

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C14C 11/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02106026.6

[43] 公开日 2002 年 11 月 20 日

[11] 公开号 CN 1380424A

[22] 申请日 2002.4.9 [21] 申请号 02106026.6

[30] 优先权

[32] 2001.4.9 [33] DE [31] 10117671.6

[71] 申请人 拜尔公司

地址 联邦德国莱沃库森

[72] 发明人 M·克勒班 J·魏泽尔 F·科赫

W·施魏格尔

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 卢新华 杨九昌

权利要求书 1 页 说明书 12 页 附图 0 页

[54] 发明名称 用含有香料的微胶囊整饰的皮革

[57] 摘要

本发明涉及在其横截面含有含香料的微胶囊的皮革,所述微胶囊特征在于其壁包含胍化合物与聚异氰酸酯的反应产物。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种皮革，特征在于它在其横截面上含有含香料的微胶囊，所述微胶囊特征在于其壁包含脲化合物与聚异氰酸酯的反应产物。
2. 根据权利要求1的皮革，特征在于含香料的微胶囊在皮革中的含量按所整饰的皮革的重量计为0.1 - 10重量%。
3. 一种生产根据权利要求1的整饰皮革的方法，特征在于微胶囊涂敷在皮革的肉面或者通过尽染法涂敷到皮革上。
4. 根据权利要求3的方法，特征在于使用尽染法在漂浮液中进行微胶囊的涂敷，所用的微胶囊是阳离子化的或者可以被酸阳离子化的。
5. 一种烷基化-阳离子化或酸-阳离子化微胶囊，其壁包含脲化合物、多胺与聚异氰酸酯的反应产物。
6. 一种可以阳离子化的微胶囊，其壁包含脲化合物、多胺与聚异氰酸酯的反应产物。
7. 一种含有根据权利要求5或6的阳离子化的或可阳离子化的水基悬浮体。
8. 根据权利要求5或6的微胶囊在以包封的配料特别是香料整饰皮革中的应用。

用含有香料的微胶囊整饰的皮革

技术领域

5 本发明涉及用含香料的微胶囊整饰的皮革及其生产方法，还涉及具体的阳离子化微胶囊、涉及这些胶囊的生产方法及其应用。

发明背景

由生皮和毛皮生产皮革的现有技术水平利用许多不同的天然和合成鞣革、辅助和整饰材料。许多这些产品和它们含有的杂质特别是有机溶剂的固有气味意味着所生产的皮革具有一种气味，消费者很难把
10 这种气味与令人愉快的、典型的皮革香味视为等同。

用简单的市售香料溶液来解决这一问题的尝试是不成功的，因为存在两个问题：

- 使用制造皮革的典型方法和设备的这些制剂的应用伴随着明显的
15 的雇员讨厌的气味。

- 这些制剂的作用仅仅是非常短效的，而皮革是非常耐用的产品。使用微胶囊制剂来整饰皮革是已知的并且已经在一些实例中描述。

例如，DE-A-3921145 描述了一种利用含微胶囊的整饰粘结剂除去
20 皮革表面光泽的方法。这里，仅仅颗粒尺寸与功效有关，与颗粒组成，甚至其含量都没有关系。而且，这些微胶囊纯粹在表面上用粘结剂来涂敷。

WO-A-00/65100 公开了一种用微胶囊整饰皮革的方法。在这种方法中，使用辊子压缩皮革，在其重新膨胀时，吸收这些微胶囊。胶囊
25 的化学组成没有进一步说明。

