



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0030072

(51)⁷ A23L 1/00; A61K 8/11; A61K 9/16;
A23L 1/22

(13) B

(21) 1-2015-04510

(22) 20/06/2014

(86) PCT/FR2014/051551 20/06/2014

(87) WO2014/207355 31/12/2014

(30) 13 56 086 25/06/2013 FR

(45) 25/11/2021 404

(43) 25/02/2016 335A

(73) EXPRESSIONS AROMATIQUES (FR)

460/112 avenue de la Quiera, F-06370 Mouans Sartoux, France

(72) CARPENTIER Vincent (FR); RAVEL Bénédicte (FR).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT HẠT CHỨA THÀNH PHẦN HOẠT TÍNH VÀ HẠT THU ĐƯỢC

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hạt chứa ít nhất một hoạt chất và hạt này ổn định ở nhiệt độ môi trường, bao gồm lần lượt các bước sau: (1) điều chế chất nền không chứa hoạt chất bằng cách trộn, mà không cần bổ sung nước, tá dược tạo lớp bao dùng cho hoạt chất và chất dẻo hóa không chứa nước tương hợp với tá dược này và với hoạt chất được chọn, tá dược tạo lớp bao và chất dẻo hóa này có mặt với lượng để tạo cho chất nền có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh cao hơn so với nhiệt độ môi trường; (2) gia nhiệt chất nền trong máy ép đùn đến nhiệt độ ép đùn để thu được chất nền nóng chảy vô định hình; (3) phun hoạt chất vào chất nền nóng chảy, để tạo cho khối nóng chảy chứa hoạt chất đã cho; (4) ép đùn khối nóng chảy được tạo ra có hoạt chất qua khuôn ép đùn và cắt nó thành hạt ở điểm đi ra của khối này khỏi khuôn ép đùn. Sáng chế có thể được áp dụng trong các lĩnh vực công nghiệp chế biến thực phẩm nông sản, và mỹ phẩm và dược phẩm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hạt chứa ít nhất một hoạt chất, ví dụ, hoạt chất thơm mà tan và ổn định ở nhiệt độ môi trường.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hạt nêu trên có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng: sản phẩm thực phẩm nông sản, như các loại trà có hương vị, đồ uống liền; mỹ phẩm hoặc dược phẩm, trong mỗi loại này, điều quan trọng là chúng phải giữ được các đặc tính của chúng trong thời gian lâu nhất có thể.

Nhằm mục đích này, tốt hơn nếu hạt này có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (hoặc chuyển thủy tinh), nhiệt độ chuyển từ trạng thái thủy tinh sang trạng thái vô định hình giống cao su, là cao hơn nhiều so với nhiệt độ môi trường nhưng việc chuyển này không xảy ra theo cách liên tục và kết cấu, vân bề mặt và cấu trúc của hạt không bị thay đổi.

Theo quy trình sản xuất hạt đã biết trong lĩnh vực này, cụ thể qua tài liệu EP 1 124 442, hạt này được điều chế bằng cách ép đùn hỗn hợp chứa chất nền hydrat cacbon với hoạt chất thơm. Chất nền này được gia nhiệt đến nhiệt độ ép đùn và sau đó hỗn hợp nóng chảy thu được được cho đi qua khuôn ép đùn để cuối cùng được cắt tại cửa ra của khuôn ép đùn. Để tạo cho hạt có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh cao hơn so với nhiệt độ môi trường, lượng nước nhỏ hơn so với trước đây được sử dụng, được bổ sung vào hỗn hợp này theo cách để hạn chế ảnh hưởng của nước đến nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của hạt, vì nước có tác dụng làm giảm nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh.

Ngoài ra, quy trình này cho phép cắt trực tiếp hạt tại cửa ra của máy ép đùn, điều đó có nghĩa là không cần đến bước làm khô hoặc làm nguội trung gian, vì chất nền được gia nhiệt ở nhiệt độ ép đùn là chất dẻo và vì vậy

mà có thể được tạo hình và được tạo ra một cách trực tiếp ở cửa ra của máy ép đùn.

Điều này đạt được thông qua :

- Việc sử dụng nhiệt độ ép đùn sao cho chất nền hydrat cacbon có độ nhớt cao, và hoạt chất thơm có thấp độ nhớt, không bị tách ra trong khi ép đùn mặc dù hai hợp chất này có độ nhớt chênh nhau gấp vài lần;
- Việc sử dụng áp lực ép đùn sao cho việc ép đùn, cần được tiến hành ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh, có thể xảy ra trong khi khối này ở trạng thái nóng chảy nhưng lại dẻo, và điều này xảy ra mà không cần bổ sung chất dẻo hóa không chứa nước, mà theo quy trình này, đây là điều không mong muốn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất hạt chứa ít nhất một hoạt chất, thay cho quy trình đã biết nêu trên, và mục đích chính của nó là tạo ra được hạt có hàm lượng hương liệu, mỹ phẩm, dược phẩm đáng kể, và hạn dùng hoặc thời hạn sử dụng tốt nhất (best before date (BBD)) tối ưu là lớn hơn hoặc bằng 24 tháng và việc định liều dùng của nó trong dung dịch được tối ưu hóa.

