至400g/mol。

[0030] 可使用任意数量的不同的直链、支链和/或环状脂肪族多异氰酸酯。例如,使用至少一种,即,至少1、2、3、4、5、6、7、8、9、10种不同的直链脂肪族多异氰酸酯。例如,使用至少一种,即,至少1、2、3、4、5、6、7、8、9、10种不同的支链脂肪族多异氰酸酯。例如,使用至少一种,即,至少1、2、3、4、5、6、7、8、9、10种不同的支链环状多异氰酸酯。

[0031] 化合物(B)的“交联剂”是指任何具有至少两个能够在形成稳定的键时与异氰酸酯反应的官能团的化合物。所述交联剂优选包含至少2、3、4、5、6、7、8、9或10个能够在形成稳定键时与异氰酸酯反应的官能团。

[0032] 应理解的是,不一定要将这种交联剂添加到成分(A)中。相反,可以将任何其他分子添加到成分(A)中,以导致交联剂的形成。这种分子的优选实例是水。水分子可以在多胺形成下与成分(A)的一部分反应,而多胺又在聚合物材料形成下与成分(A)的其余部分反应。

[0033] 根据本发明的优选实施方式,成分(A)不包含任何芳香族多异氰酸酯。

[0034] 在本文的框架内,芳香族多异氰酸酯是化合物,其中两个或多个异氰酸酯残基与芳香C原子及其衍生物直接结合,其中每一种衍生物包含一个以上异氰酸酯基团,且还包含一个或多个选自自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物组成的组的基团。所述芳香族多异氰酸酯的衍生物也可通过所述芳香族多异氰酸酯与多元

醇(例如甘油)、多胺、多硫醇(例如二巯基丙醇)和/或其混合物反应而获得。

[0035] 换言之,优选成分(A)仅包含如上定义直链和/或支链以及环状脂肪族多异氰酸酯。

[0036] 更优选地,根据本发明的成分(A)的所述直链和/或支链和环状脂肪族多异氰酸酯完全不包含任何芳香族结构。

[0037] 根据本发明的另一个优选实施方式,直链或支链脂肪族多异氰酸酯选自由五亚甲基二异氰酸酯(PDI,诸如日本三井化学株式会社的Stabio D-370N或D-376N)、六亚甲基二异氰酸酯(HDI)、乙酯赖氨酸三异氰酸酯、赖氨酸二异氰酸酯乙酯、以及它们的衍生物组成的组,优选其中每一种衍生物包含一个以上异氰酸酯基团并可选地还包含一个或多个选自自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物组成的组的基团,并且/或者其中环状脂肪族多异氰酸酯选自由异佛尔酮二异氰酸酯(IPDI)、1,3-二(异氰酸根合甲基)环己烷(H6XDI,诸如日本三井化学株式会社的Takenate 600)、1,2-二(异氰酸根合甲基)环己烷、1,4-二(异氰酸根合甲基)环己烷、亚甲基二(环己基异氰酸酯)(H12MDI)、以及它们的衍生物组成的组,优选其中每一种衍生物包含一个以上异氰酸酯基团并可选地还包含一个或多个选自自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物(诸如日本三井化学株式会社的H6XDI的TMP加合物,尤其是Takenate D-120N)组成的组的基团。

[0038] 特别优选的是从可再生资源中获得的脂肪族多异氰酸酯,诸如PDI(日本三井化学株式会社的Stabio D-370N或D-376N)。已经发现,从可再生资源中获得的脂肪族多异氰酸酯不会影响核壳胶囊的质量/性能。

[0039] 优选地,使用直链、支链和/或环状脂肪族多异氰酸酯的衍生物。在此所用的衍生物的最广义理解为通过化学反应由化合物衍生的化合物。衍生物的实例包括上述直链或支链脂肪族多异氰酸酯的低聚物和/或加合物。优选的低聚物是缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮,优选的加合物是三羟甲基丙烷加合物。这些低聚物/加合物在本领域中众所周知,例如公开于US 4855490 A或US 4144268 A中。优选地,脂肪族多异氰酸酯仅以单体形式和/或二聚形式(如异氰酸酯)存在或以低聚物形式存在。

[0040] 所述直链、支链或环状多异氰酸酯的所述衍生物也可通过所述多异氰酸酯与多元醇(例如甘油)、多胺、多硫醇(例如二巯基丙醇)和/或其混合物反应而获得。

[0041] 上述化合物明确包含,如果存在,单独的或组合的不同异构体。例如,亚甲基二(环己基异氰酸酯)(H12MDI)包括4,4'-亚甲基二(环己基异氰酸酯)、2,4'-亚甲基二(环己基异氰酸酯)和/或2,2'-亚甲基二(环己基异氰酸酯)。

[0042] 根据本发明的一个实施方式,所述交联剂是具有一个以上氨基基团的多胺或其盐,优选二胺或胍,优选其中所述交联剂选自由碳酸胍、盐酸胍、三(2-氨基乙基)胺、乙二胺、丁二胺、丙二胺、戊烷-1,5-二胺、苯二胺、直链或支链聚乙烯亚胺组成的组,优选为二亚乙基三胺。

[0043] 优选的胺具有小于200g/mol的分子量。示例性胺是胍、乙二胺、二亚乙基三胺、三亚乙基四胺、四亚乙基五胺、氨乙基哌嗪、丙二胺、N-甲基二丙烯三胺、二(3-氨基丙基)胺、己二胺,以及2,5-二氨基-2,5-二甲基己烷。

[0044] 胍化合物优选以水溶液的形式使用。例如,胍化合物的有用水溶液包含1重量%至

20重量%的胍化合物(指水溶液的总重量)。

[0045] 胍化合物,尤其是碳酸胍在交联剂总量中的分数优选为50摩尔%或更高。

[0046] 根据另一实施方式,所述交联剂的所述官能团可能不同,诸如在链烷醇胺、氨基硫醇或硫醇中,例如二巯基丙醇。可采用不同交联剂的任何组合。

[0047] 所述交联剂可以是添加到成分(A)中的(分离)化合物形式。或者,所述交联剂通过具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯、具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、和/或具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯与任何其他化合物发生的反应来获得,也就是说,所述交联剂在原位形成。这种其他化合物的实例是水。向多异氰酸酯中加水可能会导致相应的氨基甲酸的形成及其随后分解成胺和二氧化碳。

[0048] 根据本发明的另一个实施方式,胶囊为微胶囊,优选为具有2至500 μm 、更优选10至50 μm 直径的微胶囊(在此引用的微胶囊的直径为如下定义的D₅₀值)。

[0049] 微胶囊可具有的直径为2至500 μm ,诸如3至450 μm 、4至400 μm 、5至350 μm 、6至300 μm 、7至250 μm 、8至200 μm 、9至150 μm 、10至100 μm 、10至90 μm 、10至80 μm 、10至70 μm 和10至60 μm 。更优选微胶囊的直径为10至50 μm ,诸如20至40 μm 或25至35 μm 。

[0050] 微胶囊的直径优选使用Malvern Mastersizer 2000(根据制造商的说明)通过激光衍射确定。所获得的散射光强度值使用数学模型,诸如并且优选通过夫琅和费衍射/近似计算为D₅₀值。D₅₀值是50体积%的微胶囊比D₅₀值更细且50体积%更粗的粒径。

[0051] 微胶囊基本上是球形的。基本上是球形意为每个空间方向上的偏差为10%或更小,诸如5%、4%、3%或1%或更小。更优选地,微胶囊呈球形。

[0052] 根据本发明的又一个实施方式,所述反应为界面反应,该反应包括使包括成分(A)或由其构成的第一相与包括成分(B)或由其构成的第二相接触,优选其中(i)成分(A)的多异氰酸酯不溶于水,并且/或者(ii)成分(B)的交联剂溶于水。

[0053] 第一相和/或第二相可分别包括至少一种溶剂。优选成分(A)基本上溶解在第一相中,成分(B)基本上溶解在第二相中。基本上溶解意为,分别溶解至少90重量%、优选至少98重量%或99.9重量%的成分(A)和成分(B)。更优选地,成分(A)和成分(B)完全溶解在各自的溶剂中。

[0054] 成分(A)的适宜溶剂为极性低于正丙醇的有机溶剂,诸如二甲基亚砜。成分(B)的适宜溶剂是极性等于或高于正丙醇的溶剂,诸如水或乙醇/水的混合物。成分(A)的优选溶剂不与水混溶且不与异氰酸酯成分反应,例如烷基芳香烃,诸如二异丙基苯或具有取代基的联苯、石蜡、天然油(例如向日葵油)和低熔点脂肪(例如椰子油)。在微胶囊的生产过程中,与待封装的材料和多异氰酸酯一起构成油相的一部分的、有机不混溶于水的惰性溶剂的实例包括芳香烃、脂肪烃和环烷烃、羧酸酯、氯化石蜡、动植物源油、熔点在10℃至35℃之间的天然脂肪、液态脂肪衍生物、蜡以及沸点等于或大于100℃的芳香族和脂肪族醚。也可以使用多种溶剂的混合物。

[0055] 容易理解的是,也可以使用单个溶剂,优选成分(A)的溶剂。向溶剂中添加诸如水的另一种化合物可导致成分(A)的化合物至少部分转化为上述一种或多种交联剂。在反应过程中,另一化合物优选与成分(A)的化合物完全反应。这种反应的潜在副产物,诸如二氧化碳,可以从溶剂中完全除去。

[0056] 因此,可以提供本核壳胶囊,其中所述聚合物材料通过使成分(A)与成分(B)反应来制造或可通过使成分(A)与成分(B)反应来制造,并且其中,成分(B)的多胺通过成分(A)的多异氰酸酯与,如果存在,水的反应而获得,即,第一相同时包含成分(A)和(B),且第二相可能包含或也可能不包含任何(附加的、相同或不同的)成分(B)。