发明内容

现在已经发现一种皮革，其特征在于在其横截面内含有含香料的微胶囊，这些微胶囊的特征在于它们的壁包含脲化合物与聚异氰酸酯
30 的反应产物。

根据本发明的皮革优选的是在其横截面的 50%，优选的是 80% 中含有含香料的微胶囊。

优选的是这些微胶囊的平均颗粒尺寸为 2 - 20 微米。

含香料的微胶囊在皮革中的含量按整饰后的皮革的重量计, 优选的是 0.1 - 10 重量%, 尤其是 0.5 - 3 重量%。

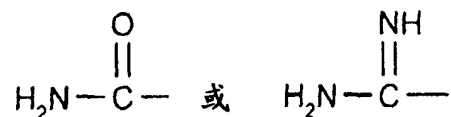
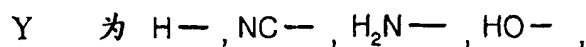
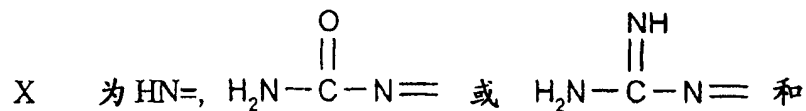
5 有用的香料包括所有市售的疏水、因此不溶于水的香料, 例如由 P. Kraft 等人在 *Angew. Chem.*, 2000, 112, 第 3106 - 3138 页中所述。在水中以及在油中可溶的物质的情况下, 加入气味中性的、微挥发性油如石蜡、烷基芳香族化合物或酯可以起作用。

通过改变壁厚可以以简单的方式影响胶囊的保留性能。这使得可以产生缓慢释放的胶囊, 这种胶囊涂敷到皮革上, 可以长期持续释放香味, 甚至可以产生仅在机械压力下释放香味的实际上无味的皮革。

10 含香料的微胶囊优选的壁厚为 2 - 25%, 优选的是 3 - 15%, 特别是 4 - 10% 的壁分数, 每一个百分数都是以胶囊组成的总和为基准。微胶囊的壁分数正比于原始的壁形成体, 即聚异氰酸酯的分数。用于生产微胶囊的脲包括例如分子式 (I) 的脲或它们与酸的盐。



其中



15

有用的盐包括例如碳酸、硝酸、硫酸、盐酸、硅酸、磷酸、甲酸和/或乙酸的盐。为了从这些盐原位获得分子式 (I) 的游离脲化合物, 使用分子式 (I) 的脲化合物的盐可以与无机碱联合进行。用于此目的有用的无机碱包括例如碱金属和/或碱土金属氢氧化物和/或碱土金属氧化物。20 优选的是这些碱的水溶液或浆料, 尤其是氢氧化钠水溶液、氢氧化钾水溶液和氢氧化钙的水溶液或浆料。也可以使用两种或多种

碱的混合物。

以盐的形式使用分子式(I)的胍化合物通常是有利的，因为它们可以以该形式从市场上获得，游离的胍化合物在某些情况下在水中是微溶的或者在储存时缺乏稳定性。在使用无机碱时，以胍化合物的盐为基准，可以按化学计量、低于化学计量或超过化学计量使用无机碱。5 优选的是使用 10 - 100 当量%的无机碱(基于胍化合物的盐)。无机碱的加入对于微囊包封的结果是在水相中可以获得与油相中的聚异氰酸酯反应的具有游离 NH_2 基团的胍化合物。对于微囊包封，胍化合物的盐和碱有利的是分别加入到水相中。

10 优选的是使用胍或胍与碳酸、硝酸、硫酸、盐酸、硅酸、磷酸、甲酸和/或乙酸的盐。

使用胍化合物与弱酸的盐是特别有利的。由于水解，它们在水溶液中与相应的游离胍化合物平衡。游离胍化合物在包封过程中被消耗并根据质量作用定律不断产生。胍碳酸盐在特定程度上表现出这一优点。15 当使用胍化合物与弱酸的盐时，不需要加入无机碱来释放游离胍化合物。

本发明有用的分子式(I)的胍化合物也可以使用市售碱离子交换剂根据现有技术由其盐通过离子交换来制备。来自离子交换剂的流出物可以直接中和，用于通过使其与水包油乳液混合进行的胶囊壁形成。20

例如，可以使用足够量的胍化合物，以便对每摩尔在油相中以聚异氰酸酯形式存在的 NCO 基团，在水相中以胍化合物的形式引入或释放 0.2 - 4.0 摩尔的游离 NH_2 基团。该量优选的是 0.5 - 1.5 摩尔。当以低于化学计量的量使用胍化合物时，在与聚异氰酸酯反应后，残留游离的 NCO 基团。这些基团然后与水反应，这通常是不重要的，因为该反应产生能交联的新的游离氨基。25