Để đạt được mục đích trên đây, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất hạt chứa ít nhất một hoạt chất và ổn định ở nhiệt độ môi trường, bao gồm lần lượt các bước sau:

(1) điều chế chất nền không chứa hoạt chất bằng cách trộn, mà không cần bổ sung nước, tá dược tạo lớp bao dùng cho hoạt chất và chất dẻo hóa không chứa nước tương hợp với tá dược nêu trên và với hoạt chất được chọn, tá dược tạo lớp bao và chất dẻo hóa này có mặt với lượng để tạo cho chất nền có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh cao hơn so với nhiệt độ môi trường;

(2) làm biến đổi chất nền đã được gia nhiệt trong máy ép đùn đến nhiệt độ ép đùn để thu được chất nền nóng chảy vô định hình;

(3) phun hoạt chất vào chất nền nóng chảy, để tạo ra khối nóng chảy chứa hoạt chất xác định đã cho;

(4) ép đùn khối nóng chảy chứa hoạt chất nêu trên qua khuôn ép đùn và cắt nó thành dạng hạt tại điểm đi ra của khối này từ khuôn ép đùn.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế bao gồm một hoặc nhiều trong số các dấu hiệu đặc trưng sau:

- chất dẻo hóa thuộc nhóm rượu polyhydric và dưới dạng chất lỏng không chứa nước;

- chất dẻo hóa là monopropylen glycol hoặc một trong số các dẫn xuất của chúng, glyxerol hoặc một trong số các dẫn xuất của chúng, hoặc hỗn hợp chứa các chất này;

- khi hoạt chất thơm giàu terpen, chất dẻo hóa sẽ được chọn từ glyxerol điaxetat, và/hoặc glyxerol triaxetat, dưới dạng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp với monopropylen glycol hoặc một trong số các dẫn xuất của chúng, glyxerol hoặc một trong số các dẫn xuất của chúng hoặc hỗn hợp chứa các chất này;

- chất dẻo hóa có mặt với lượng nhỏ hơn giá trị định trước mà tại đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của chất nền trở nên lớn hơn 40°C;

- chất dẻo hóa có mặt với lượng nhỏ hơn 6% khối lượng so với tổng khối lượng của các thành phần tạo hạt;

- chất dẻo hóa có mặt với lượng lớn hơn 1% khối lượng so với tổng khối lượng của các thành phần tạo hạt;

- tá được tạo lớp bao chứa monosacarit và/hoặc polysacarit mạch ngắn dưới dạng một mình hoặc hỗn hợp, được liên hợp với maltodextrin;

- hoạt chất được kết hợp với chất nhũ hoá tạo điều kiện thuận lợi cho việc phân tán hoạt chất trong khối nóng chảy, và phân tán hoạt chất dưới

dạng nhũ tương mịn trong dung dịch nước mà trong đó các hạt được đưa vào;

- chất nhũ hoá có chỉ số cân bằng ưa kỵ nước (Hydrophile - Lipophile Balance (HLB)) nằm trong khoảng từ 8 đến 18;

- chất nhũ hoá bao gồm polysorbat, sucroeste, mono - glyxerit và di - glyxerit của axit béo, chất nhũ hoá giàu saponin và lecithin dưới dạng một mình hoặc hỗn hợp;

- quy trình bao gồm bước duy trì nhiệt độ của khối nóng chảy chứa hoạt chất ở cửa ra của máy ép đùn, nằm trong khoảng từ 45°C đến 55°C.

Sáng chế cũng đề cập đến hạt được tạo ra cùng với hoạt chất, bao gồm:

- maltodextrin và monosacarit hoặc polysacarit mạch ngắn với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 80/20 đến 20/80;

- MPG với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 6%;

- hoạt chất với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 10%.

Sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn qua phần mô tả dưới đây, trong đó phần này bao gồm hai ví dụ về quy trình sản xuất hạt được tạo hương thơm, dùng để minh họa sáng chế mà không làm giới hạn vi của sáng chế.

