



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 89109840.2

[51] Int. Cl<sup>5</sup>

C11D 3/50

[43] 公开日 1990年8月1日

[22] 申请日 89.12.29

[30] 优先权

[32] 88.12.29 [33] US [31] 291,882

[71] 申请人 普罗格特-甘布尔公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 威廉·罗伯特·迈克尔

[74] 专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 李若娟

B01J 13/10

说明书页数: 14

附图页数:

[54] 发明名称 用于粒状洗涤剂组合物的香料微囊

[57] 摘要

敷有水不溶性阳离子织物活性剂的含香微囊用于粒状洗涤剂组合中, 在家庭洗衣期间能有效地将织物香化, 还提供一种香料传递的方法。

<22>

## 权 利 要 求 书

---

1、平均大小为5到500微米的微囊，其特征在于，每个微囊的组成是：

(i) 一个含香液芯；和

(ii) 一个固态聚合物壳完全包裹所说的液芯，所说的壳平均厚度为0.1到50微米，所说的壳体由聚阳离子和聚阴离子材料复合凝聚而成；微囊敷有基本上水不溶性阳离子织物软化剂，其熔点介于40°C到150°C，微囊和阳离子织物软化剂的重量比在3：1到50：1之间。

2、根据权利要求1所说的微囊，其中微囊壳壁材料是通过A型凝胶和阿拉伯树胶或多磷酸盐材料复合凝聚而成的。

3、根据权利要求1所说的微囊，其中阳离子织物软化剂是C<sub>12</sub>-C<sub>20</sub>二烷基二甲基铵盐。

4、根据权利要求3所说的微囊，其中微囊与阳离子软化剂的重量比介于4：1到20：1之间，最好是在5：1到10：1之间。

5、根据权利要求1至4中任何一个权利要求所说的微囊，其平均大小介于80到150微米之间

6、粒状洗衣洗涤组合物包括重量占5%到99%的洗涤辅助剂，洗涤辅助剂是从含有水溶性洗涤表面活性剂，洗净助洗剂和它们的混合物的组中选取的，所说的组合物的特征在于，其含有重量占0.1%到20%的香料微囊，微囊的平均大小介于5到500微米之间，每个微囊的基本组成是：

(i) 一个含香液芯；和

(ii) 一个固态聚合物壳完全包裹所说的液芯，所说的壳平均厚度为0.1到50微米，所说的壳体由聚阳离子和聚阴离子材料复合凝

聚而成；所说的微囊敷有基本上水不溶性阳离子织物软化剂，其熔点介于40°C 到150°C之间，其中微囊与阳离子软化剂的重量比为3 : 1到50 : 1。

7、根据权利要求6所说的组合物，其中微囊壳壁材料是通过A型凝胶和阿拉伯树胶或多磷酸盐材料复合凝聚而成，并且，其中阳离子织物软化剂是C<sub>12</sub>—C<sub>20</sub>二烷基二甲基铵盐，微囊和阳离子织物软化剂的重量比为20 : 1到4 : 1。

8、根据权利要求6所说的组合物，包括重量占20%到80%的洗涤辅助剂。

9、根据权利要求8所说的组合物，包括重量占10%到40%的洗涤表面活性剂和重量占20%到50%的洗净助洗剂。

10、处理织物的方法包括将所说的织物和洗衣溶液相接触，该洗衣溶液中含有有效数量的根据权利要求6所说的组合物。

## 用于粒状洗涤组合物的香料微囊

本发明涉及的是某种涂敷含香微囊，当其用于粒状洗衣洗涤组合物时，在家庭洗衣过程中，它能有效地把香料传递给织物。这种含香微囊敷有水不溶性阳离子织物软化剂以在预浸渍池或洗衣机中时，使微囊能十分容易地附着在织物上。胶囊通过经其胶囊壁的扩散和在织物转动期间胶囊的破裂来释放香味。

在洗衣期间，把香料，特别是挥发性和非持久性香料传递给织物是十分困难的。表面活性剂通常被用于预浸渍和洗涤阶段以去除织物上的脏物(尘土)。同时，它的使用也给向织物附着香料带来了困难。此外，在干燥过程中要保持织物上的香料，特别是挥发性和非持久性香料也是十分困难的。