[0057] 对于化妆品应用或气味物质的封装,特别优先考虑在香水工业中广泛使用的溶剂(与异氰酸酯反应的醇除外)。优选用于该目的的溶剂的实例包括邻苯二甲酸酯(如邻苯二甲酸二乙酯)、肉豆蔻酸异丙酯、苯甲酸苄酯、柠檬酸乙酯、柠檬烯或其他萜烯和异链烷烃。

[0058] 根据本发明的一个实施方式,第一相在界面反应之前分散在第二相中,并且其中第一相还包括核的一种或更多种其他组分,优选其中所述其他组分相对于成分(A)是惰性的。

[0059] 第一相在第二相中的分散液可通过混合两相来获得,优选通过例如常规KPG搅拌器混合来获得。可存在核的一种或更多种其他组分,包括与成分(B)不同但与成分(A)反应的化合物和/或相对于成分(A)为惰性的化合物。

[0060] 与成分(B)不同但与化合物(A)反应的化合物的实例包括一元醇,诸如正丙醇、单胺类和/或单硫醇。在调节所需的聚合度方面,所述化合物可用于调节成分(A)和(B)的反应。

[0061] 根据本发明的微胶囊可使用含有乳化剂、稳定剂和/或抗聚结剂的水相来制造。乳化剂也可能存在于油相中。例如,基于各相,此类添加剂的量可在0.5重量%至10重量%的范围内。

[0062] 根据本发明的另一个实施方式,第二相还包括一种或多种胶体稳定剂,以防止第一相的聚结,优选其中稳定剂选自自由优选为羧甲基纤维素或其盐的纤维素衍生物、低分子表面活性剂、聚乙烯氧化物和聚乙烯醇、优选为阳离子聚乙烯醇的聚阳离子和优选为聚苯乙烯磺酸盐的聚阴离子、聚丙烯酰胺磺酸盐、以及它们的衍生物组成的组。

[0063] 聚乙烯醇是有利的,这是因为在本核壳胶囊的制备、存储和使用过程中它们作为保护胶体起到辅助作用。

[0064] 特别优选的稳定剂是在其侧链上具有季铵盐的聚乙烯醇,诸如日本合成化学工业株式会社的GOHSENX K-434。这种在其侧链上具有季铵盐的聚乙烯醇,特别是GOHSENX K-434(日本合成化学工业株式会社)优选用于根据本发明的核壳胶囊,用于织物柔软剂中,并有助于改进根据本发明的核壳胶囊的感官性能,从而产生进一步改进的感官特性,诸如气味。

[0065] 根据本发明的又一个实施方式,相对于存在于成分(A)中的每1摩尔的异氰酸酯基团,成分(B)包含0.5至4摩尔,优选0.8至2摩尔的氨基基团。

[0066] 根据本发明的一个实施方式,核包括选自自由气味物质、芳香分子、冷却剂、TRPV1/TRPV3调节剂、染料、染料前体、相变材料、用于化学反应的催化剂、粘合剂、用于涂敷粘合剂的反应物质、药物活性物质、UV过滤剂、化妆品活性物质、植物保护活性物质、驱虫剂(例如,N,N-二乙基间甲基苯甲酰胺(DEET)、1,2-戊二醇或丁基乙酰氨基丙酸乙酯)、憎水剂、阻燃剂、农用化学品、润滑剂和溶剂组成的组的一种或更多种其他组分。

[0067] 可想到的其他组分通常包括所有在微胶囊领域有应用的化合物。此类组分在本领域中是众所周知的。例如,用于生产无碳复写纸的染料颜料或染料前体,以及用于制药应用

的药物。优选用于化妆品应用的活性物质。也优选作为气味物质或气味物质组合物的活性物质,特别是用于消费品的应用和/或消费品的增香。可以选择单个气味物质或气味物质的混合物(香水组合物、气味物质组合物)。气味物质可以是合成的和天然的化合物。

[0068] 优选的是根据本发明的核壳胶囊,其中所述核包含一种或多种气味物质/香料作为活性剂,其选自诸如以下物质的天然原料的提取物组成的组:精油、浸膏、净油、树脂、类树脂、香脂、酊剂,诸如例如龙涎香酊剂;脂檀油;当归种子油;当归根油;茴香油;缬草油;罗勒油;树苔净油;月桂油;艾蒿油;安息香树脂;佛手柑油;蜂蜡净油;桦木焦油;苦杏仁油;香茅油;布枯叶油;卡鲁瓦油;杜松油;菖蒲油;樟脑油;衣兰油;豆蔻油;苦香皮油;肉桂油;金合欢净油;海狸香净油;雪松叶油;雪松木油;岩蔷薇油;香茅油;柠檬油;苦配巴香脂;苦配巴香脂油;胡荽油;木香油;枯茗油;柏树油;印蒿油;莳萝草油;莳萝子油;香水嫩叶净油;橡苔净油;榄香脂油;龙蒿油;柠檬桉油;桉树油;茴香油;冷杉针油;白松香油;白松香树脂;天竺葵油;葡萄柚油;愈疮木油;古云香脂;古云香脂油;蜡菊净油;蜡菊油;姜油;鸢尾根净油;鸢尾根油;茉莉净油;菖蒲油;蓝甘菊油;罗马甘菊油;胡萝卜籽油;苦香皮油;松针油;绿薄荷油;香菜油;岩茨脂油;岩茨脂净油;岩茨脂树脂;杂交薰衣草净油;杂交薰衣草油;薰衣草净油;薰衣草油;柠檬草油;独活草油;蒸馏的酸橙油;压榨的酸橙油;沉香油;木姜子山苍子油;月桂叶油;肉豆蔻油;马郁兰油;柑橘油;香厚壳桂皮油;含羞草净油;黄葵籽油;麝香酊;鼠尾草油;肉豆蔻油;没药净油;没药油;桃金娘油;丁香叶油;丁香芽油;橙花油;乳香净油;乳香油;愈伤草油;橙花净油;橙油;牛至油;玫瑰草油;广藿香油;紫苏子油;秘鲁香脂油;欧芹叶油;欧芹籽油;橙叶油;薄荷油;胡椒油;甜椒油;松树油;薄荷油;玫瑰净油;紫檀油;玫瑰油;迷迭香油;达尔马提亚鼠尾草油;西班牙鼠尾草油;檀香油;芹菜籽油;宽叶薰衣草油;大茴香油;苏合香油;万寿菊油;冷杉针油;茶树油;松节油;百里香油;妥卢香脂;香豆净油;晚香玉净油;香草精;紫罗兰叶净油;马鞭草油;香根草油;杜松子油;酒糟油;苦艾油;冬青油;依兰油;海索草油;灵猫净油;肉桂叶油;桂皮油;以及其馏分或从其分离的组分;选自以下的烃类的组的单个气味物质:诸如例如3-萜烯; α -蒎烯; β -蒎烯; γ -萜品烯;对伞花烯;没药烯;苾烯;石竹烯;雪松烯;金合欢烯;柠檬烯;长叶烯;月桂烯;罗勒烯;柚烯;(E,Z)-1,3,5-十一烷三烯;苯乙烯;二苯基甲烷;脂肪醛及其缩醛,诸如例如己醛;庚醛;辛醛;壬醛;癸醛;十一醛;十二醛;十三醛;2-甲基辛醛;2-甲基壬醛;(E)-2-己烯醛;(Z)-4-庚烯醛;2,6-二甲基-5-庚烯醛;10-十一醛;(E)-4-癸烯醛;2-十二醛;2,6,10-三甲基-9-十一烯醛;2,6,10-三甲基-5,9-十一烷二烯醛;庚醛二乙缩醛;1,1-二甲氧基-2,2,5-三甲基-4-己烯;香茅基氧乙醛;1-(1-甲氧基丙氧基)-(E/Z)-3-己烯;脂肪族酮及其肟,诸如例如2-庚酮;2-辛酮;3-辛酮;2-壬酮;5-甲基-3-庚酮;5-甲基-3-庚酮肟;2,4,4,7-四甲基-6-辛烯-3-酮;6-甲基-5-庚烯-2-酮;脂肪族含硫化合物,诸如例如3-甲基硫代己醇;乙酸3-甲基硫代乙酸己酯;3-巯基己醇;乙酸3-巯基己酯;丁酸3-巯基己酯;乙酸3-乙酰基硫代己酯;1-对孟烯-8-硫醇;脂肪族腈,诸如例如2-壬烯腈;2-十一烯腈;2-十三烯腈;3,12-十三二烯腈;3,7-二甲基-2,6-辛二烯腈;3,7-二甲基-6-辛烯腈;脂肪族羧酸的酯,诸如例如甲酸(E)-和(Z)-3-己酯;乙酰乙酸乙酯;乙酸异戊酯;乙酸己酯;乙酸3,5,5-三甲基己酯;乙酸3-甲基-2-丁烯酯;乙酸(E)-2-己烯酯;乙酸(E)-和(Z)-3-己烯酯;乙酸辛酯;乙酸3-辛酯;乙酸1-辛烯-3-基酯;丁酸乙酯;丁酸丁酯;丁酸异戊酯;丁酸己酯;异丁酸(E)和(Z)-3-己烯酯;巴豆酸己酯;异戊酸乙酯;2-甲基戊酸乙酯;己酸乙酯;己酸烯丙酯;庚酸乙酯;庚酸烯丙酯;辛酸乙