Quy trình theo sáng chế được phát triển nhằm mục đích sản xuất hạt được tạo hương thơm có hàm lượng hương thơm cao, thời hạn sử dụng tốt nhất tối ưu lớn hơn hoặc bằng 24 tháng, hoà tan mà không kèm theo vấn đề bất kỳ về độ đục trong môi trường nước và có các dấu hiệu đặc trưng sau:

- Hàm lượng hương thơm nằm trong khoảng từ 0,1% đến 10%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2% đến 10%;

- Liều lượng tối ưu của hạt được tạo hương thơm trong dung dịch được tạo ra sau khi bổ sung nước : 0,2 g.L⁻¹ đến 1 g.L⁻¹;

- Độ ẩm còn lại nhỏ hơn 5%;

- Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh lớn hơn 40 °C;

- Thời hạn sử dụng tốt nhất (hạn dùng) tối ưu lớn hơn hoặc bằng 24 tháng;

- Hương liệu dễ phân tán trong nước là trong suốt trong dung dịch được tạo ra.

Nguyên lý ép đùn được chọn vì nó tạo ra lớp vỏ bao mỹ mãn cho các thành phần thơm, do vậy được bảo vệ khỏi môi trường bên ngoài và các nguyên nhân làm suy giảm hương vị, mùi hoặc vị.

Sáng chế khác biệt ở bước đưa hỗn hợp bột chứa tá dược tạo lớp bao, chất dẻo hóa và thành phần thơm, có thành phần mong muốn, vào thiết bị ép đùn, trong đó hỗn hợp này được gia nhiệt đến nhiệt độ ép đùn đến khi thu được khối nóng chảy dễ dát mỏng, khối nóng chảy này được đưa vào tại đầu vào của khuôn ép đùn có đường kính gần bằng với đường kính của hạt cần thu được, trong khi vẫn có đặc tính dễ dát mỏng, và cắt thành hạt tại cửa ra của khuôn ép đùn, bằng dao cắt dây được tạo ra ở cửa ra của khuôn ép đùn.

Quy trình này được tiến hành trong thiết bị ép đùn, như máy ép đùn kiểu hai trục vít, như loại được bán trên thị trường dưới tên thương mại Clextral BC21.

Máy ép đùn này được trang bị theo cách đã biết bằng máy định liều cho tá dược tạo lớp bao trong đó hỗn hợp bột được đưa vào, với hai trục vít cùng quay sẽ chuyển hỗn hợp này đến khuôn ép đùn, qua nhiều môđun khác nhau được trang bị, cụ thể với cơ chế điều hòa nhiệt, bản thân khuôn ép đùn có vị trí nằm phía bên dưới máy ép đùn hai trục vít, có thể với hệ thống quạt gió điều nhiệt ở cửa ra của khuôn ép đùn, và thiết bị cắt nằm phía bên dưới cửa ra của khuôn ép đùn, hoặc nằm phía bên dưới hệ thống quạt gió nếu máy ép đùn được bố trí ở đó.

Để tạo ra hạt có được các đặc tính nêu trên, sáng chế đề cập đến quy trình được tiến hành trong máy ép đùn hai trục vít cùng quay và bao gồm lần lượt các bước sau:

(1) điều chế chất nền không chứa hoạt chất bằng cách trộn, mà không cần bổ sung nước, tá dược tạo lớp bao dùng cho hoạt chất và chất dẻo hóa không chứa nước tương hợp với tá dược nêu trên và với hoạt chất được chọn, tá dược tạo lớp bao và chất dẻo hóa này có mặt với lượng để tạo cho chất nền có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh cao hơn so với nhiệt độ môi trường;

(2) làm biến đổi chất nền đã được gia nhiệt trong máy ép đùn đến nhiệt độ ép đùn để thu được chất nền nóng chảy vô định hình;

(3) phun hoạt chất được kết hợp với chất nhũ hoá tương hợp với hoạt chất này và với chất dẻo hóa, trong đó chất nền nóng chảy, để tạo ra khối nóng chảy chứa hoạt chất nêu trên;

(4) ép đùn khối nóng chảy được tạo ra có hoạt chất qua khuôn ép đùn và cắt nó thành dạng hạt tại điểm đi ra của khối này từ khuôn ép đùn.

Máy ép đùn thích hợp để thực hiện quy trình này cần được bố trí tại điểm vào của hoạt chất ở đầu cuối trục vít và ở phía trên của khuôn ép đùn.

Do vậy, máy ép đùn thuộc loại này sẽ bao gồm, lần lượt: vùng đưa bột tạo tá dược tạo lớp bao, vùng đưa chất dẻo hóa; dọc theo hai trục vít, vùng làm biến đổi chất nền được tạo ra bởi tá dược tạo lớp bao được trộn với chất dẻo hóa thành chất nền ở trạng thái nhớt, vùng đưa hương liệu vào chất nền ở trạng thái nhớt, vùng trộn cuối để trộn hương liệu thành chất nền ở trạng thái nhớt; khuôn ép đùn và dụng cụ cắt để cắt hạt ở cửa ra của khuôn này.