虽然用微囊处理织物的方法已经公知(见，例如，1975年3月11日公开，Ida等，3,870,542号美国专利；和1972年1月4日公开，Pandell等，3,632,296号美国专利)；这些在先的织物处理方法通常要求使用大量的微囊以保证有效的传递胶囊。

1980年11月18日公开，Schilling, 4,234,627号美国专利和1979年3月20日公开，Brain等，4,145,184号美国专利披露了含脆性微囊的粒状组合物，微囊含调节剂，包括香料，用以在家庭洗衣的预浸渍/洗衣期间把调节剂传递给织物。

尽管有上述披露，仍需要改善组合物，以使其能够更有效地把香料传递给织物。

据此，本发明的目的就是要提供一种高效含香微囊，当把其用于粒状浸洗涤组合物时可大量地有效地向被洗涤的织物传递香料。

本发明的另一个目的是提供一种在洗衣过程的浸泡或洗涤阶段，向织物传递香料的一种经改进了方法。

我们可以惊奇地发现，通过使用敷有水不溶性阳离子织物软化剂的一些特殊类型的含香微囊，就可以实现上述的目的。

本发明所涉及的微囊的平均尺寸大约为5—500微米，每个微囊的基本组成是：

(i) 一个含香液芯；和

(ii) 一个固态薄聚合物壳完全包裹着含香液芯，其壳的平均厚度大约为0.1—50微米，并由聚阳离子和聚阴离子材料的复合凝聚而成。所说的微囊基本上敷有水不溶性阳离子织物软化剂，其熔点大约在40°C和150°C之间，其中微囊同阳离子软化剂的重量比大约在3：1到50：1之间。

本发明还涉及了粒状洗衣洗涤组合物，其包含大约0.1%到20%的上述含香微囊和重量大约占5%至99%的洗涤辅助剂，该洗涤辅助剂是由水溶性洗涤表面活性剂，洗净助洗剂和它们的混合物形成的组合中选取的。

另外，本发明还涉及了用上述组合物处理织物的方法。

本发明包括家庭洗衣时给织物敷予带含香微囊的粒状洗涤组合物，含香微囊敷有水不溶性阳离子软化剂。在浸泡池或洗衣机中期间，阳离子织物软化剂促使胶囊向织物上附着。其后，胶囊通过胶囊壁的扩散作用和通过被处理织物运动撞破胶囊壁来施放香味。如果不受理论限制，可以确信当胶囊通过洗衣溶液再水化时，在织物

洗衣过程中，阳离子软化剂与胶囊壁的阴离子聚合物部分的复合将增强香料的扩散作用。这使得在洗衣和/或干燥期间向织物传递的香料增多，正如所期望的那样。

本发明所使用的微囊由一个含一种或多种香料的液芯和一个薄聚合体壳组成，聚合体壳由聚阴离子和聚阳离子材料的复合凝聚而组成并完全包裹了液芯。通过用胶囊包裹香料(液态的)，在生产、销售和贮存粒状洗涤组合物过程中使香料能够受到保护并保存好，以便在洗衣中，使香料最有效地附着于织物上。香料实际上是由通过胶囊壁的扩散作用或织物运动期间撞破微囊时传递给织物的。这即可能发生在家庭洗衣过程中的机械洗涤可干燥阶段，也可能发生在织物洗衣后的使用阶段。

用于微囊液芯的香料可以是任何水不溶性(或基本上不溶于水)的香料并按要求的配方选择。(水溶性香料是很难用复合凝聚方法包裹的，该方法将在下面描述)。一般地说，这种香料的特性是在环境温度下，其汽压超过大气压。这里所用的香料在环境温度下通常为液态，但也可能是技术上公知的各种含樟脑香料。这样的香料所用的很多化学物质已经公知，包括诸如醛，酮，酯和类醛、类酮、类酯。把自然生成的植物和动物油及包含各种化学组合物的复杂混合物的渗出物用作香料是一种非常普通的公知技术。这些材料在这里也可被应用。这里，香料的成分可能相对简单，也可能十分复杂，如由自然和合成的化学组分的复杂混合物组成香料，全部的选择能够提供任何所需类型的香料。