胍化合物优选的是以水溶液形式使用。这种水溶液的浓度并不重要，一般仅受胍化合物在水中的溶解度限制。有用的胍化合物的水溶液例如浓度为 1 - 20 重量%。

30 生产根据本发明的含香料微胶囊的有用的聚异氰酸酯包括非常宽范围的脂肪族、芳香族和芳香族-脂肪族双官能团的和高级异氰酸酯，特别是用于生产微胶囊已知的那些聚异氰酸酯。优选的是使用脂肪族

聚异氰酸酯。特别优选的是使用六亚甲基二异氰酸酯、异氟尔酮二异氰酸酯和/或六亚甲基二异氰酸酯和异氟尔酮二异氰酸酯的衍生物，它们具有游离的异氰酸酯基团，并含有缩二脲、异氰酸酯、uretidione和/或恶二嗪三酮(oxadiazinetriene)结构。也可以使用不同聚异氰酸酯的混合物。一些有用的聚异氰酸酯例如在 EP-A 227 562、EP-A 164 666 和 EP-A 16 378 中描述。

在根据本发明的皮革的一种优选的实施方案中，所用的微胶囊具有包含脲化合物、多胺和聚异氰酸酯的反应产物的壁。

以聚异氰酸酯为基准，脲化合物的用量优选的是 0.5 - 0.99，特别优选的是 0.51 - 0.75 摩尔当量，并且以聚异氰酸酯为基准，多胺化合物的用量为 0.1 - 1，特别是 0.5 - 0.75 摩尔当量，以聚异氰酸酯为基准，脲化合物和多胺的总量大于 1.1 摩尔当量。

这种胶囊是可以阳离子化的，例如通过酸的作用或烷基化作用，以生产其使用同样优选的微胶囊。

所以，本发明还提供了例如酸-阳离子化或烷基化-阳离子化的微胶囊及其可以阳离子化的前驱体，其壁包含脲化合物、多胺和聚异氰酸酯的反应产物。

有用的多官能团胺主要包括分子量<5000 的直链和/或支链的聚亚烷基胺，但是优选的是容易水解的聚乙烯胺如二亚乙基三胺、三亚乙基四胺、四亚乙基五胺、五亚乙基六胺或三氨基亚乙基胺，以及它们的混合物。永久的阳离子化不仅可以在胶囊形成之前，而且可以在胶囊形成之后使用常规的烷基化试剂如硫酸二甲酯进行。

当其优选地含有烷基化-阳离子化的微胶囊且这些微胶囊的壁包含脲化合物与聚异氰酸酯的反应产物时，根据本发明的皮革同样是优选的。

所以，本发明还提供相应的阳离子化微胶囊，以及相应的可阳离子化的微胶囊。

根据本发明的阳离子化的或可阳离子化的微胶囊特别在由水基漂浮液进行的涂敷法中，能够有效且大量地吸附在皮革上。这在漂浮法(float process)中甚至用低用量也可以提供良好的效果。

可以理解，根据本发明的微胶囊也可以含有其它包封的化合物，例如染料前驱体、粘结剂、药品、杀虫剂、杀真菌剂、除草剂(herbicide)

以及驱虫剂。它们不仅可以涂敷到皮革上，而且可以涂敷到纸和纺织品以及其它基质上。

5 本发明还提供根据本发明的微胶囊的水基分散体。根据本发明的分散体优选地包含 5 - 60，特别是 25 - 52 体积%的微胶囊，以水基悬浮体为基准。

本发明还提供一种生产根据本发明整饰的皮革的方法，特征在于把优选为微胶囊的水基悬浮体的微胶囊涂敷到皮革的肉面上，优选的是通过喷涂或薄膜涂布或者辊涂，或者用尽染法 (exhaust process) 涂敷到皮革上。