Các bước lần lượt của quy trình theo sáng chế được phát triển để tránh cho hoạt chất không bị xử lý nhiệt có thể làm suy giảm các đặc tính của chúng.

Do vậy, quy trình theo sáng chế không bao gồm bước phun nó đến tận đầu cuối của quy trình (bước 3), điều đó có nghĩa là, khi hỗn hợp bột được làm biến đổi một cách đầy đủ để nó ở dạng hỗn hợp nóng chảy hoặc khối nóng chảy và không cần bổ sung nước bất kỳ trong hỗn hợp ban đầu, sao

cho để tránh việc vận hành làm khô sau đó bất kỳ và sự xuất hiện của các túi hơi. Việc phun này được thực hiện tại điểm dọc theo hai trục vít mà gần nhất với khuôn ép đùn để đảm bảo sự phân tán đồng nhất của thành phần thơm trong chất nền ở trạng thái nóng chảy ở đầu của vùng trộn cuối, nhờ đó làm giảm đến mức tối thiểu thời gian tiếp xúc của hoạt chất này với nhiệt độ ép đùn. Do vậy, thời gian lưu trú của thành phần thơm nhạy nhiệt trong máy ép đùn được tối ưu hóa. Bằng cách ví dụ, việc phun hoạt chất sẽ được tiến hành ngay trước vùng trộn cuối của hai trục vít, và sau đó khối nóng chảy này sẽ được đưa vào khuôn ép đùn.

Tá được tạo lớp bao

Tá được tạo lớp bao được kết hợp với chất dẻo hóa để tạo ra chất nền không được tạo hương, bao gồm các hydrat cacbon: Hỗn hợp chứa polysacarit mạch ngắn như sucroza, và maltodextrin ví dụ có chỉ số DE (đương lượng dextroza) bằng 9 hoặc 12 thường được sử dụng trong lĩnh vực hương liệu ép đùn. Tuy nhiên, để đề phòng, cụ thể cần phải tính đến sự chọn lọc maltodextrin và chỉ số DE của nó để đảm bảo rằng hạt thu được có hàm lượng glucoza nhỏ hơn 0,5%, giá trị thấp hơn giá trị mà có thể quan sát được là hoàn toàn không có vấn đề sự kết chất nền ở hai trục vít của máy ép đùn, hoặc ở dao cắt ở cửa ra.

Mặc dù polysacarit mạch ngắn, như mono - hoặc đisacarit, là đặc biệt được ưu tiên, vì chúng cho phép duy trì tốt hơn thành phần thơm.

Đối với maltodextrin, nó được chọn do nó có tác dụng làm tăng nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh đến mức lớn hơn 40 ° C hoặc gần với giá trị này, để đảm bảo độ ổn định của hạt ở nhiệt độ môi trường.

Tỷ lệ Maltodextrin/mono hoặc polysacarit trong chất nền nằm trong khoảng từ 80/20 đến 20/80, nhưng vẫn bị giới hạn bởi yêu cầu để đảm bảo hạt thu được có hàm lượng glucoza hoàn toàn nhỏ hơn 0,5% bằng biện pháp phòng ngừa cực trị để tránh vấn đề kết dính bất kỳ.

Tỷ lệ ưu tiên là khoảng 55 / 45.

Khá rõ là, chất nền cần phải tương hợp với chất dẻo hóa được chọn. Cỡ hạt nhỏ hơn 1 mm sẽ được ưu tiên: các kết tập hydrat cacbon cần phải đủ nhỏ để dẫn đến việc làm nóng chảy một cách nhanh chóng với sự có mặt của MPG (monopropylen glycol) hoặc một số dung môi khác cùng loại. Nếu đây không phải là trường hợp này, một số chi tiết có thể làm tắc các lỗ của khuôn ép đùn (lỗ này có đường kính nằm trong khoảng từ 0,5 mm đến 2 mm) và ngăn ngừa quy trình sản xuất liên tục từ việc trải ra.

Chất dẻo hóa

Chất dẻo hóa tạo cho tá dược này dễ biến đổi, cụ thể bằng cách gia nhiệt, thành khối dễ dát mỏng lắp lánh không kết tụ.

Để thay thế nước thường được sử dụng là chất dẻo hóa cho loại tá dược tạo lớp bao này và bao gồm các bước làm hạn chế và và rất có thể gây ra sự bay hơi của thành phần thơm (các giai đoạn gia nhiệt và loại khí bằng hơi nước) hoặc hoặc gây lão hóa sớm của thành phần thơm, quy trình theo sáng chế bao gồm bước sử dụng chất lỏng không chứa nước chất dẻo hóa có tác dụng như một dung môi trong khi có chức năng làm cho thành phần thơm kỵ nước hơn, tương hợp với tá dược tạo lớp bao ưa nước hơn, và do vậy thúc đẩy quy trình phân tán thành phần thơm trong khối nóng chảy ngay trước khi cho qua khuôn ép đùn.