这里，典型的香料能够由诸如含奇异材料的木质/土质香基那样的材料所组成，所说的奇异材料是例如檀香木油、灵猫香、绿叶

油这样的材料。香料可以很轻，花香料等等，象从玫瑰花中提取的香料，从紫罗兰中提取的香料，诸如此类。这里能够对香料进行调配，以提供所要求的果香型香料，如酸柠檬香料，柠檬香料，橙子香料等等。简而言之，任何散发令人愉快或其它所期望香味的材料都能用于微囊液芯以在其附着于织物上时发出所要求的香味。优先选用的香料包括麝子麝香，麝香酮，西藏麝香 (tibetine)，二甲苯麝香，橙花素 (aurantiol) 乙基香兰素和它们的混合物。此

类香料可参考1985年5月7日公开 Moeddel, 4, 515, 705号美国专利。

香料通常为液态并作为微囊芯的唯一材料。香料如果与液化剂溶剂相掺和，一般固体香料也可用于微囊芯。任何有机溶剂能够用来液化用于微囊芯的一般固体香料并形成一种能和此后描述的微囊壳材料化学相溶的溶剂。这里优先采用的溶剂是诸如无机油和十二烷之类的材料。

包裹液态含香芯以形成微囊的壳体材料可以是任何由聚阳离子和聚阴离子复合凝聚而形成的合适的聚合材料。壳体对于液芯材料和在贮存期间与壳体外表面相接触的物质基本上是不可渗透的。当微囊用洗衣溶液再水化时可以确信在洗涤和干燥阶段，微囊孔将膨胀以使香料扩散并由此增加香料向织物的传递。

这里，用于形成微囊聚合体壳的合适的聚阳离子材料包括象凝胶，聚(乙烯基吡咯烷酮)，聚(何丙啶)和白蛋白这样的材料。应优先选择A型凝胶。形成聚合体壳的合适的聚阴离子材料包括象阿拉伯树胶，聚(乙烯/顺式丁烯二酸酐)，聚(乙烯基甲基·乙基顺式丁烯二酸酐)，多磷酸盐，聚丙烯酸酯和胶体。应优先采用多磷酸盐，特别是六偏磷酸钠盐。

上述微囊可通过任何的常规复合凝聚过程形成。这些方法可参考2,800,457号、3,190,837号、3,317,434号、3,341,466号、3,533,958号、3,687,865号、3,697,437号和3,840,467号美国专利。

微囊的平均大小应该介于5到500微米之间，最好是在40至250微米之间，而大小在80至150微米之间最佳。本发明使用的胶囊体壳的平均厚度范围在0.1—50微米之间。最好是在0.4—30微米之间。

本发明中的微囊通常实质上是脆性的。脆性指的就是当受到外部压力或剪力时，微囊的破裂或挤破倾向。本发明的目的就是要利用微囊的脆性，如果它们附着在正在洗涤的织物上，当含胶囊织物在自动洗衣甩干机里翻滚或在人工搓洗或磨损时，它们就会因受到碰撞力而破裂。如果按照前述限制的胶囊的大小和壳厚，由上述壳体材料制成的微囊将是脆性的。

通过用阳离子织物软化剂包裹微囊，使上述微囊能够十分容易地附着在正在洗涤的织物上。这些基本上是水不溶性的材料，其是织物的独立实体，其熔点约在40°C—150°C的范围，最好是在49°C到105°C的范围。这里“基本上的水不溶性”的意思是在30°C时，就重量而言，水不溶性为1%或者更少。

适合的阳离子胶囊转移剂包括在1972年8月22日公开，Morton, 3686025号美国专利上列出的任何一种阳离子化合物(包括咪唑啉)，这篇专利文件是本发明的参考文件。这些材料在技术上已经公知，并包括，例如，至少带一个，最好带两个C<sub>10</sub>—C<sub>20</sub>脂肪烷基取代基的季铵盐；烷基咪唑啉盐，其中至少一个烷基含一个C<sub>6</sub>—C<sub>25</sub>碳“链”；C<sub>12</sub>—C<sub>20</sub>烷基吡啶鎓盐，诸如此类。

这里优先采用的阳离子软化剂包括季铵盐，其通式为R<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup>R<sup>4</sup>

