



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

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

(11)



1-0034481

(51)<sup>7</sup> A61Q 13/00; A61K 8/84; C11D 3/50; (13) B  
A61Q 15/00; A61K 8/11

(21) 1-2017-02154

(22) 27/10/2015

(86) PCT/EP2015/074813 27/10/2015

(87) WO 2016/071151 A1 12/05/2016

(30) 14290337.6 07/11/2014 EP

(45) 26/12/2022 417

(43) 25/10/2017 355A

(73) GIVAUDAN SA (CH)

Chemin de la Parfumerie 5, CH-1214 Vernier, Switzerland

(72) AUSSANT, Emmanuel (FR); FADEL, Addi (GB); HARRISON, Ian Michael (GB); QUELLET, Christian (CH); BURAKOWSKA-MEISE, Ewelina (DE); DENUCELL, Wolfgang (DE); SOLTYS, Thomas (DE).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Vàng (GINTASSET CO., LTD.)

(54) CHẾ PHẨM CÓ HƯƠNG THƠM ĐƯỢC BAO NANG, PHƯƠNG PHÁP BẢO CHẾ CHẾ PHẨM NÀY VÀ SẢN PHẨM CHĂM SÓC CƠ THỂ CHỨA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm có hương thơm được bao nang để sử dụng trong sản phẩm chăm sóc cơ thể được làm thích ứng để sử dụng và lưu lại trên da hoặc tóc của đối tượng là người hoặc trên da hoặc lông của đối tượng là động vật. Chế phẩm có hương thơm được bao nang này chứa một hoặc nhiều nang polyure có đường kính trung bình khối lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 90 micron, và trọng lượng lớp vỏ nang nằm trong khoảng từ 5 đến 40% so với tổng trọng lượng của nang. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp bào chế chế phẩm này và sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng chứa chế phẩm này.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chế phẩm có hương thơm được bao nang chứa một hoặc nhiều nang dạng vỏ-lõi, trong đó lớp lõi chứa chất thơm và lớp vỏ chứa nhựa polyure (sau đây được gọi là “nang polyure”). Sáng chế còn đề cập đến phương pháp bào chế chế phẩm này và sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng chứa chế phẩm này.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Chế phẩm có hương thơm được bao nang là đã biết trong lĩnh vực này. Chúng có thể được tạo ra bằng quy trình bao các hạt chất rắn nhỏ hoặc giọt chất lỏng nhỏ trong lớp vật liệu vỏ ở dạng màng mỏng. Mặc dù hầu như vật liệu phủ bất kỳ, ít nhất là về mặt khái niệm, đều là vật liệu vỏ nang thích hợp, trên thực tế, do các lý do về mặt thương mại và quy định, cho đến nay, vẫn có tương đối ít vật liệu vỏ nang được sử dụng trong các sản phẩm thương mại. Việc lựa chọn vật liệu vỏ nang được quyết định bởi nhiều yếu tố bao gồm chi phí, mức độ sẵn có, dễ xử lý, và đặc tính ngăn vốn có. Việc xác định vật liệu vỏ tối ưu cho ứng dụng nhất định có thể phức tạp do nhiều thông số tương tác quyết định sự thành công của vật liệu vỏ nang nhất định

Chế phẩm có hương thơm được bao nang được sử dụng với tần suất tăng lên trong nhiều loại sản phẩm tiêu dùng, bao gồm cả sản phẩm chăm sóc gia đình và sản phẩm chăm sóc cơ thể. Trong lĩnh vực sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi, tác giả sáng chế nhận thấy rằng có hai loại vật liệu lớp vỏ đã được sử dụng trong lĩnh vực thương mại. Các nang dạng vỏ-lõi là tinh bột đã được sử dụng trong các sản phẩm khử mùi và chống mồ hôi trên thị trường do khả năng giải phóng chất thơm của chúng khi được làm ẩm bởi mồ hôi. Trong khi chế phẩm có hương thơm được bao nang trên cơ sở các nang dạng vỏ-lõi là gelatin cũng đã được sử dụng trong các sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi trên thị trường do khả năng phá vỡ và giải phóng chất thơm của chúng khi có tác dụng cơ học, ví dụ, ép hoặc chà xát với da hoặc tóc hoặc sản phẩm quần áo.

Các nang dạng vỏ-lõi là gelatin thường được tạo ra bằng quy trình tự giọt phức tạp. Quy trình này là đã được biết rõ trong lĩnh vực này và diễn ra khi gelatin và chất

keo khác trong pha phân tán trong nước của nhũ tương dầu-nước sinh ra giọt tụ và hấp thụ lên bề mặt các giọt dầu nhỏ được phân tán trong pha phân tán. Đặc tính của quy trình này là tất cả các chất tạo lớp vỏ đều được chứa trong pha đơn - pha nước phân tán. Các chất tạo lớp vỏ phân tán hoặc di chuyển qua pha đơn này để đến được bề mặt phân cách dầu-nước và tạo thành lớp vỏ. Hơn nữa, khi tạo thành các nang chất thơm theo cách này, các giọt dầu hoặc dung môi chống ăn mòn có giá trị  $\log_{10}C$  rất cao thường được sử dụng dưới dạng pha phân tán. Sức căng bề mặt cao được tạo ra ở bề mặt phân cách dầu-nước thúc đẩy sự tạo ra lớp vỏ nang với độ dày gần như đồng đều. Sau đó, các nang rỗng được tạo ra có thể được ngâm trong chế phẩm thơm, chế phẩm này phân tán vào lớp lõi của nang để thay thế, hoặc gần như thay thế, dầu ăn mòn hoặc dung môi để tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang.

Các Bằng độc quyền sáng chế châu Âu số EP 2 221 039 và EP 2 179 719 bộc lộ sản phẩm khử mùi và chống mồ hôi chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang trên cơ sở các nang dạng vỏ-lõi là gelatin. Các nang này khác biệt bởi có độ dày lớp vỏ xác định và rất đồng đều.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang trên cơ sở các nang dạng vỏ-lõi là polyure cũng đã biết trong lĩnh vực này. Các nang này được tạo ra bằng quy trình polyme hóa bề mặt phân cách. Nhũ tương dầu trong nước được điều chế như theo quy trình tụ giọt đã mô tả trên đây, nhưng trong quy trình này các chất tạo thành lớp vỏ được chứa trong cả pha dầu phân tán và pha nước liên tục. Điều quan trọng là chất tạo thành lớp vỏ phải được phân tán vào hai pha khác nhau để đến được bề mặt phân cách dầu-nước trước khi phản ứng để tạo thành lớp vỏ của nang. Các đặc tính hoặc tính chất của lớp vỏ sẽ bị tác động trực tiếp bởi thành phần của pha dầu, mà trong trường hợp dầu thơm, sẽ thường chứa hàng chục hoặc thậm chí hàng trăm thành phần thơm khác nhau, mỗi thành phần có các tính chất lý học và hóa học của riêng nó (như độ tan và hệ số phân bố). Tốc độ mà khi đó chất tạo thành lớp vỏ có thể khuếch tán về phía bề mặt phân cách dầu-nước sẽ thay đổi tùy thuộc vào thành phần của dầu thơm phức hợp. Do đó, có thể khó kiểm soát một cách chính xác đối với hình thái của lớp vỏ, cụ thể là tính đồng đều và độ dày của lớp vỏ.