Sự có mặt của nó ngăn ngừa hiện tượng phân tách giữa tá dược tạo lớp bao và hoạt chất, nói chung xảy ra trong khi việc gia nhiệt, khi hai hợp chất này có độ nhớt chênh nhau vài lần, do nó làm giảm độ nhớt của tá dược tạo lớp bao.

Việc bổ sung nước là bị cấm, và chất dẻo hóa được chọn có nhiệt độ sôi cao, tạo ra các túi hơi nước và hương liệu được ngăn ngừa, và sản xuất liên tục, mà không cần phải dùng việc loại khí, là có thể.

Để đảm bảo thêm rằng các hạt thu được có vẻ bề ngoài giống hệt nhau bất kể sự biến động của nhiệt độ môi trường, bản chất và nồng độ của chất dẻo hóa được chọn để tạo ra hạt này, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh là

cao hơn đáng kể so với nhiệt độ môi trường từ 20 đến 25 °C, tốt hơn là cao hơn 40° C.

Chất dẻo hóa từ nhóm rượu polyhydric, và cụ thể hơn monopropylen glycol, hoặc các dẫn xuất của chúng, glyxerol hoặc các dẫn xuất của chúng, glyxerol điaxetat, glyxerol triaxetat, hoặc hỗn hợp của chúng được chọn không chỉ vì chúng có nhiệt độ sôi cao mà còn vì chúng có khả năng đáng kể trong việc làm dẻo hóa tá được tạo lớp bao, điều này khiến cho có thể giảm được nhiệt độ ép đùn được áp dụng trong quy trình và nhờ đó làm giảm được ứng suất nhiệt mà hoạt chất phải chịu trong khi đưa chúng vào khối nóng chảy đến nhiệt độ đó, và chúng có khả năng phân tán chất thơm trong loại tá được tạo lớp bao được chọn. Các rượu polyhydric được sử dụng là dưới dạng chất lỏng không chứa nước và cụ thể thực hiện đầy đủ vai trò của dung môi như được nêu trên đây.

Có thể xác định rằng monopropylen glycol (MPG) là chất hòa tan có hiệu quả nhất đối với một số lượng lớn nhất các loại khác nhau của các thành phần thơm, đáng chú ý, tốt hơn glyxerol. Thực vậy, các este, các rượu, các axit, các aldehyt, các keton và các hợp chất dị vòng, tạo nên phần lớn các thành phần thơm, là tan trong MPG.

Tuy nhiên, nó thường làm giảm nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh tới nhiệt độ thấp hơn 40 °C hoặc thậm chí dưới 20 °C khi nó được đưa vào với tỷ lệ cực cao trong tá được tạo lớp bao trên cơ sở hydrat cacbon, rõ ràng là đã không làm cho lựa chọn MPG trở thành một yêu cầu, với nguy cơ phải sử dụng nó với tỷ lệ nhỏ hơn để đảm bảo đạt được nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (hoặc chuyển thủy tinh) Tg lớn hơn 40 °C, với nhược điểm là không đạt được tổng mức dẻo hóa của chất nền, nên sau đó sẽ bao gồm các kết tập hydrat cacbon có thể làm tắc khuôn ép đùn và dẫn đến việc phải dừng sản xuất, điều này là không thể chấp nhận được. Và sau đó, giải pháp làm tăng nhiệt độ ép đùn để làm dẻo hóa các kết tập này, cũng là điều không mong

muốn vì rất có thể nó sẽ làm tổn hại chất nền, sau đó chất nền này bị chuyển thành màu xám, và được điểm bằng các đốm hydrat cacbon đã được nung.

Tuy nhiên, bất ngờ đã phát hiện ra rằng có thể xác định được mức tối ưu của hàm lượng MPG, đảm bảo cả Tg dưới 40°C , lẫn tổng mức dẻo hóa của chất nền.

Hàm lượng MPG này nằm trong khoảng từ 1% đến 6% tổng khối lượng của các thành phần tạo hạt.

Đã thấy rằng mức hàm lượng này về cơ bản là giống với chất dẻo hóa khác được tạo ra theo sáng chế.

Thực vậy, có thể xác định bằng thực nghiệm rằng MPG được sử dụng trên cơ sở mức hàm lượng 5% khối lượng của chất nền chứa maltodextrin và sacaroza trên cơ sở tỷ lệ hàm lượng 55/45, đã góp phần để tạo ra ở cửa ra của máy ép đùn, hạt có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh gần với 50°C , là giá trị rất thích hợp.

Khi nó được sử dụng ở nồng độ 10% khối lượng trong chất nền cùng loại, hạt thu được có Tg chỉ 30°C , điều đó có nghĩa là, giá trị là quá thấp đối với hạt này để là đủ ổn định ở nhiệt độ môi trường.