$N^+$ ,  $X^-$ , 其中组 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 和 $R^4$ 为, 例如, 烷基,  $X^-$ 为一个阴离子, 例如为卤化物、硫酸一甲酯等等, 优先采用的是氯化物和硫酸一甲酯盐。特别优先采用的是那些其中每一个 $R^1$ 和 $R^2$ 是 $C_{12}-C_{20}$ 脂肪烷基及每一个 $R^3$ 和 $R^4$ 是 $C_1-C_4$ 烷基的胶囊转移剂。脂肪烷基可以混合, 即混合的 $C_{12}-C_{18}$ 椰子烷基和混合的 $C_{16}-C_{18}$ 脂烷基四元化合物。烷基 $R^3$ 和 $R^4$ 最好是甲基。

这里, 典型的季铵软化剂包括二牛脂烷基二甲基铵硫酸一甲酯盐, 二牛脂烷基二甲基铵卤化物, 二椰子烷基二甲基铵硫酸一甲酯盐和二椰子烷基二甲基铵卤化物。

上述微囊敷有织物软化剂, 微囊与软化剂的重量比通常在50:1到3:1之间变化, 最好为20:1到4:1, 而在10:1到5:1之间最佳。

织物软化剂最好完全把各微囊包裹或封裹起来, 一般是通过将微囊和一些液体介质形式的软化剂完全混合, 随后对其进行干燥, 使涂盖层固化来实现的。任何传统的涂敷技术都能够使用, 包括喷涂或流化床涂敷方法。这些均适用于商业化生产。

就重量而言, 阳离子织物软化剂涂料能够任意含有较小数量的非离子胶囊转移剂(如, 小于50%, 最好是小于20%), 这种转移剂可参考4, 234, 627号美国专利, Schilling。

粒状洗衣洗涤剂预浸渍和/或洗衣组合物中含有上述涂敷含香微囊, 其重量约占0.1%到20%左右, 最好是约占0.3%到10%左右, 而约占0.5%到5%左右则更好。这些组合物中还含有洗涤辅助剂, 其重量约占5%到99% 最好是约占10%到90%左右, 而约占20%到80%左右则更好。辅助剂是从含有水溶性洗涤表面活性剂。洗净

助洗剂和它们的混合物的组中选择出来的。

用于预浸渍/洗衣的洗涤组合物中的水溶性表面活性剂包括任何在洗涤领域中已知的普通阴离子、阳离子、两性和两性离子洗涤表面活性剂。还可以使用表面活性剂的混合物。尤其是在1973年2月20日公开，Booth, 3, 717, 630号美国专利和1967年7月25日公开，Kessler等, 3, 332, 880号美国专利这两篇参考文献上列出的表面活性剂在这里能够使用。适用于所列举的组合物的表面活性剂有无数种，如下所述。

高级脂肪酸的水溶性盐即“肥皂”，在这种合成盐中是有效的阴离子表面活性剂。这包括碱金属皂，例如高级脂肪酸的钠、钾、铵和羟基铵盐，这些脂肪酸含有大约8到24个碳原子，最好是大约12到18个碳原子。肥皂能够通过脂肪和油的直接皂化或通过游离脂肪酸的中和来制造。特别有用的是从椰油和动物脂肪中获得的脂肪酸混合物的钾盐和钠盐，即动物脂钠盐或钾盐和椰油肥皂。

有效的阴离子表面活性剂还包括有机硫反应生成物的水溶性盐，最好是碱金属、铵和羟基铵盐，其分子结构有一个烷基内含10到20个左右碳原子，还有磺酸或硫酸脂。（“烷基”为酰基的醇基部分）。这组合成表面活性剂的例子的烷基硫酸钾盐和钠盐，特别是那些经过高级醇（ $C_8-C_{18}$ 碳原子）硫酸化所得的，就象那些通过还原或动物脂的甘油酯椰子油所产生的；和烷基苯磺酸钾盐和钠盐，在直链或支链结构上，其烷基含9到15个左右碳原子，例如，2, 220, 099和2, 477, 383号美国专利中所描述的。特别重要的是直线链烷基苯磺酸盐，其烷基的平均碳原子数为11到13个左右，缩写为 $C_{11}-C_{13}$  LAS。