10 根据本发明的皮革整饰法优选的是使用 0.1 - 10 重量%，特别是 0.5 - 3 重量%的微胶囊进行。

在本方法的一种优选的实施方案中，使用尤其是根据本发明的阳离子化或可阳离子化的微胶囊，通过尽染法在漂浮液中进行涂敷。从漂浮液中尽染性能优选的是达到大于 75%，特别是达到大于 90%。

15 根据本发明的微胶囊优选的是在复鞣操作过程中或者在结束乳液加油操作过程中加入到揉革浴液中。

20 从生皮和毛皮生产皮革和裘皮通常用一种以上的操作进行。在准备间中的准备操作如脱毛、去肉、脱灰和软化之后，典型的加工顺序由鞣革、复鞣、染色、乳液加油和整饰组成。各个操作可以进一步分成辅助单元。

虽然鞣革导致皮革的收缩温度提高，但是复鞣在该方面实际上没有影响。“复鞣”是指为了优化颜色、均匀性、柔软性、丰满度和疏水性并固定鞣革物料而进行的预鞣(一般是铬鞣的)皮革的后处理。

25 微胶囊优选的是以水基分散体的形式以 3 - 6，特别是 4.5 - 5.9 的 pH 值加入。优选地，在通过设定 pH 值为 3 - 4.5，优选的是 3.4 - 4 使微胶囊固定在皮革中之前，使微胶囊渗入皮革中，这同样是本发明的一种优选的变化。特别在潜在地阳离子化，即通过酸作用的根据本发明的微胶囊的情况下，固定是有利的。

30 与待包封的物质和在根据本发明的微胶囊生产过程中的油相中的聚异氰酸酯形成部分一起的并且根据本发明所用的与水不混溶的有机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、动物油和植物油、熔点为 10 - 35°C 的天然脂肪，沸点高于 100°C 的

芳香族酯和脂肪族酯。也可以使用多种溶剂的混合物。

可以使用任选含有乳化剂、稳定剂和/或防聚结剂的水相来生产含香料的微胶囊。乳化剂按要求也可以在油相中存在。这些添加剂的量例如可以为 0 - 2 重量%，以各个相为基准。

5 可以理解，待包封的香料在包封条件下一定不能与异氰酸酯反应。

可以通过传统的连续和间歇法生产含香料的微胶囊，并且要用的交联剂不是传统的多胺，而是胍化合物。更具体地，使用分子式(I)的胍化合物或其盐，任选地与无机碱结合使用。类似地，使用胍化合物与弱酸的碱性盐可以产生良好的结果。这种方法在工业上是特别有利的，因为游离的碱不必例如通过加入无机碱或通过离子交换来单独制备。

类似地，可以如上所述生产根据本发明的阳离子化微胶囊。阳离子化随后优选地通过酸作用或烷基化进行。

15 当以胍化合物、任选的多胺和聚异氰酸酯为基础生产根据本发明的微胶囊时，优选的是直到聚异氰酸酯已经与胍化合物交联后，才使用多胺。

含有油相液滴和连续水相的乳液的生产和胍化合物的加入都可以连续地或者间隙地进行。

20 间歇操作的实例是在 10 - 50°C 向含有与希望的微胶囊尺寸近似的油滴的乳液中，加入按照油相中存在的所有异氰酸酯基团的反应按化学计量所需的足够量的胍化合物。当胍化合物为盐形式时，任选地可以使用阴离子交换剂先从特定盐的水溶液恢复游离胍化合物的水溶液，并使用这种游离胍化合物的水溶液。假定在胍化合物中存在的或者由胍化合物形成的所有 NH_2 基团可以与 NCO 基团反应。在胍和胍化合物盐(分子式(I)， $\text{X}=\text{NH}$ ， $\text{Y}=\text{H}$)的情况下，假定其一摩尔可以与 2 摩尔 NCO 基团反应。

30 游离胍化合物与油相中存在的聚异氰酸酯的相遇是加聚反应开始的原因，该反应也称为在油滴与水相界面上的交联。如果希望，这种加聚或交联反应可以在较高温度下完成，例如最高到水相的沸点。微胶囊在水中的分散结果是其胶囊含量最高达到约 60 重量%。这里的胶囊含量是包含异氰酸酯的油相与起始乳液中的水相的重量比。胶囊含