酯; (E,Z)-2,4-癸二烯酸乙酯, 特别是2-反式-4-顺式癸二酸乙酯; 2-辛炔酸甲酯; 2-壬炔酸甲酯; 2-异戊基氧乙酸烯丙酯; 3,7-二甲基-2,6-辛二烯酸甲酯; 4-甲基-2-戊基巴豆酸酯; 无环萜烯醇, 诸如例如香茅醇; 香叶醇; 橙花醇; 芳樟醇; 熏衣草醇; 橙花叔醇; 金合欢醇; 四氢沉香醇; 四氢香叶醇; 2,6-二甲基-7-辛烯-2-醇; 2,6-二甲基辛烷-2-醇; 2-甲基-6-亚甲基-7-辛烯-2-醇; 2,6-二甲基-5,7-辛二烯-2-醇; 2,6-二甲基-3,5-辛二烯-2-醇; 3,7-二甲基-4,6-辛二烯-3-醇; 3,7-二甲基-1,5,7-辛三烯-3-醇; 2,6-二甲基-2,5,7-辛三烯-1-醇的甲酸酯、乙酸酯、丙酸酯、异丁酸酯、丁酸酯、异戊酸酯、戊酸酯、己酸酯、巴豆酸酯、顺芷酸酯或3-甲基-2-丁烯酸酯; 无环萜醛和酮, 诸如例如香叶醛; 橙花醛; 香茅醛; 7-羟基-3,7-二甲基辛醛; 7-甲氧基-3,7-二甲基辛醛; 2,6,10-三甲基-9-十一烯醛; 香叶基丙酮及其二甲缩醛和二乙缩醛; 特别是香叶醛; 橙花醛和7-羟基-3,7-二甲基辛醛的二甲缩醛和二乙缩醛; 环状萜烯醇, 诸如例如薄荷醇; 异胡薄荷醇; α -萜品醇; 萜品烯醇-4; 薄荷烷-8-醇; 薄荷烷-1-醇; 薄荷烷-7-醇; 冰片; 异冰片; 芳樟醇氧化物; 诺卜醇; 雪松醇; 龙涎醇; 岩兰草醇; 愈创木醇的甲酸酯、乙酸酯、丙酸酯、异丁酸酯、丁酸酯、异戊酸酯、戊酸酯、己酸酯、巴豆酸酯、顺芷酸酯和3-甲基-2-丁烯酸酯; 环状萜醛和酮, 诸如例如薄荷酮; 异薄荷酮; 8-巯基薄荷烷-3-酮; 香芹酮; 樟脑; 葑酮; α -紫罗兰酮; β -紫罗兰酮; α -n-甲基紫罗兰酮; β -n-甲基紫罗兰酮; α -异甲基紫罗兰酮; β -异甲基紫罗兰酮; α -鸢尾酮; α -二氢大马酮; β -二氢大马酮; β -大马酮; δ -二氢大马酮; γ -二氢大马酮; 1-(2,4,4-三甲基-2-环己烯-1-基)-2-丁烯-1-酮; 1,3,4,6,7,8a-六氢-1,1,5,5-四甲基-2H-2,4a-亚甲基-8(5H)-萘酮; 2-甲基-4-(2,6,6-三甲基-1-环己烯-1-基)-2-丁烯醛; 诺卡酮; 二氢诺卡酮; 4,6,8-巨豆三烯-3-酮; α -甜橙醛; β -甜橙醛; 乙酰化雪松油(甲基柏木酮); 环醚和脂环族醚, 诸如例如桉树脑; 甲基柏木醚; 甲基环十二烷醚; 1,1-二甲氧基环十二烷; (乙氧基甲氧基)环十二烷; α -柏木烯环氧化物; 3a,6,6,9a-四甲基十二氢萘[2,1-b]呋喃; 3a-乙基-6,6,9a-三甲基-十二氢萘[2,1-b]呋喃; 1,5,9-三甲基-13-氧杂双环[10.1.0]-十三碳-4,8-二烯; 玫瑰醚; 2-(2,4-二甲基-3-环己烯-1-基)-5-甲基-5-(1-甲基丙基)-1,3-二噁烷; 环状酮和大环酮, 诸如例如4-叔丁基环己酮; 2,2,5-三甲基-5-戊基环戊酮; 2-庚基环戊酮; 2-戊基环戊酮; 2-羟基-3-甲基-2-环戊烯-1-酮; 3-甲基-顺式-2-戊烯-1-基-2-环戊烯-1-酮; 3-甲基-2-戊基-2-环戊烯-1-酮; 3-甲基-4-环十五烯酮; 3-甲基-5-环十五烯酮; 3-甲基环十五烷酮; 4-(1-乙氧乙基)-3,3,5,5-四甲基环己酮; 4-叔戊基环己酮; 5-环十六烯-1-酮; 6,7-二氢-1,1,2,3,3-五甲基-4(5H)-茛酮; 8-环十六烯-1-酮; 7-环十六烯-1-酮; (7/8)-环十六烯-1-酮; 9-环十七烯-1-酮; 环十五烷酮; 环十六烷酮; 脂环族醛, 诸如例如2,4-二甲基-3-环己烯甲醛; 2-甲基-4-(2,2,6-三甲基-环己烯-1-基)-2-丁烯醛; 4-(4-羟基-4-甲基戊基)-3-环己烯甲醛; 4-(4-甲基-3-戊烯-1-基)-3-环己烯甲醛; 脂环族酮, 诸如例如1-(3,3-二甲基环己基)-4-戊烯-1-酮; 2,2-二甲基-1-(2,4-二甲基-3-环己烯-1-基)-1-丙酮; 1-(5,5-二甲基-1-环己烯-1-基)-4-戊烯-1-酮; 2,3,8,8-四甲基-1,2,3,4,5,6,7,8-八氢-2-萘甲酮; 2,6,10-三甲基-2,5,9-环十二三烯甲酮; (2,4-二甲基-3-环己烯-1-基)叔丁基酮; 环状醇的酯, 诸如例如乙酸2-叔丁基环己酯; 乙酸4-叔丁基环己酯; 乙酸2-叔戊基环己酯; 乙酸4-叔戊基环己酯; 乙酸3,3,5-三甲基环己酯; 乙酸十氢-2-萘酯; 巴豆酸2-环戊基环戊酯; 乙酸3-戊基四氢-2H-吡喃-4-基酯; 乙酸十氢-2,5,5,8a-四甲基-2-萘酯; 乙酸4,7-亚甲基-3a,4,5,6,7,7a-六氢-5-或-6-茛酯; 丙酸4,7-亚甲基-3a,4,5,6,7,7a-六氢-5-或-6-茛酯; 异丁酸4,7-亚甲基-3a,4,5,6,7,7a-