其他阴离子表面活性剂为烷基丙三基醚磺酸钠盐，特别是那些从动物脂或椰子油获取的高醇的醚；椰子油脂肪酸单酸甘油酯磺酸钠盐和硫酸盐；烷基苯酚乙烯氧化物醚硫酸钠盐或钾盐。每个分子含1到10个单位左右的乙烯氧化物，其中烷基含大约8到12个碳原子；烷基乙烯氧化物醚硫酸钠钾盐每个分子含大约1到10个单位的乙烯氧化物，其中烷基含大约10到20个碳原子。

其他实用的阴离子表面活性剂包括 $\alpha$ 磺化脂肪酸酯水溶性盐，其脂肪酸基含大约6到20个碳原子，其酸基含大约1到10个碳原子； $\alpha$ -酰基烷烃-1-磺酸水溶性盐，其酰基含大约2到9个碳原子，其烷烃部分含大约9到23个碳原子；烯炔和石蜡磺酸水溶性盐，含大约12到20个碳原子； $\beta$ -烷氧基烷烃磺酸盐的烷基含大约1到3个碳原子；其烷烃部分含大约8到20个碳原子。

水溶性非离子表面活性剂也适用于本发明的组合物。这种非离子材料包括由烯化羟基(实质上是亲水的)和一个有机疏水化合物冷凝生成的化合物。该化合物实质上可能是脂族或烷基芳族化合物。与任何特殊疏水基冷凝的聚氧化烯基长度可以调节到产生一个在亲水和疏水元素间具有要求的平衡度的水溶性化合物。

适用的非离子表面活性剂包括烷基苯酚的聚乙烯氧化物冷凝物，例如，烷基苯酸的冷凝产物有一个在直链构型或支链构型中含大约6到15个碳原子的烷基，每摩尔烷基苯酚对应大约3到12摩尔的乙烯氧化物。

较好的非离子表面活性剂为脂族醇的水溶和水分散的冷凝产物在直链构型或支链构型中含8到22个碳原子，每摩尔醇对应3到12摩

尔乙烯氧化物。更佳的非离子表面活性剂为醇的冷凝产物，其具有一个含9至15个碳原子左右的烷基，且每摩尔醇对应4到8摩尔的乙烯氧化物。

半极性非离子表面活性剂包括水溶性胺氧化物，其含一个含约10到18个碳原子的烷基部分和从烷基及大约1到3个碳原子的羟烷基部分的组中选取的两个部分；水溶性磷化氢氧化物含有一个约10个到18个碳原子的烷基部分和从烷基及含约1到3个碳原子的羟烷基的组中选取的两个部分；水溶性性亚砷含一个约10到18个碳原子的烷基部分和一个从烷基及约1到3个碳原子的羟烷基部分的组中选取的部分。

两性表面活性剂包括脂族衍生物或杂环仲和叔胺的脂族衍生物，其脂族部分能够是支链或直链，其中一个脂族取代基含约8到18个碳原子和至少一个脂族取代基含一个阴离子和水加溶基。

两性离子表面活性剂包括脂族衍生物，季铵，磷鎓和有机四价硫化物，其中一个脂族衍生物含8到18个碳原子。

当本发明粒状洗涤组合物同其它在市场上可以买到的洗衣洗涤产品一起被用作浸洗加成组合物时，洗涤表面活性剂组分通常约占组合物重量的0%到20%，最好重量是约占1%到10%。当本发明中的组合物被用作洗衣过程中的唯一洗涤用品时，洗涤表面活性剂组分通常约占组合物重量的5%到75%，最好重量约占组合物10%到40%。

除洗涤表面活性剂以外，在最后的粒状洗涤产品中还能够采用洗净助洗剂。水溶性无机或有机电解质是合适的助洗剂。助洗剂也可为水不溶性钙离子交换材料，适合的水溶性无机助洗剂的例子有