Glyxerol được sử dụng trên cơ sở mức hàm lượng 5% khối lượng trong chất nền ngoài ra cũng bao gồm các thành phần này, dẫn đến việc tạo ra hạt có Tg gần với 45°C , đây là giá trị hoàn toàn có thể chấp nhận được trong khi nhiệt độ này là không quá 19°C khi glyxerol được sử dụng trên cơ sở mức hàm lượng 10% khối lượng, một giá trị cực kỳ thấp.

Việc sử dụng MPG hoặc các chất dẻo hóa khác theo sáng chế, với giá trị hàm lượng khuyến dùng dưới giá trị ngưỡng (6% khối lượng của các thành phần cấu tử tạo hạt), do đó có thể thu được việc làm dẻo hóa hoàn toàn chất nền và để tạo cho hạt có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh lớn hơn 40°C .

Ngoài ra, việc sử dụng MPG cũng ngăn ngừa được việc tạo ra các túi hơi, trong khi có thể giảm được nhiệt độ ép đùn đến 86°C hoặc thậm chí đến giá trị thấp hơn, và để đáp ứng các yêu cầu kỹ thuật nêu trên.

Và nó là khá giống đối với các loại khác của chất dẻo hóa được tạo ra theo sáng chế.

Thực vậy, nhiệt độ sôi cao của MPG (188°C) rất lớn trên nhiệt độ ép đùn cần và đủ là 86°C , để ngăn ngừa sự tạo ra bất kỳ các túi khí thường tạo ra với chất dẻo hóa có nhiệt độ sôi thấp như nước.

Sự quan sát này càng đúng hơn đối với glyxerol, điểm sôi của nó đến 290°C , từ 260°C đối với glyxerol điaxetat và đến 266°C đối với glyxerol triaxetat.

Các chất dẻo hóa đơn lẻ này và các dẫn xuất của chúng, và đặc biệt là glyxerol điaxetat, glyxerol triaxetat hoặc hỗn hợp chứa hai, là có lợi trong việc hòa tan các thành phần thơm của chế phẩm giàu terpen như các tinh dầu và do đó tốt hơn là được sử dụng để tạo lớp bao hoạt chất loại này.

Nhiệt độ ép đùn giảm đến 86°C hoặc thậm chí dưới nhiệt độ đó, còn làm tăng mức độ duy trì được các đặc tính của hoạt chất thơm được phun vào khối nóng chảy ở nhiệt độ này.

Về độ C, lợi ích này là so với các quy trình ép đùn hiện có như điều được nêu trong phần tình trạng kỹ thuật của sáng chế, là quan trọng vì các yêu cầu được thiết lập trong bản mô tả của sáng chế đối với hàm lượng thơm của hạt.

Tác dụng này được quan sát đối với hàm lượng chất dẻo hóa bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng của các thành phần được sử dụng để tạo nên hạt.

Vì các lý do này, hàm lượng chất dẻo hóa tối ưu được cố định nằm trong khoảng từ 1% đến 6% khối lượng của các thành phần được sử dụng để tạo nên hạt.

Nhiệt độ ép đùn tương đối thấp dẫn đến việc thu được ở cửa ra khuôn ép đùn, cuộn ở nhiệt độ cũng tương đối thấp và do đó dễ làm hóa rắn một cách nhanh chóng. Để quá trình hóa rắn xảy ra ở các điều kiện tối ưu, buồng duy trì để duy trì các sợi dây này ở nhiệt độ thích hợp (ví dụ nằm trong khoảng từ 45°C đến 55°C) sẽ được tạo ra giữa cửa ra của khuôn ép đùn và dao, nhiệt độ này cho phép tạo ra vỏ bao ngoài rắn, trong khi lõi của các sợi dây vẫn lỏng, nhờ đó cũng thúc đẩy việc cắt sạch các hạt.

Chất dẻo hóa được chọn, bởi vì nó có độ tương hợp cao với hoạt chất thơm, tạo điều kiện thuận lợi cho việc phân tán thành phần này trong khối nóng chảy trước khi ép đùn qua khuôn ép đùn và cuối cùng là tạo ra khả năng tối ưu hóa hàm lượng thơm và định lượng chúng trong dung dịch nước.

Hoạt chất thơm

Với việc bổ sung thành phần thơm làm tăng Tg của hạt thu được, thực vậy hàm lượng chất dẻo hóa cần được tối ưu hóa để đảm bảo rằng đạt được Tg lớn hơn 40°C .

Việc phân tán thành phần thơm trong khối nóng chảy còn được tạo điều kiện thuận lợi bằng chất nhũ hoá mà trên đó được gắn thành phần thơm, mặc dù chất nhũ hoá này có mục đích chính tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình phân tán thành phần thơm mà không kèm theo sự xuất hiện độ đục bất kỳ trong dung dịch nước trong đó hạt sẽ được đưa vào.