六氢-5-或-6-茛酯;乙酸4,7-亚甲基八氢-5-或-6-茛酯;脂环族醇的酯,诸如例如巴豆酸1-环己基乙酯;脂环族羧酸的酯,诸如例如3-环己基丙酸烯丙酯;环己氧乙酸烯丙酯;顺式和反式二氢茉莉酮酸甲酯;顺式和反式茉莉酮酸甲酯;2-己基-3-氧代环戊烷羧酸甲酯;2-乙基-6,6-二甲基-2-环己烯羧酸乙酯;2,3,6,6-四甲基-2-环己烯羧酸乙酯;2-甲基-1,3-二氧戊环-2-乙酸乙酯;芳香基脂肪醇和脂肪族羧酸的酯,诸如例如乙酸苄酯;丙酸苄酯;异丁酸苄酯;异戊酸苄酯;乙酸2-苄乙酯;丙酸2-苄乙酯;异丁酸2-苄乙酯;异戊酸2-苄乙酯;乙酸1-苄乙酯;乙酸 α -三氯甲基苄酯;乙酸 α,α -二甲基苄乙酯;丁酸 α,α -二甲基苄乙酯;乙酸肉桂酯;异丁酸2-苄氧基乙酯;乙酸4-甲氧基苄酯;芳香基脂肪醚,诸如例如2-苄乙基甲基醚;2-苄乙基异戊基醚;2-苄乙基-1-乙氧基乙醚;苄乙醛二甲缩醛;苄乙醛二乙缩醛;龙葵醛二甲缩醛;苄乙醛甘油缩醛;2,4,6-三甲基-4-苄基-1,3-二噁烷;4,4a,5,9b-四氢茛并[1,2-d]-间-二噁英;4,4a,5,9b-四氢-2,4-二甲基茛并[1,2-d]-间-二噁英;芳香族醛和芳香基脂肪醛,诸如例如苯甲醛;苯乙醛;3-苄基丙醛;龙葵醛;4-甲基苯甲醛;4-甲基苯乙醛;3-(4-乙基苄基)-2,2-二甲基丙醛;2-甲基-3-(4-异丙基苄基)丙醛;2-甲基-3-(4-叔丁基苄基)丙醛;3-(4-叔丁基丙基)丙醛;肉桂醛; α -丁基肉桂醛; α -戊基肉桂醛; α -己基肉桂醛;3-甲基-5-苄基戊醛;4-甲氧基苄醛;4-羟基-3-甲氧基苄醛;4-羟基-3-乙氧基苄醛;3,4-亚甲基-二氧苄醛;3,4-二甲氧基苄醛;2-甲基-3-(4-甲氧基苄基)丙醛;2-甲基-3-(4-亚甲基二氧苄基)丙醛;芳香族酮和芳香基脂肪酮,诸如例如苯乙酮;4-甲基苯乙酮;4-甲氧基苯乙酮;4-叔丁基-2,6-二甲基苯乙酮;4-苄基-2-丁酮;4-(4-羟基苄基)-2-丁酮;1-(2-萘烯基)乙酮;2-苄并呋喃基乙酮;(3-甲基-2-苄并呋喃基)乙酮;二苯甲酮;1,1,2,3,3,6-六甲基-5-茛满基甲酮;6-叔丁基-1,1-二甲基-4-茛满基甲酮;1-[2,3-二氢-1,1,2,6-四甲基-3-(1-甲基-乙基)-1H-5-茛满基]乙酮;5',6',7',8',-四氢-3,5,5,6,8,8-六甲基-2-萘乙酮;芳香族羧酸和芳香基脂肪羧酸及其酯,诸如例如苯甲酸;苯乙酸;苯甲酸甲酯;苯甲酸乙酯;苯甲酸己酯;苯甲酸苄酯;苯乙酸甲酯;苯乙酸乙酯;苯乙酸香叶酯;苯乙酸苄酯;肉桂酸甲酯;肉桂酸乙酯;肉桂酸苄酯;肉桂酸苄乙酯;肉桂酸肉桂酯;苄氧乙酸烯丙酯;水杨酸甲酯;水杨酸异戊酯;水杨酸己酯;水杨酸环己酯;水杨酸顺-3-己烯酯;水杨酸苄酯;水杨酸苄乙酯;2,4-二羟基-3,6-二甲基苯甲酸甲酯;3-苄基缩水甘油酸乙酯;3-甲基-3-苄基缩水甘油酸乙酯;含氮芳香族化合物,诸如例如2,4,6-三硝基-1,3-二甲基-5-叔丁基苯;3,5-二硝基-2,6-二甲基-4-叔丁基苯乙酮;肉桂腈;3-甲基-5-苄基-2-戊腈;3-甲基-5-苄基-戊腈;N-甲基邻胺基苯甲酸甲酯;邻胺基苯甲酸甲酯与7-羟基-3,7-二甲基辛醛的希佛碱;2-甲基-3-(4-叔丁基);6-仲丁基喹啉;2-(3-苄基丙基)吡啶;吡啶;粪臭素;2-甲氧基-3-异丙基吡啶;2-异丁基-3-甲氧基吡啶;苄基醚和苄基酯化合物,诸如例如艾草醚;茴香脑;丁香酚甲醚;异丁香酚甲醚;二苯醚; β -萘甲醚; β -萘乙醚; β -萘异丁基醚;1,4-二甲氧基苯;乙酸丁香酚酯;苯乙酸对甲酚酯;杂环化合物,诸如例如2,5-二甲基-4-羟基-2H-呋喃-3-酮;2-乙基-4-羟基-5-甲基-2H-呋喃-3-酮;3-羟基-2-甲基-4H-吡喃-4-酮;2-乙基-3-羟基-4H-吡喃-4-酮;以及内酯,诸如例如1,4-辛内酯;3-甲基-1,4-辛内酯;1,4-壬内酯;1,4-癸内酯;8-癸烯-1,4-内酯;1,4-十一内酯;1,4-十二内酯;1,8-癸内酯;1,5-十二内酯;4-甲基-1,4-癸内酯;1,15-十五内酯;顺式和反式-11-十五烯-1,15-内酯;顺式和反式-12-十五烯-1,15-内酯;1,16-十六内酯;9-十六烯-1,16-内酯;10-氧杂-1,16-十六内酯;11-氧杂-1,16-十六内酯;12-氧杂-1,16-十六内酯;1,12-十二烷基二酸乙二醇酯;1,13-十三烷基二

酸乙二醇酯;香豆素;2,3-二氢香豆素;八氢香豆素。气味物质的其他实例可以从文献,诸如从S.Arctander在1969年于新泽西州蒙特克莱尔(美国)编撰的《香料和香味化学品》一书中了解到。

[0069] 特别优选的是,核包含一种或多种气味物质,所述气味物质选自由天然原料提取物及其馏分或从其分离的组分组成的组;单个气味物质选自以下物质的组:烃类;脂肪醛及其缩醛;脂肪族酮及其肟;脂肪族含硫化合物;脂肪腈;脂肪族羧酸的酯;无环萜烯醇的甲酸酯、乙酸酯、丙酸酯、异丁酸酯、丁酸酯、异戊酸酯、戊酸酯、己酸酯、巴豆酸酯、顺芷酸酯和3-甲基-2-丁烯酸酯;无环萜醛和酮及其二甲缩醛和二乙缩醛;环状萜烯醇的甲酸酯、乙酸酯、丙酸酯、异丁酸酯、丁酸酯、异戊酸酯、戊酸酯、己酸酯、巴豆酸酯、顺芷酸酯和3-甲基-2-丁烯酸酯;环状萜醛和酮;环醚和脂环族醚;环状酮和大环酮;脂环族醛;脂环族酮;环状醇的酯;脂环族醇的酯;脂环族羧酸的酯;芳香基脂肪醇和脂肪族羧酸的酯;芳香族醛和芳香基脂肪醛;芳香族酮和芳香基脂肪酮;芳香族羧酸和芳香基脂肪羧酸及其酯;含氮芳香族化合物;苯基醚和苯基酯;杂环化合物;以及内酯,其中所述壳完全或基本上不受气味物质的影响。

[0070] 用于生产本发明的胶囊的合适的香料和芳香物优选在例如Steffen Arctander在1969年于新泽西州蒙特克莱尔自费出版的《香料和香味化学品》中的“Riechstoffe[香水]”;H.Surburg,J.Panten在2006年著于Wiley-VCH,Weinheim的“《常用芳香和香味材料》第五版中找到。

[0071] 封装的香料和/或芳香物可为至少两种香料和/或芳香物的芳香混合物。优选地,它是至少三种、四种或超过五种的香料和/或芳香物的混合物。在大多数情况下,芳香混合物是多种香料和/或芳香物的混合物。这样做的好处是可以影响胶囊的气味和味道分布。合适的芳香分子在本领域是公知的,并且可衍生自例如US 2017/190727 (A1)。芳香物或这些芳香物质优选引起香味印象、香味调节作用、三叉神经效应和/或唾液刺激。

[0072] 示例性冷却剂包括一种或多种薄荷醇和薄荷醇衍生物(例如L-薄荷醇、D-薄荷醇、外消旋薄荷醇、异薄荷醇、新异薄荷醇、新薄荷醇),薄荷醚(例如(1-薄荷氧基)-1,2-丙二醇、(1-薄荷氧基)-2-甲基-1,2-丙二醇、1-薄荷基甲醚),薄荷酯(例如甲酸薄荷醇酯、乙酸薄荷醇酯、异丁酸薄荷醇酯、乳酸薄荷醇酯、L-薄荷基L-乳酸酯、L-薄荷基D-乳酸酯、(2-甲氧基)乙酸薄荷醇酯、(2-甲氧基乙氧基)乙酸薄荷醇酯、焦谷氨酸薄荷醇酯),碳酸薄荷酯(例如丙二醇碳酸薄荷酯、乙二醇碳酸薄荷酯、甘油碳酸薄荷酯或其混合物),薄荷醇与二羧酸或其衍生物的半酯(例如琥珀酸单薄荷醇酯、戊二酸单薄荷醇酯、丙二酸单薄荷醇酯、O-薄荷基琥珀酸酯N,N-(二甲基)酰胺、O-薄荷基琥珀酰胺),薄荷烷甲酰胺(例如薄荷烷羧酸N-乙酰胺[WS3]、N- α -(薄荷烷羰基)甘氨酸乙酯[WS5]、薄荷烷羧酸N-(4-氰基苯基)酰胺、薄荷烷羧酸N-(烷氧基烷基)酰胺),薄荷酮和薄荷酮衍生物(例如L-薄荷酮甘油缩酮),2,3-二甲基-2-(2-丙基)-丁酸衍生物(例如2,3-二甲基-2-(2-丙基)-丁酸N-甲酰胺[WS23]),异胡薄荷醇或其酯(1-(-)-异胡薄荷醇、I-(-)-异胡薄荷醇乙酸酯),薄荷烷衍生物(例如对薄荷烷-3,8-二醇),萜澄茄醇或含有萜澄茄醇的合成或天然混合物,环烷基二酮衍生物的吡咯烷酮衍生物(例如,3-甲基-2(1-吡咯烷基)-2-环戊烯-1-酮)或四氢嘧啶-2-酮(例如,伊西林或其相关化合物。如在WO 2004/026840中所描述的)。

[0073] 薄荷醇(L-薄荷醇、D-薄荷醇、外消旋薄荷醇、异薄荷醇、新异薄荷醇、新薄荷醇)、

L-薄荷基甲醚、甲酸薄荷醇酯、乙酸薄荷醇酯),薄荷酮,异胡薄荷醇,I-(-)-异胡薄荷醇乙酸酯)和萆澄茄醇具有香味效果。合适的冷却剂在本领域中公知且可衍生自例如US 2017/216802 (A1)、US 2010/273887 (A1)、EP 2 033 688 (A2)和EP 1 958 627 (A2)。

[0074] TRPV1/TRPV3调节剂在本领域已知,并且指代辣椒素 (TRPV) 亚家族的瞬时受体电位通道。TRPV1介导与辣椒素和胡椒碱有关的刺鼻气味和疼痛/热感觉。TRPV3蛋白质属于非选择性阳离子通道家族,其在许多过程中起作用,包括温度感觉和血管调节。TRPV3通道由各种天然化合物,如香芹酚,百里酚和丁香酚直接激活。其他几种既能引起温暖感又是皮肤敏化剂的单萜类化合物也能打开通道。单萜类化合物还以与钙无关的方式诱导TRPV3通道的激动剂特异性脱敏。