Công bố đơn quốc tế số bộc lộ viên nang dạng vỏ nhân chứa lớp vỏ polyme bao quanh và bao nang lớp lõi là dầu chứa chất thơm. đường kính trung bình (D50) của nang nằm trong khoảng từ 1 đến 250 micron và nang này được làm thích ứng để được

phá vỡ để giải phóng chất thơm chứa trong nhân với lực phá vỡ nhỏ hơn 2mN

Cho đến nay, tác giả sáng chế vẫn chưa thấy có ứng dụng thương mại bất kỳ trong đó mùi thơm được giải phóng từ các nang dạng vỏ-lõi là polyure.

Việc sử dụng các chế phẩm có hương thơm được bao nang trong sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng để tạo mùi thơm cho cơ người hoặc động vật và để khử mùi khó chịu là đã biết. Các sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng là sản phẩm chăm sóc cơ thể được làm thích ứng để sử dụng tại chỗ cho tóc hoặc da của đối tượng, và lưu lại trên cơ thể trong khoảng thời gian kéo dài. Các loại sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng đặc biệt quan trọng cho người tiêu dùng hiện đại là sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi. Mùi cơ thể là mùi không mong muốn và thậm chí có thể được cho là không vệ sinh và không dễ gần. Mùi cơ thể tỏa ra là do tác dụng của hệ vi khuẩn đối với mồ hôi của người. Việc tắm thường xuyên để loại bỏ mồ hôi có thể giải quyết được sự tạo ra mùi khó chịu của cơ thể, nhưng trên thực tế không thể lúc nào cũng tắm hoặc không thể tắm thường xuyên. Do đó, việc sử dụng sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi đã trở thành khía cạnh quan trọng của chế độ chăm sóc cơ thể hiện đại.

Vấn đề thường gặp với chế phẩm có hương thơm được bao nang trong tất cả các loại ứng dụng, kể cả sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi, là mức độ duy trì chất thơm và ngăn ngừa sự khuếch tán không kiểm soát của chất thơm ra khỏi nang vào môi trường xung quanh mà chúng được phân tán trong đó. Khi chế phẩm có hương thơm được bao nang được đưa vào sản phẩm tiêu dùng, chúng có thể gặp phải nhiều vấn đề về độ ổn định nghiêm trọng, như sự phá vỡ nang do tác dụng của áp suất thẩm thấu, hoặc sự chiết chất thơm ra khỏi nang do tác dụng của môi trường bên ngoài. Thách thức đối với nhà sản xuất là tạo ra công nghệ bao nang không chỉ có khả năng duy trì hương thơm tốt trước khi sử dụng mà còn phải không gây tác động bất lợi đến khả năng giải phóng chất thơm của nang này khi cần sử dụng.

Sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng (cụ thể là sản phẩm chống mồ hôi và sản phẩm khử mùi) là thách thức cụ thể đối với các nhà sản xuất chế phẩm có hương thơm được bao nang. Người tiêu dùng quan tâm chặt chẽ đến các sản phẩm này về thời điểm sử dụng và nhiều giờ sau khi sử dụng, cho đến cơ hội tiếp theo để sử dụng chính nó. Vấn đề cụ thể nảy sinh với sự giải phóng chất thơm liên tục. Điều này có thể gây kích ứng cho người tiêu dùng và cũng có thể dẫn đến thói quen. Do đó, cụ

thể là trong các ứng dụng như vậy, chế phẩm có hương thơm được bao nang phải không được quá dễ vỡ đến mức nang vỡ ra và giải phóng chất thơm ngay cả khi có sự tiếp xúc ma sát rất nhỏ với bề mặt da, tóc hoặc vải. Mặt khác, do sự tiết mồ hôi khi vận động cơ thể, các nang cần vỡ ra và giải phóng lượng lớn chất thơm tương ứng với lực ma sát với da và/hoặc vải, tương ứng với sự vận động cơ thể mạnh trong khoảng thời gian kéo dài. Sự giải phóng chất thơm ‘theo yêu cầu’ có thể tạo ra khả năng cảm nhận về mùi cho người tiêu dùng, thể hiện hiệu quả của sản phẩm, điều này lại tạo độ tin cậy cho người tiêu dùng về sản phẩm.

Công nghệ bao nang chất thơm hiện nay dựa trên nang tinh bột hoặc nang gelatin không thể tạo ra sự giải phóng theo yêu cầu trong khoảng thời gian kéo dài từ ít nhất 6 giờ đến 10 giờ hoặc lâu hơn, và trong khi nang polyure là công nghệ có triển vọng về điểm này, cho đến nay, nang polyure đã được chứng minh là khó tạo ra với đặc tính giải phóng chính xác theo cách tin cậy.

Do đó, vẫn cần tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang chứa nang polyure, cụ thể là các sản phẩm chăm sóc cơ thể mà không cần rửa sạch sau khi sử dụng, và cụ thể hơn là sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi.

Cụ thể hơn, vẫn cần tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang nêu trên, trong đó các chế phẩm này có đủ độ ổn định theo thời gian trong sản phẩm tiêu dùng, sản phẩm này chứa môi trường có tính ăn mòn đối với chế phẩm có hương thơm được bao nang, như môi trường chứa muối và chất hoạt động bề mặt với nồng độ cao.

Hơn nữa, vẫn cần tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang có các đặc tính trên đây mà vẫn có đủ tính dễ vỡ để khi bị tác động lực cơ học, tương ứng với khi có sự chà xát mạnh với da hoặc vải, sẽ giải phóng chất thơm với mức độ đủ để tạo ra cảm giác tươi mát trong khoảng thời gian ít nhất là 6 giờ, và lên đến 10 giờ sau khi sử dụng.

#### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Mục đích của sáng chế là khắc phục được vấn đề của các giải pháp đã biết và các yêu cầu chưa được đáp ứng và đề xuất chế phẩm có hương thơm được bao nang chứa một hoặc nhiều nang dạng vỏ-lõi. Sáng chế còn đề xuất phương pháp bào chế chế phẩm này và sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng chứa chế phẩm này.

Để đạt được mục đích trên đây, theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất chế

phẩm có hương thơm được bao nang, cụ thể là để sử dụng trong sản phẩm chăm sóc cơ thể được làm thích ứng để sử dụng và lưu lại trên da hoặc tóc của đối tượng là người hoặc trên da hoặc lông của đối tượng là động vật, chế phẩm có hương thơm được bao nang này chứa một hoặc nhiều nang polyure có đường kính trung bình khối lượng của nang nằm trong khoảng từ 20 đến 50 micron, cụ thể hơn nữa là từ 30 đến 50 micron.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp bào chế chế phẩm có hương thơm được bao nang ở dạng bột, phương pháp này bao gồm bước sấy phun huyền phù đặc chứa nhiều nang polyure như được xác định ở đây, được phân tán trong môi trường nước chứa chất trợ chảy là silic dioxit.

Sáng chế còn đề xuất sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã xác định trên đây.

#### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Khi được sử dụng trong bản mô tả này, cỡ hạt trung bình khối được xác định bằng phương pháp tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị Malvern 2000S và lý thuyết tán xạ Mie. Nguyên lý của lý thuyết Mie này và phương pháp tán xạ ánh sáng có thể được dùng để xác định kích thước nang có thể được tìm thấy, ví dụ, trong tài liệu: H. C. van de Hulst, Light scattering by small particles. Dover, New York, 1981. Thông tin chính được cung cấp bởi sự tán xạ ánh sáng tĩnh là sự phụ thuộc góc của cường độ tán xạ ánh sáng, điều này lại liên quan đến kích thước và hình dạng của nang. Tuy nhiên, theo phương pháp vận hành chuẩn, kích thước của khối cầu tương đương với kích thước của vật thể nhiễu xạ, bất kể hình dạng của vật thể này, được tính toán bằng chương trình phần mềm có bản quyền của Malvern được cung cấp kèm theo thiết bị. Trong trường hợp các mẫu đa phân tán, sự phụ thuộc góc của tổng cường độ tán xạ chứa thông tin về sự phân bố kích thước trong mẫu này. Tín hiệu ra là đồ thị phân bố thể hiện tổng thể tích của nang thuộc về nhóm kích thước nhất định dưới dạng hàm số của kích thước nang, trong khi số tùy ý của 50 nhóm kích thước thường được chọn.

Theo thực nghiệm, vài giọt huyền phù đặc chứa khoảng 10% nang được cho thêm vào dòng tuần hoàn của nước đã loại khí chảy qua tế bào tán xạ. Sự phân bố góc của cường độ tán xạ được xác định và phân tích bằng chương trình phần mềm có bản quyền để thu được kích thước trung bình và sự phân bố kích thước của các nang có mặt trong mẫu. Trong ngữ cảnh của sáng chế, các phân vị Dv 10, Dv 50 và Dv 90

được sử dụng làm đặc tính của sự phân bố kích thước nang, trong khi Dv 50 tương ứng với giá trị trung bình của mức độ phân bố.

Trong chế phẩm có hương thơm được bao nang, trọng lượng lớp vỏ của nang polyure, tính theo tỷ lệ % của tổng trọng lượng nang (lớp lõi + lớp vỏ), nằm trong khoảng từ 5% đến 40%, cụ thể hơn là từ 10 đến 25% trọng lượng và cụ thể hơn nữa là từ 12% đến 20%.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, chế phẩm có hương thơm được bao nang được tạo ra ở dạng huyền phù đặc chứa nang polyure được phân tán trong môi trường phân tán trong nước.

Trọng lượng lớp vỏ là thông số quan trọng trong việc xác định cả tính ổn định và tính năng của chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế. Tỷ lệ của trọng lượng lớp vỏ so với đường kính trung bình khối lượng của nang quyết định đặc tính giải phóng của chế phẩm có hương thơm được bao nang. Tỷ lệ của trọng lượng lớp vỏ (tính theo tỷ lệ % trọng lượng của tổng trọng lượng nang: lớp vỏ + lớp lõi) với đường kính nang này (tính theo micron) nhỏ hơn hoặc bằng  $0,7 \text{ micron}^{-1}$ , cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng  $0,6 \text{ micron}^{-1}$ , và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng  $0,2 \text{ micron}^{-1}$ .

Liên quan đến việc khó tạo ra nang polyure với lớp vỏ có độ dày đồng đều ở mức cao, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng trọng lượng lớp vỏ là thông số đáng tin cậy để kiểm soát quá trình trong khi tạo nang. Bằng cách điều chỉnh trọng lượng lớp vỏ (bằng cách kiểm soát lượng monome tạo thành lớp vỏ được cho thêm vào trong quá trình bao nang) và đường kính nang nằm trong khoảng thông số đã mô tả trên đây, có thể tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang có profin giải phóng mong muốn theo mục đích của sáng chế. Cụ thể hơn, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng có thể thu được nang có đủ độ bền cơ học sao cho khi không bị kích thích (nghĩa là khi chúng không bị tác động bởi lực ép hoặc lực cắt) chúng tạo ra cảm nhận về mùi thơm rất ít, nhưng sẽ giải phóng chất thơm khi có sự khuấy cơ học mạnh tương ứng với sự vận động cơ thể mạnh.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang này có thể được kết hợp ổn định vào sản phẩm tiêu dùng theo tất cả các cách mà cụ thể là sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng, như sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi, trong khi vẫn duy trì khả năng biến dạng khi có sự tiếp xúc ma sát giữa da với da hoặc da và quần áo, khi sử

dụng.

Ứng suất phá vỡ danh nghĩa của nang polyure, tính theo MPa, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2 MPa, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,5 MPa và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,4 đến 1 MPa.

Ứng suất phá vỡ danh nghĩa có thể được xác định bằng kỹ thuật vi chỉnh đã biết trong lĩnh vực này. Các nang được pha loãng trong nước cất và được làm khô trên đĩa đặt vật kính trong khoảng 30 phút ở nhiệt độ trong phòng ( $24 \pm 1^\circ\text{C}$ ). Nguyên lý của kỹ thuật vi chỉnh là ép một nang giữa hai bề mặt song song. Một nang được ép và giữ, được ép và giảm ép, và được ép đến độ biến dạng lớn hoặc phá vỡ với tốc độ định trước bằng 1 micromet/giây. Đồng thời, lực đặt lên chúng và độ biến dạng của chúng có thể được xác định. Kỹ thuật này sử dụng một đầu dò nhỏ nằm vuông góc với bề mặt của mẫu nang. Đầu dò này được nối với bộ chuyển đổi lực, được gắn với nút vi chỉnh ba chiều có thể được lập trình để di chuyển với tốc độ định trước. Toàn bộ quá trình được tiến hành trên kính hiển vi đảo ngược. Từ đường cong của lực với thời gian lấy mẫu, thu được mối tương quan giữa lực và độ biến dạng của nang đến khi vỡ, và đường kính ban đầu của nó. Kỹ thuật vi chỉnh này được giải thích đầy đủ hơn trong tài liệu: Zhang, Z., Saunders, R. and Thomas, C. R., Micromanipulation measurements of the bursting strength of single microcapsules, *Journal of Microencapsulation* 16(1), 117-124 (1999). Lực khi phá vỡ nang, được tính theo đơn vị lực (Newton), mà sau đó lực này được biến đổi thành ứng suất phá vỡ, được tính theo đơn vị áp suất (Pa), bằng cách chia lực phá vỡ cho diện tích mặt cắt ngang của nang. Đầu hoặc đầu dò, được dùng để vi chỉnh cần có kích thước gần bằng kích thước của nang, và thường nằm trong khoảng từ 10 đến 50 micron. Thông thường, lực khi phá vỡ được xác định trên một nang và thường được tiến hành lặp lại trên 50 nang và giá trị trung bình được dùng để tính ứng suất phá vỡ danh nghĩa theo sáng chế.

Lớp lõi nang của chế phẩm có hương thơm được bao nang chứa dầu thơm. Dầu thơm này chứa một hoặc nhiều thành phần thơm. Theo thuật ngữ chung, các thành phần thơm sẽ thuộc về nhóm hóa chất đa dạng như rượu, keton, este, etc, axetat, terpen hydrocacbon, các hợp chất dị vòng chứa nitơ hoặc lưu huỳnh và tinh dầu, các chất này có thể có nguồn gốc tự nhiên hoặc tổng hợp. Nhiều chất trong số các thành phần thơm này được liệt kê trong trường hợp bất kỳ trong các tài liệu tham khảo như tài liệu: S. Arctander, *Perfume and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, New Jersey, Mỹ, hoặc các

phiên bản gần đây hơn của nó, hoặc trong các tài liệu khác có tính chất tương tự, cũng như trong nhiều tài liệu patent thuộc lĩnh vực nước hoa.