量的计算不考虑在壁形成过程中涉及的胍化合物和所用的任何无机碱。

上述乳液也可以含有向其中加入的胍化合物的盐。在这种情况下，温度保持在低于 60°C，然后优选的是以盐为基准按化学计量比加入所述类型的碱。在该方法中，胍化合物原位释放，然后它们以上述方式反应。在胍化合物与弱酸的盐的情况下，该盐在水的存在下水解分解，从而含有游离胍化合物部分，无机碱的加入可以省略。这特别适用于胍碳酸盐。

例如通过流过乳化机连续地产生具有希望类型和油滴尺寸的乳液来进行连续的操作。然后例如在 25 - 50°C 在没有剪切力作用的条件下，连续加入胍化合物的水溶液，如果合适，在下游的反应器中按需要加入由盐释放胍化合物所需的无机碱。然后，加聚反应可以在另一个反应容器中按需要在最高 100°C 的温度下完成。

本发明还提供一种生产根据本发明的微胶囊分散体的方法，即把含有不与水混溶的有机惰性溶剂、待包封的香料和聚异氰酸酯的油相在任选含有添加剂的水相中乳化，并向该乳液中加入能进入与异氰酸酯基团进行的加成反应的化合物，该方法特征在于把胍化合物加入到该乳液中。

20 实施例

实施例 1: 填充香料的胶囊

在冷却同时，开始时装入 0.7 升 0.8% 的聚乙烯醇 26/88 (Arivvol[®]523, Air Products) 的水溶液，在搅拌的条件下，在 40 秒的过程中，加入 0.3 升 21 克的聚异氰酸酯 (HDI 缩二脲, NCO 含量约 22%) 在 300 毫升香料中的溶液。然后使用高速转子-定子混合机 (温度为 20 - 25°C) 再进行 4 分钟的乳化，以获得希望的平均颗粒尺寸。然后加入 53 克 10% 的胍碳酸盐溶液，并把分散体在搅拌的条件下逐渐加热到 70°C (2 小时)。在 70°C 再进行 2 小时后，把分散体冷却到室温，并加入 40 毫升增稠剂 (改性淀粉) 来稳定化。

实施例 2: 用香料和中性油填充的胶囊

在冷却同时，开始时装入 0.5 升 1.2% 的聚乙烯醇 26/88 (Arivvol[®]523, Air Products) 的水溶液，在搅拌的条件下，在 40 秒的过程中，加入 0.5 升 35 克的聚异氰酸酯 (HDI 缩二脲, NCO 含量约 23%) 在 50 毫升香料和 450 毫升二异丙基苯中的溶液。然后使用高速转子-定子混合机 (温度为 20 - 25°C) 再进行 4 分钟的乳化，以获得希望的平均颗粒尺寸。然后加入 88 克 10% 的脲碳酸盐溶液，并把分散体在搅拌的条件下逐渐加热到 70°C (2 小时)。在 70°C 再进行 2 小时后，把分散体冷却到室温，并加入 40 毫升增稠剂 (改性淀粉) 来稳定化。

实施例 1 和 2 的胶囊分散体的外观和储存稳定性：

10

编号	香料	异氰酸酯	颗粒尺寸(微米); 分布	浆料
1a	Blue Line	HDI 缩二脲	7.2; 2.1	白色,
1b	Cuir Naturell	HDI 缩二脲	6.9; 2.0	白色,
1c	Blue Line	HDI 三聚体	7.0; 2.2	白色,
1d	Blue Line	HDI 缩二脲+PMDI 1:1	11.5; 1.6	白色,
2a	Blue Line	HDI 缩二脲	6.0; 1.3	白色,
2b	Lennox	HDI 缩二脲	5.7; 1.3	白色,
2c	Cuir Naturell	HDI 缩二脲	5.8; 1.4	白色,
2d	Frutti di Bosco	HDI 缩二脲	3.1; 1.8	白色,
2e	Ozonodor	HDI 缩二脲	4.0; 1.4	白色,