[0075] 染料或成色剂的实例包括本领域市售的用于生产无碳复写纸且已知不会与异氰酸酯反应的那些染料或成色剂。其实例是三苯基甲烷化合物、二苯基甲烷化合物、双吡啶并苯酐化合物、双芳基吡啶基甲烷化合物、氧杂蒽化合物、苯并噁嗪化合物、噻嗪化合物和螺吡喃化合物类型的化合物,尤其是那些已知用作用于生产无碳复写纸的成色剂的化合物。也可以使用多种成色剂的混合物。例如,在EP-A 591,106、EP-A 315,901、EP-A 234,394、DE-A 3,622,262和EP-A 187,329中描述了一些有用的成色剂。

[0076] 相变材料是具有高熔解热的物质,在一定温度下熔化和凝固,能够储存和释放大量的能量。这些材料也可归类为潜热储存单元。这类材料的例子是硬脂酸、石蜡和蜡。本发明的另一个方面涉及一种产品,优选香料产品,包含根据本发明的核壳胶囊,优选其中所述产品是选自由个人护理产品、家庭护理产品和洗衣护理产品组成的组的消费品产品。

[0077] 个人护理产品的实例包括洗发水、漱口水、护发素、肥皂、面霜、沐浴乳或浴盐等沐浴露、沐浴皂、沐浴液、慕斯、油或凝胶、卫生用品、化妆品制剂、身体乳、除臭剂、止汗剂、免洗型个人护理用品,包括头发清爽剂和乳液;个人清洁剂或消毒剂;以及织物护理产品,诸如如织物清新剂。冲洗产品可以是任何物理形式的液体、固体、糊状物或凝胶。

[0078] 家庭护理产品的实例包括固体或液体洗涤剂、多用途清洁剂、织物柔软剂和清新剂、熨烫水和洗涤剂、柔软剂和干燥剂,其中优选液体、粉末和片剂洗涤剂、增香剂和织物柔软剂。

[0079] 香料产品也可以以精细香料产品,包括香水、须后乳液和古龙水的形式存在。

[0080] 优选的洗衣护理产品包括含有洗涤剂的制剂,诸如粉末和液体洗涤剂以及织物柔软剂。作为洗涤剂,包括诸如用于洗碗或清洁各种表面的洗涤剂组合物或清洁产品等产品,例如用于处理纺织品或硬表面,诸如地板、瓷砖、石材地板等。

[0081] 本发明的另一个方面涉及一种用于制造核壳胶囊,优选根据本发明的核壳胶囊的方法,所述方法包括:

[0082] (i) 提供分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯、一种或更多种待封装的其他组分、和可选地一种或多种溶剂,

[0083] 优选其中所述直链和/或支链脂肪族多异氰酸酯的总量与所述环状脂肪族多异氰酸酯的总量的重量比的范围为90:10至10:90,优选为70:30至15:85,更优选为60:40至20:80,最优选为50:50至20:80,

[0084] (ii) 提供一种或多种交联剂,

- [0085] (iii) 如果适用,制造包含步骤(i)的的成分的溶液(1),其中溶液(1)不溶于水,
- [0086] (iv) 制造溶液(1)在步骤(ii)的所述成分的水溶液(2)中的分散液,可选地,其中水溶液(2)还包含一种或多种如上定义的胶体稳定剂,
- [0087] (v) 使溶液(1)的多异氰酸酯与溶液(2)的所述交联剂反应,并且
- [0088] (vi) 可选地,随后将反应混合物的温度维持在40至80℃的范围内0.5至5小时,
- [0089] 优选其中在所述方法的任一步骤中不提供或使用芳香族多异氰酸酯,也不使之发生反应。
- [0090] 如上所述,芳香族多异氰酸酯是其中两个或更多个异氰酸酯残基直接与芳香C原子结合的化合物及其衍生物,其中,每一个衍生物包含一个以上异氰酸酯基团并且还包含一个或多个选自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物组成的组的基团。所述芳香族多异氰酸酯的衍生物也可通过使所述芳香族多异氰酸酯与多元醇(例如甘油)、多胺、聚硫醇(例如二巯基丙醇)和/或其混合物反应而获得。
- [0091] 优选地,根据本发明的方法中使用的直链和/或支链以及环状脂肪族多异氰酸酯均完全不包含任何芳香族结构。
- [0092] 容易理解的是,步骤(i)的脂肪族多异氰酸酯包括脂肪族多异氰酸酯的二元或三元混合物。二元混合物包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和至少一种环状脂肪族多异氰酸酯的混合物。另一种二元混合物是分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种支链脂肪族多异氰酸酯和至少一种环状脂肪族多异氰酸酯的混合物。优选地,三元混合物包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯、至少一种支链脂肪族多异氰酸酯和至少一种环状脂肪族多异氰酸酯。可能使用的溶剂如上所示。
- [0093] 因此,可提供优选的核壳胶囊,其中所述壳包括聚合物材料或由其构成,并且其中所述聚合物材料通过使成分(A)与成分(B)反应来制造或可通过使成分(A)与成分CB)反应来制造,其中成分(A)包括具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯,或由两者构成,优选其中所述直链脂肪族多异氰酸酯的总量与所述环状脂肪族多异氰酸酯的总量的重量比的范围为90:10至10:90,优选70:30至15:85,更优选60:40至20:80,最优选50:50至20:80,并且成分(B)包括一种或多种交联剂或由其构成。
- [0094] 因此,可提供另一种优选的核壳,其中所述壳包括聚合物材料或由其构成,并且其中所述聚合物材料通过使成分(A)与成分(B)反应来制造或可通过使成分(A)与成分(B)反应来制造,其中成分CA)包括具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种支链脂肪族多异氰酸酯以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯或由其构成,优选其中所述支链脂肪族多异氰酸酯的总量与所述环状脂肪族多异氰酸酯的总量的重量比的范围为90:10至10:90,优选70:30至15:85,更优选60:40至20:80,最优选50:50至20:80,并且成分(B)包括一种或多种交联剂或由其构成。
- [0095] 因此,可提供又一种优选的核壳,其中所述壳包括聚合物材料或由其构成,并且其中所述聚合物材料通过使成分(A)与成分(B)反应来制造或可通过使成分(A)与成分(B)反应来制造,其中成分(A)包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环

状脂肪族多异氰酸酯,或者由上述三者构成,优选其中所述直链和/或支链脂肪族多异氰酸酯的总量与所述环状脂肪族多异氰酸酯的总量的重量比的范围为90:10至10:90,优选70:30至15:85,更优选60:40至20:80,最优选50:50至20:80,并且成分(B)包括一种或多种交联剂或由其构成。

[0096] 如上所述,步骤(ii)中提供的交联剂可以是任何具有至少两个能够在形成稳定的键时与异氰酸酯反应的官能团的化合物。所述交联剂优选包含2、3、4、5、6、7、8、9或10个(或更多)能够在形成稳定键时与异氰酸酯反应的官能团。官能团可以是相同的,诸如在多元醇、多胺或多硫醇中,诸如甘油,也可以不同,诸如在醇胺、氨基硫醇或硫醇醇中,诸如二巯基丙醇。可采用不同交联剂的任何组合。多胺是优选的交联剂。

[0097] 或者,在步骤(ii)中,提供任何其他类型的分子以形成所述交联剂。这种分子的优选实例是水。水分子可在形成多胺的情况下与脂肪族多异氰酸酯的一部分反应,而多胺又在形成用于形成壳的聚合物材料的情况下与脂肪族多异氰酸酯的剩余部分反应。因此,步骤(ii)可指向“提供一种或多种引起交联剂形成的分子,优选其中一种或多种引起交联剂形成的分子包括水”。在这种情况下,本领域技术人员将相应地调整根据本发明的方法。

[0098] 使溶液(1)的多异氰酸酯与溶液(2)的交联剂反应的步骤(v)可在任何温度下进行,优选在40至80℃、更优选50至75℃或60至70℃的温度下。

[0099] 随后将反应混合物的温度维持在40至80℃的范围内0.5至5小时的可选步骤(vi)优选地在与步骤(v)相同的温度下进行。将反应混合物的温度维持在所需范围内的优选时间段为0.75至4小时,诸如1至3小时或2小时。

[0100] 根据另一个优选的实施方式,步骤(i)的直链或支链脂肪族多异氰酸酯选自由五亚甲基二异氰酸酯(PDI,诸如日本三井化学株式会社的Stabio D-370N或D-376N)、六亚甲基二异氰酸酯(HDI)、乙酯赖氨酸三异氰酸酯、赖氨酸二异氰酸酯乙酯、以及它们的衍生物组成的组,优选其中每一种衍生物包含一个以上异氰酸酯基团并可选地还包含一个或多个选自自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物组成的组的基团,并且/或者其中环状脂肪族多异氰酸酯选自由异佛尔酮二异氰酸酯(IPDI)、1,3-二(异氰酸根合甲基)环己烷(H6XDI,诸如日本三井化学株式会社的Takenate 600)、1,2-二(异氰酸根合甲基)环己烷、1,4-二(异氰酸根合甲基)环己烷、亚甲基二(环己基异氰酸酯)(H12MDI)、以及它们的衍生物组成的组,优选其中每一种衍生物包含一个以上异氰酸酯基团并可选地还包含一个或多个选自自由缩二脲、异氰脲酸酯、脲二酮、亚氨基噁二嗪二酮和三羟甲基丙烷加合物(诸如日本三井化学株式会社的H6XDI的TMP加合物,尤其是Takenate D-120N)组成的组的基团。