Như thường đã biết trong lĩnh vực này, cả hiệu quả bao nang chất thơm trong khi tạo nang cũng như sự giảm mức độ khuếch tán chất thơm ra khỏi các nang tạo thành, có thể được thúc đẩy bằng cách sử dụng lượng lớn các thành phần thơm có giá trị  $\log_{\text{P}}C$  tương đối cao. Thông thường, để đạt được hiệu quả bao nang tốt và mức độ khuếch tán thấp, thường sử dụng các thành phần thơm có giá trị  $\log_{\text{P}}C$  lớn hơn hoặc bằng 2,5, và cụ thể hơn là lớn hơn hoặc bằng 3,3, và cụ thể hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 4,0 với lượng ít nhất là 50%, cụ thể hơn là nhiều hơn 60%, và cụ thể hơn nữa là nhiều hơn 70%, và cụ thể hơn nữa là nhiều hơn 80% trọng lượng. Việc sử dụng các thành phần thơm này thường được cho là hữu ích trong việc làm giảm sự khuếch tán chất thơm qua lớp vỏ nang và vào nền sản phẩm trong các điều kiện thời gian, nhiệt độ và nồng độ cụ thể.

Giá trị  $\log_{\text{P}}C$  của các thành phần thơm đã được thông báo trong nhiều cơ sở dữ liệu bao gồm cơ sở dữ liệu Pomona 92, sản phẩm của Daylight Chemical Information Systems, Inc., Daylight CIS, Irvine, California.

Thường sử dụng các dung môi trộn lẫn với các thành phần thơm. Các chất dung môi là chất kỵ nước trộn lẫn được trong các thành phần thơm, và các chất này gần như không có mùi hoặc không có mùi với lượng được sử dụng. Các dung môi thường được sử dụng có giá trị  $\log_{\text{P}}C$  cao, ví dụ, lớn hơn 6 và thậm chí lớn hơn 10. Các dung môi bao gồm dầu triglycerit, mono và diglycerit, dầu khoáng, dầu silicon, diethyl phthalat, polyalpha olefin, dầu thầu dầu và isopropyl myristat.

Công bố đơn sáng chế Mỹ số US2011071064 bộc lộ nang polyure để sử dụng trong lĩnh vực chăm sóc cơ thể. Cụ thể, tài liệu này đề cập đến phương pháp xử lý các đặc tính của lớp vỏ để xử lý tính ổn định và profin giải phóng của nang. Như được nêu trong tài liệu này, dung môi cần được sử dụng trong lớp lõi với lượng lớn hơn 10%, cụ thể hơn là lớn hơn 30%, và cụ thể hơn nữa là lớn hơn 70% trọng lượng.

Trái ngược với phát hiện này, tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện được rằng có thể gần như không sử dụng dung môi trong lớp nhân của nang polyure theo sáng chế. Thật vậy, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng có thể điều chế chế phẩm có hương thơm được bao nang trong đó lớp nhân được bao nang bao gồm toàn bộ các thành phần thơm và không có dung môi.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang không chứa dung môi có thể được sử dụng, cụ thể là khi các thành phần thơm tạo thành lớp nhân được tạo ra có độ tan trong nước giới hạn. Cụ thể, lớp nhân cần được tạo ra với tỷ lệ lớn các thành phần thơm có độ tan trong nước nhỏ hơn hoặc bằng 15.000 ppm, cụ thể hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5000 ppm, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3000 ppm. Cụ thể hơn, ít nhất 60%, cụ thể hơn là ít nhất 70% và cụ thể hơn nữa là ít nhất 80% các thành phần thơm cần có độ tan trong nước nhỏ hơn hoặc bằng 15.000 ppm, cụ thể hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5000 ppm, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3000 ppm.

Việc tránh sử dụng dung môi trong nhân nang thường là có mặt lợi mặt chi phí và môi trường. Nhưng cụ thể hơn là liên quan đến các sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng, nếu một phương pháp có thể tạo ra nang có tỷ lệ nạp chất thơm cao bằng cách tránh sử dụng dung môi, phương pháp này có thể tạo ra chế phẩm thơm được bao nang với hàm lượng nang thấp hơn. Tất nhiên là số lượng nang được sử dụng càng thấp, càng ít có khả năng xuất hiện các gốc quan sát được lắng phủ trên quần áo tiếp xúc chặt chẽ với da của đối tượng sử dụng chế phẩm này.

Nồng độ của nang được sử dụng trong huyền phù đặc cần thiết để thu được hiệu quả tạo mùi thơm mong muốn sẽ phụ thuộc vào mức độ mà chất thơm có thể được bao nang hữu hiệu, và điều này lại sẽ bị ảnh hưởng bởi lượng chất trong lớp vỏ được sử dụng so với lượng chất trong lớp lõi.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, lượng chất nạp vào nang (chất được bao nang + chất tạo lớp vỏ) trong huyền phù đặc nằm trong khoảng từ 5% đến 75%, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 25% đến 50%, và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30% đến 40% trọng lượng so với trọng lượng của huyền phù đặc.

Ngoài ra, tổng lượng của các thành phần thơm tính theo tỷ lệ % trọng lượng so với trọng lượng của huyền phù đặc nằm trong khoảng từ 10% đến 50%, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 20% đến 40% và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25 đến 35% trọng lượng.

Hơn nữa, lượng lớn các thành phần thơm này có thể được bao nang mặc dù trọng lượng lớp vỏ tương đối thấp. Thật vậy, theo khía cạnh khác của sáng chế, hàm lượng lớp lõi tính theo tỷ lệ % trọng lượng so với tổng trọng lượng của nang có thể nằm trong khoảng từ 60% đến 95% trọng lượng, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 75% đến 80% và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80% đến 88% trọng lượng.

Có thể thu được tỷ lệ trọng lượng của lớp lõi-lớp vỏ bằng cách cân lượng nang đã được rửa từ trước bằng nước và tách ra bằng cách lọc. Sau đó, lớp lõi được chiết bằng kỹ thuật chiết bằng dung môi để thu được trọng lượng lớp lõi. Trọng lượng lớp vỏ thu được từ sự cân bằng khối lượng đơn giản khi tính đến lượng chất bao nang ban đầu theo tỷ lệ % trọng lượng.

Như đã nêu trên đây, chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể được sử dụng để bao nang thành phần thơm bất kỳ. Tuy nhiên, có thể khó kết hợp với việc bao nang các thành phần thơm có nhóm chức aldehyt. Cụ thể hơn, đã biết rằng các thành phần thơm chứa nhóm chức aldehyt sẽ phản ứng với nhóm chức amin của monome được sử dụng khi tạo ra thành viên nang. Điều này có thể làm cho không bao nang hoàn toàn các chất thơm chứa thành phần thơm aldehyt, hoặc nếu các nang được tạo ra, tỷ lệ nạp chất thơm là thấp, và các nang này dễ bị kết tụ. Việc duy trì dầu thơm ở mức thấp làm tốn chi phí, trong khi hiện tượng kết tụ là hiện tượng rất không mong muốn về mặt thẩm mỹ và trường hợp xấu nhất có thể gây ra các vấn đề trong khi sản xuất và tính năng của nang kém, và tốt hơn nếu càng tránh được hiện tượng này càng tốt.