Chất dẻo hóa được sử dụng trên cơ sở mức hàm lượng được xác định trên cơ sở Tg cần đạt được bởi hạt, thực tế rất có thể là bản thân không thể tự cho phép quá trình phân tán mà không kèm theo sự xuất hiện độ đục bất kỳ của thành phần thơm trong môi trường nước.

Chất nhũ hoá được đưa vào lúc này cần phải tương hợp với thành phần thơm và với chất dẻo hóa.

Lý tưởng là, chất nhũ hoá này có thể có chỉ số HLB nằm trong khoảng từ 8 đến 18, tốt hơn là lớn hơn 10.

Polysorbat, lexithin, hoặc các phần chiết giàu saponin, là các chất nhũ hoá không cần phải hydrat hoá trước và có thể trộn lẫn hoàn toàn với phần lớn các thành phần thơm, là đặc biệt thích hợp để đạt được mục đích của sáng chế.

Các chất nhũ hoá được đưa vào để trộn với thành phần thơm dưới tác dụng của áp lực, ngay trước vùng trộn cuối của hai trục vít, để tối ưu hóa mức độ phân tán thành phần thơm trong chất nền, vì chúng ngăn ngừa hiện tượng tách pha và hóa hơi, chất nhũ hoá cho phép có thể phân tán tốt hơn các hợp chất kỵ nước như terpen trong chất nền ưa nước chứa hydrat cacbon và dung môi phân cực.

Các chất nhũ hoá khác có thể được sử dụng như các este sucro, mono - glyxerit, và di - glyxerit của axit béo dưới dạng một mình hoặc hỗn hợp.

Chất nhũ hoá sẽ được sử dụng trên cơ sở mức hàm lượng với sự tuân thủ theo các quy định hiện hành, ví dụ, nhỏ hơn 5% khối lượng các thành phần cấu tử của hạt, và lớn hơn 0,1% khối lượng để thực hiện chức năng của chúng trong việc hòa tan thành phần thơm. Nó cho phép sự tạo ra hoạt chất nhũ tương mịn trong dung dịch nước, trong đó hạt được đưa vào và nhờ đó ngăn ngừa được sự tạo ra độ đục.

Cần lưu ý rằng khi hạt được dự định để được đưa vào các chế phẩm đối với thực phẩm rắn, như bánh quy, trong đó theo định nghĩa, khái niệm độ đục hoặc độ vẩn đục trong dung dịch không được đưa ra, nó không phải là hoàn toàn quan trọng đối với thành phần thơm cần được kết hợp với chất nhũ hoá trước khi nó được phun vào khối nóng chảy. Trong ứng dụng cụ thể hơn này, việc sử dụng glucoza làm nguồn monosacarit cũng sẽ tránh được, chất này dẫn đến việc làm cho chất nền dính hơn và do vậy dẫn đến các khó khăn trong quá trình tạo hạt ở cửa ra của máy ép đùn. Các thành phần thơm được chứa trong hạt này được dự định để sử dụng trong ngành công nghiệp

sản xuất bánh quy, sẽ được phân bố một cách đồng nhất trong bột nhào bánh quy vì tác dụng cơ học quá trình ngào trộn.

Các thành phần thơm có thể được bao theo quy trình của sáng chế, là các thành phần có trong các hạng mục đã được xác định trong Quy định EC 1334/2008 của Nghị viện châu Âu và của Hội đồng châu Âu ngày 16, tháng 12, năm 2008, hoặc hỗn hợp bao gồm trong một số hạng mục sau:

- hương liệu
- hương liệu tự nhiên
- chế phẩm hương liệu
- hương liệu thu được bằng cách xử lý nhiệt
- hương liệu khói
- các tiền chất tạo hương liệu
- hương liệu khác
- các thành phần thực phẩm có đặc tính tạo hương liệu.

Khá rõ là, các hoạt chất khác với sự tuân thủ theo các quy định khác có khả năng trải qua các quy trình tạo lớp bao bằng quy trình theo sáng chế.

Quy trình này tạo cho thành phần thơm được sử dụng trên cơ sở mức hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 10% khối lượng của các thành phần cấu tử tạo hạt. Tuy nhiên, giới hạn ngưỡng trên có thể bị vượt quá do hàm lượng cao của thành phần thơm không làm giảm Tg của hạt thu được. Tuy nhiên, sẽ cần phải làm cho hàm lượng chất dẻo hóa thích ứng một cách thích hợp với hàm lượng chất nhũ hoá để phân tán hương liệu này trong khối nóng chảy.