[0101] 上述化合物的异构体和衍生物可如上所述包括在内。

[0102] 本发明的另一个方面涉及一种根据本发明提供的核壳胶囊,所述胶囊通过如上定义的方法制造或可通过如上定义的方法制造。

[0103] 本发明的又一个方面涉及根据本发明的核壳胶囊,或优选根据本发明的产品用于使纺织品、毛发、皮肤、表面和/或环境空气增香的用途。

[0104] 根据本发明的核壳胶囊的这种用途优选通过使用上述产品,优选是包含本发明的核壳胶囊的香料产品来实现。所述产品优选是选自由个人护理产品、家庭护理产品和洗衣护理产品组成的组的消费品产品。

[0105] 在本发明的上下文中,“具有/包含”这样的表述表明开放式例举,并不将除明确指定的成分之外的其他成分排除在外。

[0106] 在本发明的上下文中,“由……构成”这一表述表明封闭式例举,并将除明确指定的成分之外的任何其他成分排除在外。

[0107] 在本发明的上下文中,“基本上由……构成”这一表述表明部分封闭式例举,并表明除了所指定的成分之外只具有那类不会实质性改变根据本发明的制剂的性质的其他成分的制剂。

[0108] 当在本发明的上下文中使用“具有”来描述制剂时,这明确包括由所述成分构成或基本上由所述成分构成的制剂。

[0109] 本发明的这些和其他方面将由下面描述的实施方式显而易见并加以阐明。

附图说明

[0110] 图1示出了用于制造核壳胶囊的方法的优选实施方式的示意图;

[0111] 图2示出了喷有0.2%胶囊浆液的水性稀释液的纸巾的香味释放;

[0112] 图3示出了新制备的织物柔软剂样品在揉捏和摩擦经处理的测试织物后的胶囊的香味释放;

[0113] 图4示出了织物柔软剂中胶囊在40℃储存4周后在揉捏和摩擦经处理的测试织物后的香味释放;

[0114] 图5示出根据本发明的核壳胶囊经时的爆裂;以及

[0115] 图6示出了新制备的织物柔软剂样品在揉捏和摩擦经处理的测试织物后的胶囊的香味释放。

具体实施方式

[0116] 图1中,示出了根据本发明的用于制造核壳胶囊的示例性方法的示意图。通过将异氰酸酯前体,即包括分别具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种直链脂肪族多异氰酸酯和/或至少一种支链脂肪族多异氰酸酯、以及具有一个以上异氰酸酯基团的至少一种环状脂肪族多异氰酸酯,或者由以上物质构成的成分(A),与香料和/或其他活性组分完全混合来制备内相。在单独的烧杯中,通过完全混合组分在水中制备包含保护胶体的外相。在下一步骤中,内相和外相完全混合以获得香料在水中的乳液。随后,添加交联剂并继续混合,直到含有香料和/或其他活性组分的核壳胶囊固化。所有步骤优选在例如使用传统涡轮搅拌机或溶解盘的完全混合下进行。一般而言,高剪切混合/静态混合可用于制备乳液。

[0117] 表1显示了胶囊在织物柔软剂中的分析储存稳定性。

[0118]

	0t 16 2 049	0t 16 2 057	0t 16 2 059	0t 16 2 068	0t 16 2 074	0t 16 2 075
柔软剂测试制剂 中的稳定性 新鲜制剂[%]	94	93	98	97	95	96
柔软剂测试制剂 中的稳定性 1 周@40℃[%]	81	81	89	86	84	87
柔软剂测试制剂 中的稳定性 4 周@40℃[%]	73	73	86	76	81	76
柔软剂测试制剂 中的稳定性 8 周@40℃[%]	70	67	84	70	73	68
柔软剂测试制剂 中的稳定性 12 周@40℃[%]	66	62	82	63	63	54
评论	根据现有技术 的胶囊	根据本发明 的胶囊	根据本发明 的胶囊	未根据本发 明的胶囊	根据本发明 的胶囊	根据本发明 的胶囊
异氰酸酯的比率	参见实施例 2	4:6 HDI:H6XDI	2:8 HDI: H6XDI	参见实施例 3	1:1 PDI:H6XDI	4:6 PDI:H6XDI
游离油	0.1	0.0	0.2	0.1	0.1	0.1
总油	16.8	13.8	14.1	16.6	15.3	16.2
粒径 D50[μm]	22.5	28.7	25.8	23.2	25.5	25.8
干渣[%]	38.7	34.2	33.8	34.5	35.5	33.9

[0119] 表1:根据本发明制备的含有香料Tomcap/VOT(植物油甘油三酸酯)的核壳胶囊的实例

[0120] 用包含根据本发明的胶囊的织物柔软剂处理的毛巾经过揉捏和摩擦。在揉捏前、揉捏后和摩擦后,用1至9的等级评估样品的嗅觉强度。对用未增香的柔软剂基料处理过的毛巾进行同样的处理。正如预期的那样,未增香的软化剂基料不会显示出任何明显的气味的发展。在所有的实施例中,根据本发明制备的胶囊显示出与根据现有技术制备的参考样品相同或更高的强度。新加入织物柔软剂制剂中的根据本发明的胶囊(参见图3)显示出与在织物柔软剂(参见图4,40℃下且包装在塑料袋中)中存储4周后的根据本发明的胶囊相同的趋势。重复图3所示的测试,结果得到确认(图6)。

[0121] 图5示出了在织物柔软剂中的胶囊经过了储存时间后的爆裂。结果表明,根据本发明制备的所有胶囊在储存后表现出显著高于参考样品(根据现有技术的胶囊)和未增香样

品的嗅觉强度。

[0122] 虽然在附图和前面的描述中已经详细地说明和描述了本发明,但这种说明和描述将被视为说明性或示例性的,而非限制性的;本发明不限于所公开的实施方式。本领域技术人员通过对附图、公开的内容和所附权利要求的研究,可以理解和实现对所公开实施方式的其他变体。

[0123] 在此关于根据本发明的核壳胶囊的(优选)实施方式所述的内容相应地适用于在此所述的根据的本发明的产品、方法和用途。因此,本文描述的实施方式只要技术上合理可以彼此组合。

[0124] 在权利要求中,“包括”一词并不排除其他要素或步骤,名词可以表达单数概念,也可以表达复数概念。单个要素或其他单元可实现权利要求书中所述的若干项的功能。某些措施在相互不同的独立权利要求中被陈述这一事实并不意味着这些措施的组合不能发挥作用。权利要求书中的任何参考标志不应被解释为限制范围。

[0125] 下面,将通过实施例来描述本发明,其中本发明不限于以下实施例。

[0126] 实施例

[0127] 实施例1:根据本发明的胶囊浆液

[0128] 通过在250g去离子水中溶解0.7g聚乙烯醇(例如Celvol 523,如欧洲积水特种化学品,西班牙有限公司)来制备外相。将5g H6XDI(例如,Takenate 600,如日本三井化学株式会社)和5g PDI(例如,Stabio D-376N,如日本三井化学株式会社)溶解在95g 266485 TOMCAP和95g 192060蔬菜油甘油三酸酯(例如两者均为Symrise AG Holzminden)中。该溶液在外相中乳化,直到达到约20 μ m的粒径分布。加入5g碳酸胍在30g水(如德国Aldrich)中的溶液,将系统加热至70 $^{\circ}$ C。在搅拌下使该温度保持2至5小时。将溶液冷却至室温并加入0.6g KelcoVis DG(如法国CP Kelco)。

[0129] 实施例2:根据现有技术的胶囊浆液

[0130] 通过在250g去离子水中溶解2.5g聚乙烯醇(例如Celvol 523,如欧洲积水特种化学品,西班牙有限公司)来制备外相。将2g MDI (Fennocap 2301,如美国凯米拉化学公司)和8g HDI (Desmodur N 3400,如德国科思创)溶解在95g 266485 TOMCAP和95g 192060蔬菜油甘油三酸酯(两者均为Symrise AG Holzminden)中。该溶液在外相中乳化,直到达到约20 μ m的粒径分布。然后,加入5g碳酸胍(如德国Aldrich)在30g去离子水中的溶液,将系统加热至70 $^{\circ}$ C。在搅拌下使该温度保持2至5小时。将溶液冷却至室温并加入0.6g KelcoVis DG(如法国CP Kelco)。

[0131] 实施例3:根据本发明的胶囊浆液

[0132] 通过在250g去离子水中溶解0.7g聚乙烯醇(例如Celvol 523,如欧洲积水特种化学品,西班牙有限公司)来制备外相。将6g H6XDI(例如,Takenate 600,如日本三井化学株式会社)和4g HDI (Desmodur N 3400,如德国科思创)溶解在95g 266485 TOMCAP和95g 192060蔬菜油甘油三酸酯(例如两者均为Symrise AG Holzminden)中。该溶液在外相中乳化,直到达到约20 μ m的粒径分布。然后,加入5g碳酸胍在30g水(如德国Aldrich)中的溶液,将系统加热至70 $^{\circ}$ C。在搅拌下使该温度保持2至5小时。将溶液冷却至室温并加入0.6g KelcoVis DG(如法国CP Kelco)。

[0133] 实施例4:未根据本发明的胶囊

[0134] 通过在250g去离子水中溶解0.7g聚乙烯醇(例如Celvol 523,如欧洲积水特种化学品,西班牙有限公司)来制备外相。将2g MDI (Desmodur M44,如德国科思创)和8g HDI(例如,Desmodur N 3400,如德国科思创)溶解在95g 266485 TOMCAP和95g 192060蔬菜油甘油三酸酯(例如两者均为Symrise AG Holzminden)中。该溶液在外相中乳化,直到达到约20 μ m的粒径分布。然后,加入5g碳酸胍在30g水(如德国Aldrich)中的溶液,将系统加热至70℃。在搅拌下使该温度保持2至5小时。将溶液冷却至室温并加入0.6g KelcoVis DG(如法国CP Kelco)。