Công bố đơn quốc tế số WO2011/161265 A2 bộc lộ giải pháp cho vấn đề này, trong đó thành phần thơm aldehyt được thể hiện ở dạng tiền chất aldehyt, trong đó nhóm chức aldehyt được bảo vệ và do đó không thể phản ứng với monome amin trong khi tạo nang. Trong khi giải pháp theo tài liệu này khắc phục được vấn đề nêu trên, vấn đề nảy sinh là chi phí tăng thêm và tính phức tạp liên quan đến việc điều chế tiền chất của thành phần thơm aldehyt.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, khi chế phẩm có hương thơm được bao nang được sử dụng để bao nang các thành phần thơm chứa aldehyt, ngoài các thành phần thơm aldehyt nêu trên, chất thơm được bao nang cần chứa thành phần thơm dạng vòng không thuộc dãy thơm, và alkyl salixylat và/hoặc 2,2,2-axetal được thể ba lần, trong đó axetal này có công thức chung



trong đó  $R_1$  là gốc alkyl hoặc gốc thơm no hoặc không no có ít nhất 4 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu có ít nhất 5 nguyên tử cacbon và tốt nhất nếu có ít nhất 6 nguyên tử cacbon, nhưng có không quá 10 nguyên tử cacbon;  $R_2$  và  $R_3$  độc lập được chọn từ gốc alkyl no hoặc không no có ít nhất trên một nguyên tử cacbon; và  $R_4$  và  $R_5$  độc lập

được chọn từ nhóm methyl và/hoặc nhóm ethyl.

Theo phương án cụ thể hơn của sáng chế, ngoài thành phần thơm chứa aldehyt, chất thơm được bao nang chứa thành phần thơm dạng vòng không thuộc dãy thơm và alkyl salixylat.

Theo phương án cụ thể hơn của sáng chế, chất thơm được bao nang chứa thành phần thơm dạng vòng không thuộc dãy thơm và alkyl salixylat và 2,2,2-axetal được thể ba lần, đã xác định trên đây.

Khi được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “thành phần thơm có vòng” để chỉ phân tử hữu ích làm thành phần thơm, chứa dãy các nguyên tử trong cấu trúc hóa học của nó để tạo thành vòng kín. Vòng này có thể là vòng thơm hoặc vòng béo. Nó có thể có một hoặc nhiều vòng, và có thể chứa các nguyên tử khác loại. Vòng này có thể mang các nhóm thế hoặc có thể không được thế.

Thành phần thơm aldehyt có thể là aldehyt bất kỳ hữu ích trong lĩnh vực nước hoa hoặc dưới dạng chất tạo mùi. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực nước hoa có sẵn bảng liệt kê các thành phần chứa nhóm chức aldehyt, và các thành phần này được dự định theo sáng chế làm thành phần thơm aldehyt đại diện. Aldehyt có thể là aldehyt béo, aldehyt vòng béo, và aldehyt terpen không vòng, aldehyt terpen vòng, hoặc aldehyt thơm.

Cụ thể hơn, các aldehyt bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nhóm các aldehyt sau đây, trong đó mã số CAS được thể hiện trong dấu ngoặc đơn. Ở đây, khi tên thông thường hoặc tên không trong hệ thống được sử dụng cho các thành phần chất thơm, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng các tên này và mã số CAS được dự định bao gồm cả các từ đồng nghĩa dựa trên hệ thống danh pháp chính thức hơn, như IUPAC:

Decanal (112-31-2), 2-methyl decanal (aldehyt C-11 (19009-56-4), 10-undecenal (112-45-8), undecanal (112-44-7), dodecanal (112-54-9), 2-methyl undecanal (110-41-8), heptanal (111-71-7), octanal (124-13-0), green hexanal (5435-64-3), nonanal (124-19-6), hỗn hợp undecenal (1337-83-3), (Z)-4-decenal (21662-09-9), (E)-4-decenal (65405-70-1), 9-decenal (39770-05-3), isovalerianic aldehyt (590-86-3), aldehyt amyl xinamic (122-40-7), aldehyt methyl xinamic (101-39-3), methyl phenyl hexenal (21834-92-4), aldehyt phenyl propionic (104-53-0), aldehyt para tolyl (104-87-0), para anisaldehyt (123-11-5), benzaldehyt (100-52-7), xyral C (68039-49-6),

trixyclal (68039-49-6), xyclomyral (68738-94-3), isoxycloxitral (1335-66-6), maceal (68259-31-4), safranal (116-26-7), heliotropin (120-57-0), aldehyt hexyl xinamic (101-86-0), bourgenal (18127-01-0), aldehyt xinamic (104-55-2), aldehyt cuminic (122-03-2), aldehyt xyclamen (103-95-7), xyclohexal (31906-04-4), fennaldehyt (5462-06-6), floralozon (67634-15-5), florhydral (125109-85-5), aldehyt hydratropic (93-53-8), lilial (80-54-6), mefranal (55066-49-4), myralden (37677-14-8), silvial (6658-48-6), trifernal (16251-77-7), 2-tridecenal (7774-82-5), dupical (30168-23-1), scentenal (86803-90-9), prexyclemone B (52475-86-2), vernaldehyt (66327-54-6), hexanal (66-25-1), adoxal (141-13-9), calypson (929253-05-4), xetonal (65405-84-7), xitral (5392-40-5), xitronelal (106-23-0), xitronelyl oxyaxetaldehyt (7492-67-3), dihydro farnesal (32480-08-3), hydroxyxitronelal (107-75-5), melonal (106-72-9), metoxymelonal (62439-41-2), nonadienal (557-48-2), oncidal (54082-68-7), pinoaxetaldehyt (33885-51-7), tetrahydro xitral (5988-91-0), tropional (1205-17-0), etyl vanilin (121-32-4), vanilin (121-33-5).

Khi phân loại các thành phần thơm, thành phần thơm chứa cả nhóm chức aldehyt và vòng được cho là thành phần thơm aldehyt dùng cho mục đích của sáng chế, và không là thành phần thơm có vòng.

Mức độ hoặc mức độ nghiêm trọng của hiện tượng kết tụ bất kỳ phụ thuộc vào nhiều yếu tố bao gồm khả năng phản ứng của thành phần thơm aldehyt đối với các monome (ví dụ, monome amin) được sử dụng để tạo ra lớp vỏ nang, cũng như độ tan của thành phần thơm aldehyt trong môi trường nước. Khi quá trình tạo ra lớp vỏ nang là quá trình diễn ra ở mặt phân cách và các amin được sử dụng chủ yếu được chứa trong pha nước, mức độ mà thành phần thơm aldehyt sẽ phân bố vào pha nước, có thể ảnh hưởng đến khả năng phản ứng của nó đối với amin.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể chứa thành phần thơm aldehyt với lượng tối đa 6% trọng lượng, so với tổng trọng lượng của chế phẩm thơm được bao nang. Cụ thể hơn, chế phẩm thơm được bao nang chứa các thành phần thơm aldehyt được bao nang với lượng nằm trong khoảng từ 0,01% đến 6% trọng lượng, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5,5%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 4,5%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 4,0%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,5%, cụ thể hơn nữa là nằm trong

khoảng từ 0,01 đến 3%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1% trọng lượng.