香料：来自 Haarmann & Reimer, Holzminden 的产品：

Blue Line: 甲基异丙基环己稀、(二异丙基苯基) 甲基丙醛、柠檬油和二甲基辛二烯醇在苯二羧酸二乙酯中的混合物；

15 Cuir Naturell: 二甲酚、苯甲醇、苯乙醇、甲酚、安息香酸苯甲酯和松油醇在苯二羧酸二乙酯中的混合物；

Frutti di Bosco: 安息香酸苯甲酯、苯甲醇、苯甲醛、己酸丙烯酯、水杨酸甲酯、橙油、丁香花油的混合物；

20 Ozonodor: 松节油、松针油和桉树油在乙酸三甲基二环庚酯中的混合物；

HDI 缩二脲: NCO 含量约 23%，粘度约 2500 mPas

HDI 三聚物: NCO 含量约 22%, 粘度约 3500 mPas

PMDI: NCO 含量约 32%, 粘度约 3000 mPas

HDI=1, 6-己二异氰酸酯

PMDI=聚亚甲基二苯基二异氰酸酯

5 颗粒:

Ø: 平均直径用微米(按体积计)表示; 分布: 宽分布($d_{90} - d_{10}$)/ d_{50} (按体积计);

实施例 3: 由附加法进行皮革的整饰

10 实施例 1a 的胶囊浆料是用水稀释为 1:10 的, 并通过下列过程在肉面上涂敷到市售的家具革上(牛皮, 1.5 毫米, 铬鞣的、苯胺型):

a) 2 次喷涂约 100 毫升/平方米, 中间和辅助干燥在 80°C 进行 1 分钟。

b) 薄膜涂布机, 加上约 200 毫升/平方米, 在 80°C 干燥 1 分钟。

15 干燥后, 观察到皮革性质(手感、柔软度)没有明显变化。所获得的皮革具有令人愉悦的气味, 这种气味在机械暴露/搅拌时增大。几周后, 这种作用仍然明显。

在使用实施例 2a 的胶囊制剂时, 所得的皮革最终在干燥后是无味的, 但是在机械负荷时或之后出现希望的效果。

实施例 4: 通过用染料胶囊的附加过程进行的皮革的整饰

20 为了表明皮革的渗透性, 与实施例 2 类似地制备胶囊, 但是使用晶体紫罗兰内酯(violet lactone)的 4%二异丙基奈溶液作为胶囊内容物。晶体紫罗兰内酯在中性条件下是无色的, 但是在与水汽和酸(如皮革中所存在的)接触时变成深兰紫色。

把它与实施例 3a 一样通过喷涂来涂敷。

25 整饰后的皮革的表面和横截面是无色的, 这意味着不存在游离的染料, 并且证明微胶囊不会被涂敷过程破坏。

胶囊可以被皮革的剧烈搅动或在皮革切面上的摩擦破坏, 然后, 所释放的染料使皮革的横截面染成均匀的蓝色, 证明胶囊在整个皮革横截面上的均匀分布。

30 实施例 5: 潜在阳离子化的胶囊

在冷却同时, 开始时装入 0.5 升 0.8%的聚乙烯醇 26/88 (Arivvol[®]523, Air Products)的水溶液, 在搅拌的条件下, 在 40 秒

的过程中,加入 0.3 升 21 克的聚异氰酸酯(HDI 缩二脲, NCO 含量约 23%)
在 300 毫升“Blue Line”香料中的溶液。然后使用高速转子-定子混
合机(温度为 20 - 25°C)再进行 4 分钟的乳化,以获得希望的平均颗
粒尺寸。然后加入 40 克 10%的脲碳酸盐溶液,并把分散体在搅拌的条
件下逐渐加热到 70°C(2 小时)。然后加入 50 毫升五亚乙基六胺的水
5 溶液。在 70°C 再进行 2 小时后,把分散体冷却到室温,并加入 40 毫
升增稠剂(改性淀粉)来稳定化。