[0135] 织物柔软剂的分析稳定性试验

[0136] 将酯季铵盐含量为约17重量%的未增香织物柔软剂测试制剂与1重量%的胶囊浆液混合并于40℃存储。在分别为1;4;8和12周的存储期后,借助上面空气相中的顶空测量法测定从胶囊中扩散到基料的香料原料的量。报告值是储存后仍残留在胶囊中的香料油的百分比。

[0137] 感官性能测试

[0138] 方法A

[0139] 将所得胶囊分散液的0.2%水性稀释液喷洒在纸巾(Katrin®经典工业毛巾XXL2500蓝,德国克罗伊茨奥MetsäTissue GmbH)上。在环境温度下干燥两天后,测试样品的感官性能。嗅觉强度由5名经验丰富的测试者组成的小组在毛巾被揉捏前、揉捏后和摩擦后确定。嗅觉强度由1(无可检测到的气味)到9(非常强烈的气味)等级来判断。

[0140] 方法B

[0141] 未增香的织物柔软剂测试制剂与0.3重量%的胶囊浆液混合。这些样品分别存储0;1;4和8周。在每种情况下,在标准欧洲家用洗衣机中,用20g柔软剂胶囊浆液混合物洗涤毛巾布毛巾。旋转周期结束后,将毛巾从机器中取出并晾干。随后,嗅觉强度由11名经验丰富的测试者组成的小组在毛巾被揉捏前(“未处理”)、揉捏后和摩擦后确定。嗅觉强度由1(无可检测到的气味)到9(非常强烈的气味)等级来判断。

[0142] 织物柔软剂测试制剂

[0143]	组分	来源	重量百分比
	软化水		82.68
	Rewoquat WE 18	德国赢创营养保健有限公司	16.60
	Parmetol K 40	德国 Julius Hoesch GmbH&Co. KG 公司	0.10
	Xiameter AFE-1520	德国 Biesterfeld Spezialchemie GmbH 公司	0.30
	氯化镁	德国 Sigma-Aldrich 公司	0.32