Các thành phần thơm có vòng không thuộc dãy thơm bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, este vòng, keton, ketal và rượu. Các thành phần thơm có vòng không thuộc dãy thơm đặc biệt hữu ích theo sáng chế là este vòng. Các ví dụ về este vòng hữu ích bao gồm

Dầu định hương axetyl hóa terpen (68425-19-4), agrumex (88-41-5), allyl xyclohexyl propionat (2705-87-5), amber core (139504-68-0), ambrein (8016-26-0), ambreinol (73138-66-6), ambretolit (28645-51-4), ambrinol (41199-19-3), ambrofix (6790-58-5), aphermat (25225-08-5), azarbre (68845-36-3), nonalacton có hai vòng (4430-31-3), boisiris (68845-00-1), borneol (507-70-0), bornyl axetat lỏng (125-12-2), para butyl xyclohexanol (98-52-2), para butyl xyclohexyl axetat (32210-23-4), camonal (166301-22-0), long não tổng hợp (76-22-2), laevo carvon (6485-40-1), cashmeran (33704-61-9), xedren (11028-42-5), xedrenol (28231-03-0), xedrol (77-53-2), epoxit gỗ (71735-79-0), tinh thể xedryl axetat (77-54-3), ete xedryl metyl (19870-74-7), xelery keton (3720-16-9), xetalox (3738-00-9), xiveton (542-46-1), coniferan (67874-72-0), coranol (83926-73-2), cosmon (259854-70-1), xyclogalbanat (68901-15-5), xyclohexyl etyl axetat (21722-83-8), xyprisat (23250-42-2), damascenon (23696-85-7), alpha damascon (24720-09-0), beta damascon (23726-92-3), delta damascon (57378-68-4), delta decalacton (705-86-2), gama decalacton (706-14-9), decaton (34131-98-1), dihydro ambrat (37172-02-4), beta dihydro ionon (17283-81-7), dihydro jasmon (1128-08-1), delta dodecalacton (713-95-1), dodecalacton gama (2305-05-7), dupical (30168-23-1), etyl safranat (35044-59-8), etylen brassylat (105-95-3), eucalyptol (470-82-6), alpha fenchon (7787-20-4), fenchyl axetat (13851-11-1), rượu fenchyl (1632-73-1), floxyclen (68912-13-0), florosa (63500-71-0), florymoss (681433-04-5), folenox (26619-69-2), folrosia (4621-04-9), freskomenthe (14765-30-1), fruitat (80623-07-0), galbanon tinh khiết (56973-85-4), gadroxcyclen (67634-20-2), georgywood (185429-83-8), givescon (57934-97-1), glycolieral (68901-32-6), grisalva (68611-23-4), gyran (24237-00-1), habanolit (111879-80-2), hedion (24851-98-7), heptalacton gama (105-21-5), herbanat (116126-82-0), herbavert (67583-77-1), herboxan (54546-26-8), beta ionon (8013-90-9), irisantheme (1335-46-2), alpha irison (8013-90-9), alpha iron (79-69-6), iron F (54992-91-5), iso E super (54464-57-2),

isojasmon B 11 (95-41-0), isolongifolanon (23787-90-8), isomenthon DL (491-07-6), isopulegol (89-79-2), isoraldein 40, 70 và 90 (1335-46-2), jasmacyclen (5413-60-5), jasmaton (13074-65-2), jasmolacton (32764-98-0), cis jasmon (488-10-8), jasmonyl (18871-14-2), karanal (117933-89-8), kephalis (36306-87-3), laiton (4625-90-5), ligandraal (68738-99-8), mayol (13828-37-0), menthon (89-80-5), metambrat (72183-75-6), metyl xedryl keton (32388-55-9), gama metyl decalacton (7011-83-8), metyl dihydro isojasmonnat (37172-53-5), metyl epi jasmonnat (39924-52-2), metyl tuberat (33673-62-0), muscenon (82356-51-2), muscon (541-91-3), etylen dodecanoat (54982-83-1), musk lacton (3391-83-1), myraldyl axetat (72403-67-9), nectaryl (95962-14-4), nimberol (70788-30-6), nirvanolit (329925-33-9), nootkaton (4674-50-4), nopyl axetat (128-51-8), delta octalacton (698-76-0), gama octalacton (104-50-7), okoumal (131812-67-4), opalal (62406-73-9), orivon (16587-71-6), oxyoctalin format (65405-72-3), pivacyclen (68039-44-1), plicaton (41724-19-0), poirenat (2511-00-4), quinton (4819-67-4), rhubofix (41816-03-9), rhuboflor (93939-86-7), rose oxit co (16409-43-1), rose oxit leavo (3033-23-6), rossitol (215231-33-7), safralein (54440-17-4), sandela (66068-84-6), spirambren (121251-67-0), spirogalbanon (224031-70-3), superfix (3910-35-8), thibetolit (106-02-5), timberol (70788-30-6), trimofix O (144020-22-4), delta undecalacton (710-04-3), gama valerolacton (108-29-2), velouton (65443-14-3), velvion (37609-25-9), verdalia (27135-90-6), verdol (13491-79-7), vetofix coeur (32388-55-9), vetikol axetat (68083-58-9), vetiveryl axetat (68917-34-0), vetinal (57082-24-3).

Các hợp chất alkyl salixylat hữu ích bao gồm amyl salixylat (2050-08-0), etyl salixylat (118-61-6), hexenyl-3-cis salixylat (65405-77-8), hexyl salixylat (6259-76-3), isobutyl salixylat (87-19-4), isobutyl salixylat (87-19-4), karmaflor (873888-84-7), metyl salixylat (119-36-8).

Các hợp chất 2,2,2-axetal được thể hữu ích bao gồm metyl pamplemousse (67674-46-8), amaroxit B (72727-59-4), nerolixetal (99509-41-8).

Các thành phần thơm có vòng không thuộc dãy thơm và alkyl salixylat, độc lập với nhau có thể có mặt với lượng lớn hơn hoặc bằng 10% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chất thơm được bao nang, và cụ thể hơn là với lượng lớn hơn hoặc bằng 15%, cụ thể hơn là lớn hơn hoặc bằng 20%, cụ thể hơn là lớn hơn hoặc bằng 25%, cụ thể hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 30%, cụ thể hơn là lớn hơn hoặc bằng 33%,

ví dụ, nằm trong khoảng từ 20 đến 99,99%, hoặc từ 25 đến 99,99%, hoặc từ 25 đến 99,99%, hoặc từ 30 đến 99,99%, hoặc từ 33 đến 99,99%.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, các thành phần thơm chứa aldehyt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 6% trọng lượng, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 2% đến 5,5% trọng lượng, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3% đến 5% trọng lượng; và thành phần thơm có vòng không thuộc dãy thơm và/hoặc thành phần thơm alkyl salixylat độc lập độc lập có mặt với lượng lớn hơn 30% trọng lượng, cụ thể hơn nữa là lớn hơn 33% trọng lượng.

Theo phương án cụ thể khác của sáng chế, các thành phần thơm chứa aldehyt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 6% trọng lượng, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 2% đến 5,5% trọng lượng, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3% đến 5% trọng lượng; thành phần thơm có vòng không thuộc dãy thơm và/hoặc thành phần thơm alkyl salixylat độc lập có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 33% trọng lượng.

Theo phương án cụ thể khác nữa của sáng chế, các thành phần thơm chứa aldehyt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 6% trọng lượng, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 2% đến 5,5% trọng lượng, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3% đến 5% trọng lượng; thành phần thơm có vòng không thuộc dãy thơm và thành phần thơm alkyl salixylat độc lập có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 33% trọng lượng và 2,2,2-axetal được thể có mặt với lượng lớn hơn 25% trọng lượng, cụ thể hơn là lớn hơn 30% trọng lượng, cụ thể hơn nữa là lớn hơn 33% trọng lượng.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể được điều chế bằng phương pháp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực này để tạo ra các nang bằng phản ứng đa cộng ở bề mặt phân cách của amin với isoxyanat.