实施例 6: 潜在阳离子化的胶囊

在冷却同时,开始时装入 0.5 升 1.2%的聚乙烯醇 26/88
10 (Arivvol®523, Air Products)的水溶液,在搅拌的条件下,在 40 秒
的过程中,加入 0.5 升 35 克的聚异氰酸酯(HDI 缩二脲, NCO 含量约 23%)
在 50 毫升“Blue Line”香料和 450 毫升二异丙基萘中的溶液。然后
使用高速转子-定子混合机(温度为 20 - 25°C)再进行 4 分钟的乳化,
以获得希望的平均颗粒尺寸。然后加入 60 克 10%的脲碳酸盐溶液,并
15 把分散体在搅拌的条件下逐渐加热到 70°C(2 小时)。然后加入 70 毫
升 10%的五亚乙基六胺水溶液。在 70°C 再进行 2 小时后,把分散体冷
却到室温,并加入 40 毫升增稠剂(改性淀粉)来稳定化。

实施例 7: 永久阳离子化的胶囊

在增稠之前,向与实施例 5 一样制备的胶囊分散体中加入 7 克硫
20 酸二甲酯,并把该混合物加热到 50°C。在 50°C 搅拌 2 小时后,把分
散体冷却到室温,并加入增稠剂来稳定化。

实施例 8: 用鼓形、漂浮法进行的皮革整饰

原料: 湿铬鞣革牛皮, 2 毫米; 百分数基于湿铬鞣革的削匀重;
过程:

25 把湿铬鞣革与 pH 约为 5 的复鞣材料和脂肪混合。可以加入微胶
囊(加入时间 A)。复鞣材料、微胶囊(如果使用)和脂肪从而渗入皮革,
然后在 3.5 - 4 的 pH 值固定。

可以在随后的最终乳液加油(加入时间 B)过程中加入微胶囊。

在下文中,配料的示例性加入顺序表明了该过程:

	%	产品	时间 分钟	备注
	200	水 40°C		
	0.2	甲酸 1:10	15	pH: 3.4
				滴加的浴液
	100	水 40°C		
	1.0	染料 1:20	20	
+	2.0	中性盐, (芳香族磺酸)		
	2.0	合成鞣剂 (芳香族磺酸的缩合物)		
	1.5	甲酸钠	30	pH: 4.2
+	0.5	碳酸氢钠	30	pH: 4.8
				滴加的浴液
	300	水 40°C	10	滴加的浴液
	50	水 40°C		
	3.0	软化鞣剂	20	pH: 5.2
+	6.0	合成鞣剂 (芳香族磺酸的缩合物)		
	3.0	树脂鞣剂材料	30	
+	2.0	染色辅助剂 (芳香族磺酸)		
	3.0	染料		
	3.0	试验产物, 加入时间 A	60	
+	50	水 50°C	5	
+	0.5	甲酸 1:10	15	
+	0.5	甲酸 1:10	30	pH: 3.9
				滴加的浴液
	50	水 50°C		
	0.5	氨水 1:10	5	
+	2.0	试验产物, 加入时间 B		
	8.0	合成乳液加油剂 1:4	60	

+	1.0	甲酸 1:10	30	pH: 3.8
				滴加的浴液
	300	水 40°C	10	滴加的浴液

把皮革放在支架上、放置、在 60°C 真空干燥 1.5 分钟、挂起来、完全干燥、用传统的方式整饰。

编号	实验产品	加入时间	漂浮液尽染	备注
8a	“Blue Line” 香料	B	不可检测	在鞣制过程中大量令人讨厌的气味，在几天内皮革中的气味消失
8b	实施例 4 的胶囊	A	90%	皮革具有持久的令人不快的的气味，搅拌增大气味
8c	实施例 4 的胶囊	B	77%	皮革具有持久的令人不快的的气味，搅拌增大气味
8d	实施例 5 的胶囊	A	91%	几乎无味的皮革在搅动时放出令人愉悦的气味
8e	实施例 6 的胶囊	B	94%	几乎无味的皮革在搅动时放出令人愉悦的气味