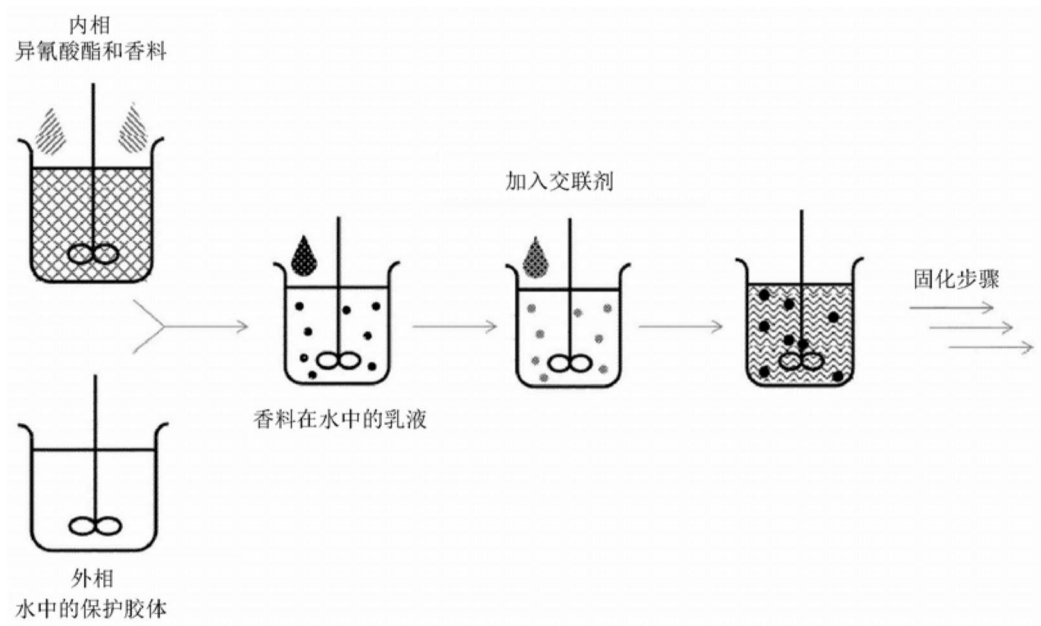


图1

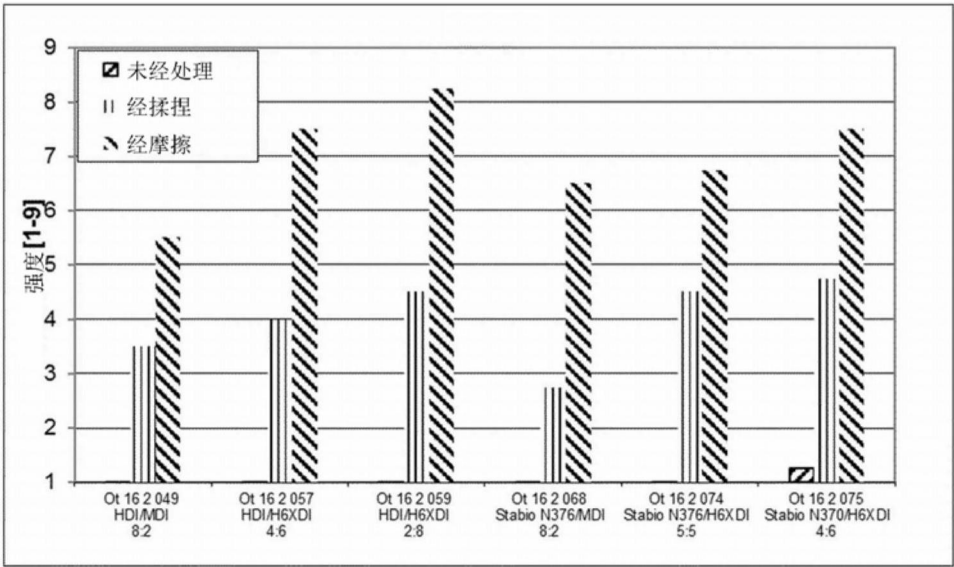


图2

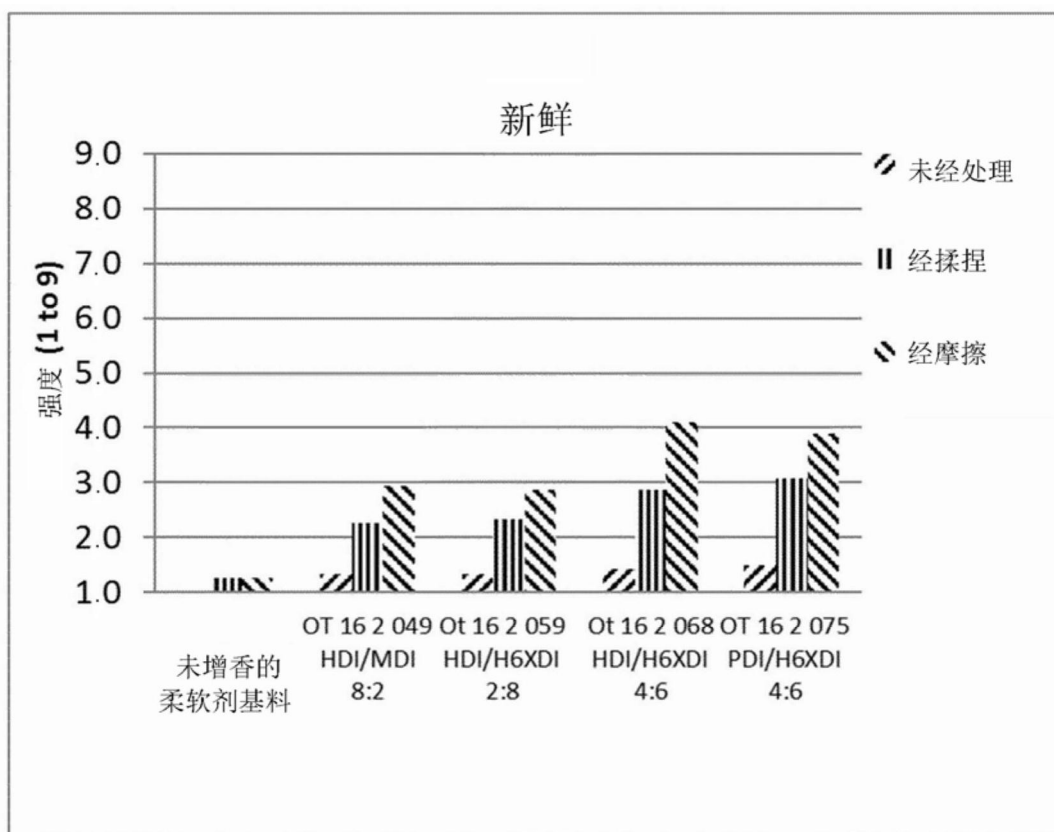


图3

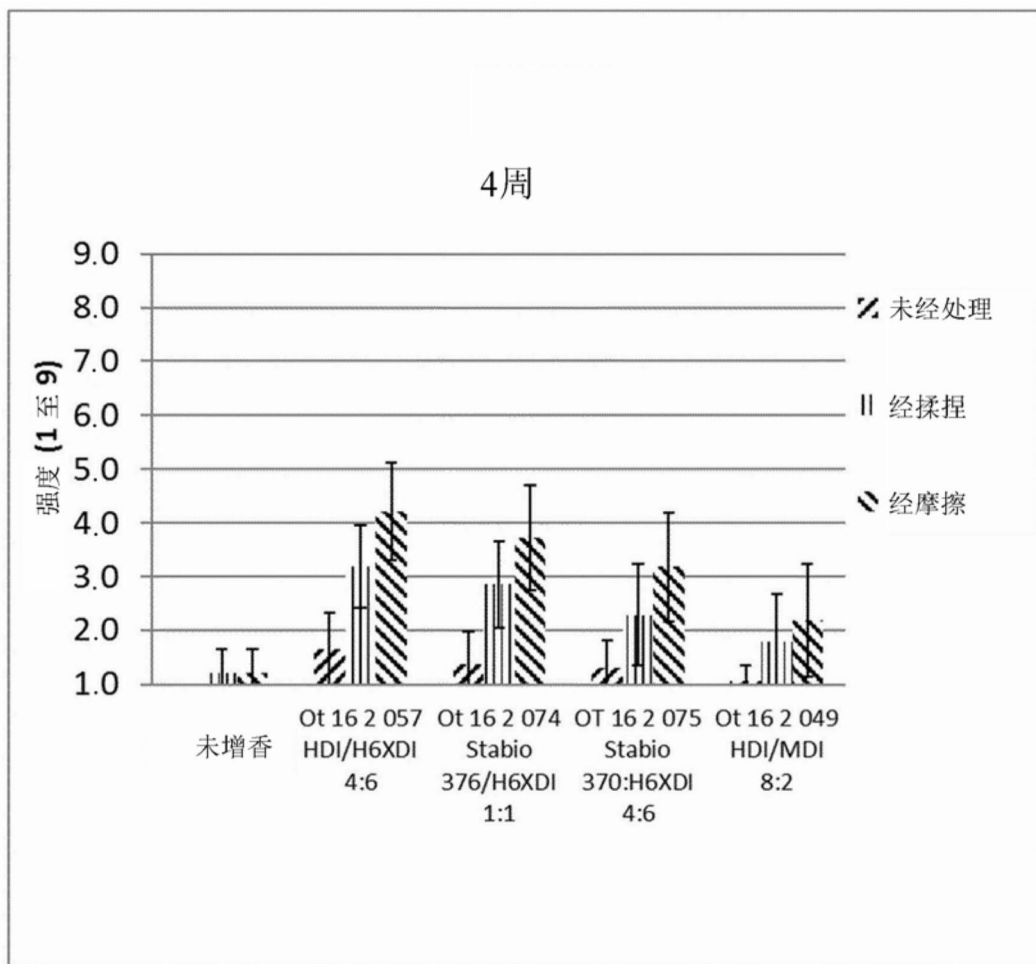


图4

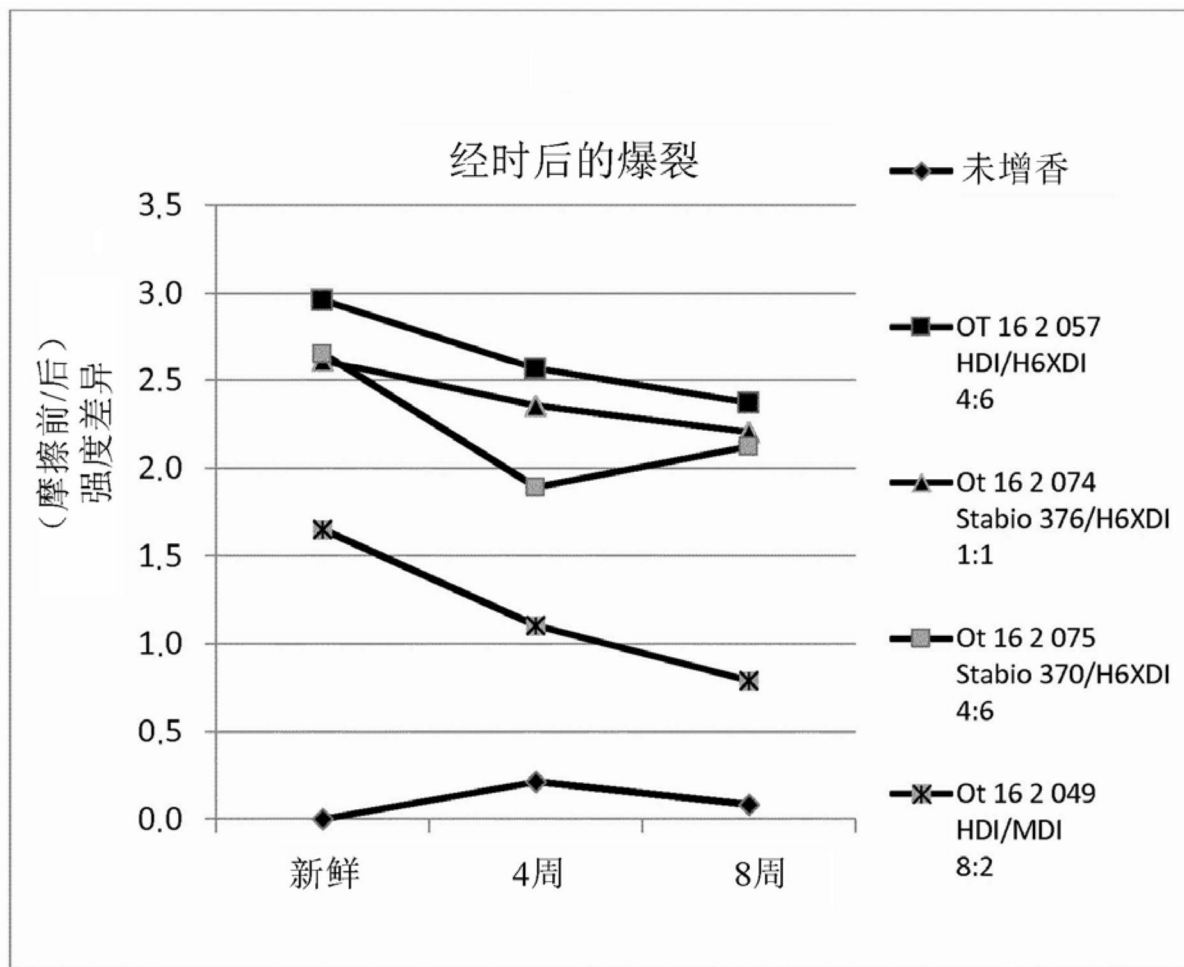


图5

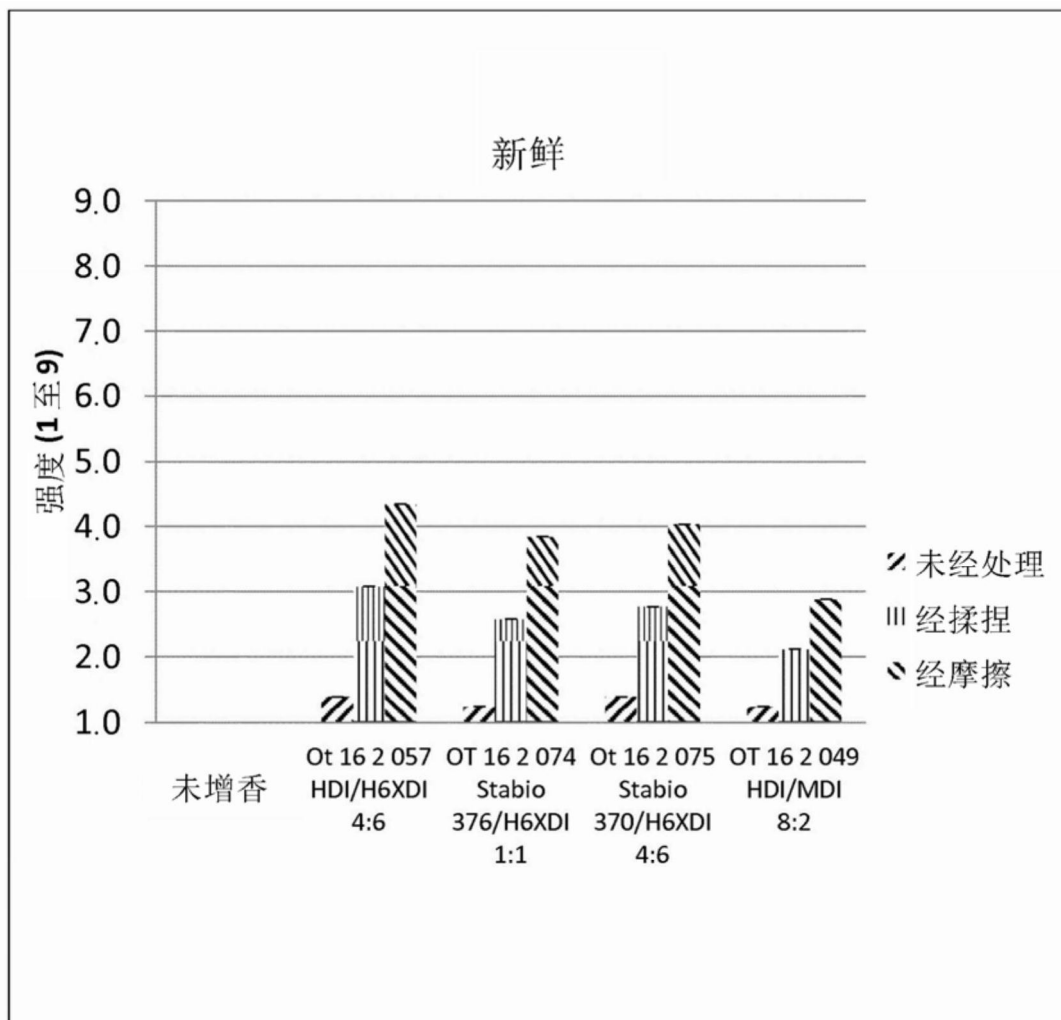


图6