Các phương pháp bào chế làm đại diện đã được bộc lộ trong các công bố đơn quốc tế số WO 2011/161229 và WO 2011/160733. Theo công bố đơn quốc tế số WO 2011/161229 hoặc WO 2011/160733, các vi nang polyure được tạo ra với sự có mặt của polyvinylpyrrolidon (polyvinylpyrrolidone: PVP) làm chất keo bảo vệ.

Công bố đơn quốc tế số WO 2012/107323 bộc lộ các vi nang polyure có lớp vỏ polyure chứa sản phẩm phản ứng của polyisoxyanat với guanazol và axit amin với sự có mặt của chất ổn định anion hoặc chất hoạt động bề mặt như rượu polyvinyl anion, như sản phẩm Mowiol® KL-506 được bán bởi công ty Kuraray.

Bằng độc quyền sáng chế châu Âu số EP 0 537 467 mô tả các vi nang được tạo ra từ isoxyanat chứa nhóm polyetylenoxit, với sự có mặt của chất ổn định như rượu polyvinyl, ví dụ, polyvinyl axetat được xà phòng hóa một phần hoặc hoàn toàn.

Công bố đơn quốc tế số WO 2007/096592 mô tả quy trình bao vi nang trong đó pha dầu được nhũ hóa trong pha nước liên tục, thường được làm ổn định bằng hệ chất hoạt động bề mặt như các rượu polyvinyl hoặc các dẫn xuất được carboxyl hóa và sulphonat hóa của chúng.

Theo phương pháp bào chế điển hình, chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể được điều chế theo phương pháp trong đó pha nước được điều chế chứa chất hoạt động bề mặt và/hoặc chất keo bảo vệ như các chất được mô tả dưới đây. Pha nước được khuấy mạnh trong khoảng thời gian chỉ từ vài giây đến vài phút. Sau đó, có thể cho thêm pha kỵ nước vào pha nước. Pha kỵ nước này sẽ chứa chất thơm cần được bao nang, và isoxyanat. Pha kỵ nước cũng có thể chứa các dung môi thích hợp, tuy nhiên theo khía cạnh được ưu tiên của sáng chế, không sử dụng dung môi. Sau một khoảng thời gian khuấy mạnh, thu được nhũ tương, trong đó pha kỵ nước được phân tán dưới dạng các giọt nhỏ trong pha nước liên tục. Tốc độ khuấy có thể được điều chỉnh để tác động đến kích thước của các giọt nhỏ của pha kỵ nước trong pha nước.

Sau đó, dung dịch nước chứa amin được thêm vào để khơi mào phản ứng đa cộng. Lượng amin được thêm vào thường là dư, so với lượng theo hệ số tỷ lệ cần thiết để chuyển hóa các nhóm isoxyanat tự do.

Phản ứng đa cộng thường diễn ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, trong khoảng thời gian từ vài phút đến vài giờ.

Các điều kiện để tạo ra nang bằng phản ứng đa cộng ở bề mặt phân cách là đã được biết rõ trong lĩnh vực này và không cần nghiên cứu thêm các điều kiện này mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này đã biết là cần thiết ở đây. Phần mô tả cụ thể liên quan đến việc điều chế các nang được đưa ra trong các ví dụ dưới đây.

Các amin hữu ích trong việc tạo ra nang bao gồm các hợp chất chứa một hoặc nhiều nhóm amin bậc một hoặc bậc hai, các nhóm này có thể phản ứng với isoxyanat để tạo ra polyure. Khi amin chỉ chứa một nhóm amin, hợp chất này sẽ chứa một hoặc nhiều nhóm chức bổ sung mà sẽ tạo ra mạng lưới bằng phản ứng polyme hóa.

Ví dụ về các amin thích hợp bao gồm 1,2-etylendiamin, 1,3-diaminopropan, 1,4-diaminobutan, 1,6-diaminohexan, hydrazin, 1,4-diaminoxyclohexan và 1,3-diamino-1-

metylpropan, dietylentriamin, trietylentetramin và bis(2-metylaminoetyl)metylamin.

Các amin hữu ích khác bao gồm poly etylenamin  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_n$  như etylenamin, dietylenamin, etylen diamin, trietylentetramin, tetraetylenpentamin; poly vinylamin  $(\text{CH}_2\text{CHNH}_2)_n$  được bán bởi BASF (các loại Lupamin khác nhau); poly etylenimin  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N})_x-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_y-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_z$  được bán bởi BASF với tên nhãn hiệu loại Lupasol<sup>TM</sup>; poly eteamin (sản phẩm Jeffamine của Huntsman); guanidin, muối guanidin, melamin, hydrazin và ure.

Amin được đặc biệt ưu tiên là polyetylenimin (PEI), cụ thể hơn là PEI, loạt sản phẩm Lupasol<sup>TM</sup> được cung cấp bởi BASF, cụ thể hơn nữa sản phẩm Lupasol<sup>TM</sup> PR8515.

Các hợp chất isoxyanat hữu ích trong việc tạo ra các vi nang polyure bao gồm isoxyanat được chức hóa hai lần và ba lần như 1,6-diisoxyanatohexan, 1,5-diisoxyanato-2-metylpentan, 1,5-diisoxyanato-3-metylpentan, 1,4-diisoxyanato-2,3-dimetylbutan, 2-etyl-1,4-diisoxyanatobutan, 1,5-diisoxyanatopentan, 1,4-diisoxyanatobutan, 1,3-diisoxyanatopropan, 1,10-diisoxyanatodecan, 1,2-diisoxyanatocyclobutan, bis(4-isoxyanatocyclohexyl)metan, hoặc 3,3,5-trimetyl-5-isoxyanatometyl-1-isoxyanatocyclohexan.

Các hợp chất isoxyanat hữu ích khác còn bao gồm các oligome trên cơ sở monome isoxyanat, như polyme đồng nhất của 1,6-diisoxyanatohexan. Tất cả các monome và oligome này được bán với tên nhãn hiệu Desmodur bởi Bayer. Các hợp chất này còn bao gồm isoxyanat được cải biến và cụ thể là isoxyanat phân tán được trong nước như poyisoxanat béo ưa nước trên cơ sở hexametylen diisoxyanat (được bán với tên nhãn hiệu là BAYHYDUR<sup>TM</sup>).

Nhóm chất keo bảo vệ hoặc chất nhũ hóa có thể được sử dụng bao gồm các copolyme maleic-vinyl như copolyme của ete vinyl với anhydrit maleic hoặc axit maleic, natri lignosulfonat, copolyme anhydrit maleic/styren, copolyme etylen/anhydrit maleic, và copolyme của propylen oxit, etylendiamin và etylen oxit, polyvinylpyrrolidon, rượu polyvinyl, este của axit béo của sorbitol polyoxyetylen hóa và natri dodexylsulfat.

Các chất keo bảo vệ cụ thể bao gồm copolyme của rượu polyvinyl có mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 85 đến 99,9%. Khi được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “copolyme của rượu polyvinyl” để chỉ polyme của rượu vinyl/vinyl axetat

với comonome.

Đã biết rằng rượu polyvinyl được tạo ra bằng quá trình thủy phân (khử axetyl) của polyvinyl axetat, nhờ đó các nhóm este của polyvinyl axetat được thủy phân thành nhóm hydroxyl, do đó tạo ra rượu polyvinyl.