无数个，包括：碱金属碳酸盐，硼酸盐，磷酸盐，碳酸盐和硅酸盐。这些盐的特殊例子包括四硼酸盐，碳酸氢盐，碳酸盐，正磷酸盐，焦磷酸盐，三多磷酸盐和偏磷酸盐的钠和钾盐。

合适的有机碱性洗净助洗剂的例子包括：(1)水溶性氨基酸化物和氨基聚乙酸盐，如，次氨基三乙酸酯，甘氨酸盐，1,2-乙二胺，四乙酸盐，N-(2-乙二醇)次氨基双乙酸盐和二亚乙基三胺五乙酸盐；(2)肌醇六磷酸水溶性盐，如肌醇六磷酸钠盐和钾盐；(3)水溶性聚磷酸盐，包括乙烷-1-羟基-1-和1-二磷酸的钠盐，钾盐和锂盐；乙烯二磷酸钠盐；钾盐和锂盐，钾盐和锂盐；乙烯二磷酸钠盐；钾盐和锂盐；诸如此类；(4)水溶性聚羧化物诸如乳酸盐，琥珀酸盐，丙二酸盐，马来酸盐，柠檬酸盐，羧甲基羟丁二酸盐，2-，-恶-1,1,3-丙三羧酸盐，1,1,2,2-乙烷四羧酸盐，苯六甲酸盐和1,2,4,5-苯四酸；和(5)水溶性聚乙缩醛在参考的美国专利4,144,266和4,246,495号上有记载。

在最终粒状洗涤产品的另一类有用的洗净助洗剂材料包括能与水硬阳离子形成水不溶性反应产物的水溶性材料，最好是结合结晶晶种一起进行，结晶晶种能为所说的反应产物提供生长部位。这种“晶种助洗剂”组合物在英国1,424,406号上有详细记载。

本发明另一类有效的洗净助洗剂材料为不溶性硅铝酸钠盐，特别是在1974年11月12日公布的比利时专利814,874号上提到的那些材料，其化学式为：



式中Z和Y为6的整数，Z与Y的摩尔比在1.0:1到0.5:1左右的范围内，X是大约在15到264之间的整数，所述的硅铝酸盐含一个钙离子，其

交换容量至少为200毫克当量/克，且钙离子交换率至少约为2微粒/加仑/分钟/克。较适用的材料为沸石A：



在本发明中的粒状洗涤组合物连用其它在市场可以买到的洗衣洗涤产品用作预浸渍或洗衣加成组合物时，洗净助洗剂成分通常约占组合物重量的20%到90%，最好是约占重量的30%到75%。当本发明的粒状组合物在洗衣过程中作为唯一的洗涤用品时，洗净助洗剂成分通常约占组合物重量的10%到75%，最好是占大约20%到50%。

任意的洗涤组合物成分均包括酶(如，蛋白酶和淀粉酶)，漂白剂和漂白活化剂，污垢隔离剂(如，甲基纤维素)，污垢悬浮剂(如，钠羧基甲基纤维素)，织物增白剂，酶稳定剂，色斑，顽固泡沫促进剂或抑泡剂，防腐剂，染料，填充物，杀菌剂，PH调节剂，离子源非助洗剂碱性离子源，诸如此类。

### 实施例 I

本发明中的粒状洗衣性洗涤组合物为：

组分：	重量百分比：
C <sub>13</sub> 线性烷基苯磺酸钠盐	8.5
C <sub>14-15</sub> 烷基硫酸钠盐	8.4
三多磷酸钠盐	39.4
碳酸钠盐	12.3
硅酸钠盐(比率为1.6)	5.6
水	7.0
涂敷香料微囊	0.9
硫酸钠盐和类似物	加至总量为100