Tương tự, quy trình này có thể được sử dụng để bao các hoạt chất trong dược phẩm, hương liệu, các sản phẩm mỹ phẩm và các sản phẩm vệ sinh, chúng được áp dụng vì thời gian tiếp xúc của hoạt chất của chúng với nhiệt độ ép đùn là ngắn và nhiệt độ ép đùn là thấp vì các hoạt chất này là nhạy nhiệt.

Cũng có thể áp dụng quy trình theo sáng chế để tạo ra thực phẩm chức năng ở dạng hạt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Theo các phương án của sáng chế, hạt thơm bao gồm:

1) Hạt có hương liệu đào (% khối lượng):

Chất nền dạng bột:

Sacaroza: 41,2

Maltodextrin DE 9 : 50,3

Chất dẻo hóa :

MPG E1520 : 5

Chất nền thơm hương liệu đào: 2,92

Chất nhũ hoá :

Polysorbat E432 : 0,58

Nhiệt độ ép đùn T : 86 ° C (cao nhất)

Áp lực ép đùn P : < 15 bar ở đỉnh

Tg của hạt: 47 ° C

2) Hạt hương liệu cam (% khối lượng):

Chất nền dạng bột:

Sacaroza: 42,2

Maltodextrin DE 9 : 51,6

Chất dẻo hóa :

MPG E1520 2,1

Chất nền thơm hương liệu cam: 2,1

Chất nhũ hoá :

Polysorbat E432 : 2

Nhiệt độ ép đùn T : 85 ° C (max)

Áp lực ép đùn P : < 15 bar khi dừng

Tg của hạt: 61 ° C

Trong hai ví dụ trên, kích thước của các hạt dạng dầu sau khi phân tán trong môi trường nước nằm trong khoảng từ 10 nm đến 500 nm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất hạt chứa ít nhất một hoạt chất và hạt này ổn định ở nhiệt độ môi trường, bao gồm lần lượt các bước:

(1) điều chế chất nền không chứa hoạt chất bằng cách trộn mà không cần bổ sung nước, tá dược để tạo lớp bao hoạt chất và chất dẻo hoá không chứa nước tương hợp với tá dược này và với hoạt chất được chọn, tá dược tạo lớp bao và chất dẻo hoá có mặt với lượng để tạo cho chất nền có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh cao hơn nhiệt độ môi trường,

(2) làm biến đổi chất nền trong máy ép đùn ở nhiệt độ ép đùn để thu được chất nền ở dạng nóng chảy vô định hình,

(3) phun hoạt chất vào chất nền ở dạng nóng chảy, để tạo ra khối nóng chảy chứa hoạt chất xác định,

(4) ép đùn khối nóng chảy được tạo ra chứa hoạt chất qua vòi phun và cắt khối này ở đường ra từ vòi phun ở dạng hạt, trong quy trình này, chất dẻo hoá là monopropylene glycol.

2. Quy trình theo điểm nêu trên, trong đó chất dẻo hoá nêu trên có mặt với lượng nhỏ hơn giá trị định trước mà tại đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của hạt trở nên lớn hơn 40°C.

3. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất dẻo hoá nêu trên có mặt với lượng nhỏ hơn 6% trọng lượng tính theo tổng khối lượng của các thành phần tạo hạt.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất dẻo hoá nêu trên có mặt với lượng lớn hơn 1% trọng lượng tính theo tổng khối lượng của các thành phần tạo hạt.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tá dược tạo lớp bao chứa monosacarit hoặc polysacarit dưới dạng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp với nó, và maltodextrin.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hoạt chất được gắn trên chất nhũ hoá tạo điều kiện thuận lợi cho việc phân tán hoạt chất trong khối nóng chảy, và phân tán hoạt chất dưới dạng nhũ tương mịn trong dung dịch nước, trong đó các hạt được hợp nhất.
7. Quy trình theo điểm 6, trong đó chất nhũ hoá có chỉ số HLB (Hydrophile - Lipophile Balance (chỉ số cân bằng ưa kỵ nước)) nằm trong khoảng từ 8 đến 18.
8. Quy trình theo điểm 7, trong đó chất nhũ hoá bao gồm polysorbat, sucroeste, monoglyxerit và điglyxerit của axit béo, chất nhũ hoá giàu saponin và lexithin dưới dạng một mình hoặc hỗn hợp.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó quy trình này còn bao gồm bước duy trì nhiệt độ của khối nóng chảy chứa hoạt chất ở cửa ra của máy ép đùn nằm trong khoảng từ 45 đến 55°C.
10. Hạt chứa hoạt chất có thể thu được bởi quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, bao gồm:
 - maltodextrin và monosacarit mạch ngắn hoặc polysacarit như disacarit với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 80/20 đến 20/80
 - từ 1 đến 6% monopropylen glycol
 - từ 0,1 đến 10% hoạt chất.