上述粒状洗涤组合物是通过将各组分（除微囊之外在搅和机中混合，随后用常规方法喷雾干燥制成的。

涂敷香料微囊是这样制成的。67/33(重量)的香料/轻矿物油(粘度125/135)的混合物在一个恒温控制水渗器中的加热约至60℃。每100克香料/矿物油中的大约10克A型凝胶溶解于250ml蒸馏水，同时每分钟搅拌250转(rpm)。每100克香料/矿物油中的大约0.5到1.0克的六甲基磷酸钠盐(sodium hexametaphosphate)溶解于蒸馏水，其浓度达5%。溶解的凝胶溶液用一个带5厘米极薄搅拌叶片的Light in RP1515型搅拌机的600rpm的速度搅抖。香料/矿物油混合物在10-15分钟期间内滴进凝胶溶液中以形成一颗粒大小为75-250微米的乳胶。另外加入200ml60℃的水同时搅拌速度减剂250rpm。用冰醋酸将混合物PH值调整到4.92。关闭水浴加热元件以使混合物冷却6到24小时。当油滴完全被一层凝胶包裹时，使用外部冰将反应冷却至1-2℃。混合物可以在那个温度保持10到30分钟。此时加入4ml25%的戊二醛以交联凝胶囊壁。随后搅拌混合物并使其在室温下保持6到24小时。当与戊二醛的反应完成后在混合物中加入4克syloid助滤剂。随后对混合物进行过滤的分离出胶囊。胶囊用2升水清洗以除去剩余的戊二醛。然后将胶囊散开在纸巾上干燥。(当使用大于100克的试样时可通过流化床干燥器进行干燥)。胶囊再被筛分以除去尺寸大于250微米的碎片和胶囊。剩下的胶囊的平均大小约为100到150微米，而且壳体的平均厚度在0.1到50微米之间。

把胶囊加到二氯甲烷溶液中，溶液含二脂二甲基铵氯化物(DTDMAC)，添加的比例是每10克胶囊对应2克DTDMAC和10ml二氯甲烷，用氮液流将二氯甲烷从混合物中除去。在蒸汽容器中对涂敷溶液慢

慢加热以很容易地去掉溶剂。最终的胶囊被均匀地包裹上了薄薄一层(约20—50微米)DTDMAC。(对于更大量的试样,可使用沃斯特涂料器或任何合适的流化床设备以使微囊上的涂料均匀,在调节系统中所有的比率之后,可以获得一个胶囊的均匀流)。

微囊随后与喷雾干燥过的洗涤组分混合以形成最终的洗涤组合物。

当组合物用于洗衣机中洗涤织物时,在洗涤和干燥阶段和其后的织物处理阶段中,涂敷含香微囊可有效地将香料传递给织物。

当通过最初使用50/50(重量)香料/轻矿物油混合物,或100%的香料(无矿物油),或用阿拉伯胶取代六甲基磷酸钠盐来制备涂敷香料微囊时,可以获得本发明中其他的组合物。

当用于涂敷微囊的DTDMAC被重量比为3:1的DTDMAC和酯醇混合物取代时,或当洗涤组合物中的三多磷酸钠盐被重量比为3:1的水合钠沸石A与碳酸钠的混合物取代时,可获得其它组合物。

### 实施例

本发明中的粒状洗衣洗涤组合物为:

组分: 重量百分比:

1喷雾干燥洗涤基粒:

C <sub>13</sub> 线性烷基苯磺酸钠盐(70%)	
C <sub>14-15</sub> 烷基硫酸钠盐(30%)	12.88
三多磷酸钠盐	4.56
焦磷酸四钠盐	17.16
硅酸钠盐(比率为1.6)	7.20
二亚乙基三胺五乙酸	0.38

增白剂	0.18
聚丙烯酸钠盐 (MW4500)	0.96
聚1,2-亚乙基二醇 (MW8000)	0.29
水*	3.0
硫酸钠盐和类似物	加至总量为100
2、向基粒喷雾:	
C <sub>12-13</sub> 醇聚乙氧基化物 (6.5) **	0.44
3、与基粒混合	
碳酸钠	22.00
酶 ( Enzyme-Savinase) (Novo)	0.37
过硼酸钠一水化物 (固体)	3.69
壬酰羟苯磺酸盐	5.26
涂敷香料微囊	1.50

\*用混合物到入剩余水

\*\*去除醇和单乙氧基化物醇 ( monoethoxylated alcohol)。

上述粒状洗涤组合物制作如下。喷雾干燥的洗涤基粒是通过在搅和机中混合步骤1的组分，然后用常规方法喷雾干燥制成的。步骤2中的非离子表面活性剂随后喷在洗涤基粒上。其产物与步骤3的组合混合，包括涂敷香料微囊，涂敷香料微囊根据实施例I制作，以形成最终的洗涤组合物。

当组合物用于洗衣机洗涤织物时，在洗涤和干燥阶段，以及其后的织物处理阶段，涂敷香料微囊有效地将香料传递织物。