Mức độ thủy phân thể hiện tỷ lệ % các nhóm được chuyển hóa bằng cách thủy phân. Do đó, thuật ngữ “rượu polyvinyl” được định lượng bằng mức độ thủy phân, nghĩa là polyme vinyl chứa cả nhóm este và nhóm hydroxyl.

Theo phương án cụ thể của sáng chế, copolyme của rượu polyvinyl có mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 85 đến 99,9%, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 85 đến 95% có thể được sử dụng làm chất keo bảo vệ.

Mức độ thủy phân có thể được xác định bằng các kỹ thuật đã được biết rõ trong lĩnh vực này, ví dụ, theo phương pháp DIN 53401.

Copolyme của rượu polyvinyl chứa các comonome cộng, nghĩa là các comonome được polyme hóa với este vinyl trong bước thứ nhất, sau đó thủy phân các nhóm este để tạo ra copolyme của rượu polyvinyl trong bước thứ hai. Các copolyme có thể được tạo ra bằng cách polyme hóa gốc của vinyl axetat và comonome theo cách đã biết rõ bản chất.

Copolyme của rượu polyvinyl có thể chứa các hydrocacbon không no như comonome. Các hydrocacbon này có thể được cải biến bằng các nhóm chức mang điện tích hoặc không mang điện tích. Các comonome cụ thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở:

- hydrocacbon không no có 2 hoặc 3 nguyên tử cacbon và không chứa nhóm chức, ví dụ, etylen;
- hydrocacbon không no có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon và các nhóm chức không mang điện tích, như các nhóm hydroxyl, ví dụ, buten-1,4-diol;
- hydrocacbon không no có nhóm anion, như nhóm carboxyl, và/hoặc axit sulphonic;
- hydrocacbon không no có nhóm cation, như các nhóm amoni bậc bốn.

Các copolyme cụ thể của rượu polyvinyl bao gồm các copolyme có mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 85 đến 99,9%, và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 85 đến 95%; và các copolyme này chứa:

- comonome chứa các nhóm anion như đã nêu trên với lượng nằm trong khoảng

từ 0,1 đến 30% mol; hoặc

- comonome chứa các nhóm cation như đã nêu trên với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30% mol; hoặc
- comonome chứa các hydrocacbon không no có từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon và các nhóm chức không mang điện tích, đặc biệt là hai nhóm hydroxyl với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30% mol, trong đó tỷ lệ % mol được tính theo hỗn hợp polyme hóa vinyl axetat/comonome.

Các copolyme thích hợp của rượu polyvinyl và các comonome có cấu trúc 1,2 diol được mô tả trong các Bằng độc quyền sáng chế châu âu số EP 2 426 172 và EP 2 648 211.

Các chất keo bảo vệ sau đây là đặc biệt hữu ích để bào chế chế phẩm nang polyure theo sáng chế:

- Copolyme của rượu polyvinyl anion có mức độ thủy phân lớn hơn 80%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 85,0% đến 99,5%, và độ nhớt nằm trong khoảng từ 2 mPas đến 70 mPas (DP 100-6000), ví dụ sản phẩm polyme-K K KL-318 của công ty Kuraray (độ nhớt nằm trong khoảng từ 20 đến 30 mPas, mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 85,0 đến 90,0%); sản phẩm Gohsenal T-350 của công ty Nippon Gohsei (độ nhớt nằm trong khoảng từ 27 đến 33 mPas, mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 93,0 đến 95,0%); sản phẩm Gohseran L-3266 của công ty Nippon Gohsei (độ nhớt nằm trong khoảng từ 2,3 đến 2,7 mPas, mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 86,5 đến 89,0%)
- Các copolyme của rượu polyvinyl không mang điện tích có mức độ thủy phân lớn hơn 80%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 85,0 đến 99,5%, và độ nhớt nằm trong khoảng từ 2 mPas đến 70 mPas (DP 100-6000), ví dụ, sản phẩm polyme-G OKS-8041 của công ty Nippon Gohsei (độ nhớt nằm trong khoảng từ 2,8 đến 3,3 mPas, mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 88,0 đến 90,0%), sản phẩm polyme-G AZF-8035 của công ty Nippon Gohsei (độ nhớt nằm trong khoảng từ 2,8 đến 3,3 mPas, mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 98,5 đến 99,5%); và
- Copolyme của rượu polyvinyl cation có mức độ thủy phân lớn hơn 80%, và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 85,0 đến 99,5%, và độ nhớt nằm trong

khoảng từ 2 mPas đến 70 mPas (DP 100-6000), ví dụ, sản phẩm Gohsefimer K-210 của công ty Nippon Gohsei (độ nhớt nằm trong khoảng từ 18,0 đến 22,0 mPas, mức độ thủy phân nằm trong khoảng từ 85,5 đến 88,0%).

Chất keo bảo vệ có thể là hoặc không là thành phần của vỏ nang. Nói chung, tổng lượng chất keo bảo vệ tính theo tỷ lệ % trọng lượng, so với trọng lượng của huyền phù đặc, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20%, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 1% đến 10% và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5% đến 5% trọng lượng.

Hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất keo bảo vệ khác nhau cũng có thể được sử dụng trong sáng chế.

Nếu chế phẩm có hương thơm được bao nang được dự định để bảo quản dưới dạng huyền phù đặc, hoặc được kết hợp thêm vào sản phẩm tiêu dùng dưới dạng huyền phù đặc, độ pH của huyền phù đặc này được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 5 đến 10. Điều này có thể đạt được bằng cách cho thêm axit thích hợp vào huyền phù đặc có tính kiềm, như axit xitric hoặc axit formic, và chất bảo quản được thêm vào.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể được điều chế ở dạng huyền phù đặc trong nước. Tuy nhiên, có thể nảy sinh vấn đề khi tạo ra huyền phù đặc ở chỗ các nang chứa chất thơm có thể tách pha ra khỏi môi trường phân tán trong nước và kem, kết tủa hoặc đông tụ. Để phân tán và tạo huyền phù nang thích hợp trong môi trường phân tán trong nước, ổn định theo thời gian, các chất trợ phân tán thường được sử dụng trong huyền phù đặc.

Có nhiều loại chất trợ phân tán đã biết trong lĩnh vực này, và bao gồm polysacarit, pectin, alginat, arabinogalactan, caragenan, gồm gelan, gồm xanthan, gồm guar, polyme acrylat/acrylic, tinh bột, đất sét có thể trương nở trong nước, copolyme acrylat/aminoacrylat, và hỗn hợp của chúng, maltodextrin; các gồm tự nhiên như este alginat; gelatin, các sản phẩm thủy phân protein và các dạng được thể bốn bậc của chúng; các polyme và copolyme tổng hợp, như poly(vinyl pyrrolidon-co-vinyl axetat), poly(rượu vinylic-co-vinyl axetat), poly(axit maleic), poly(alkylenoxit), poly(vinylmetylete), poly(vinylete-co-anhydrit maleic), và chất tương tự, cũng như poly-(etylenimin), poly((met)acrylamit), poly(alkylenoxit-co-dimetylsiloxan), poly(amino dimetylsiloxan), và chất tương tự.

Mặc dù có nhiều loại chất trợ phân tán có sẵn để sử dụng, việc lựa chọn chất trợ phân tán thích hợp sẽ phụ thuộc vào nhiều yếu tố bao gồm tính chất hóa học của lớp

vỏ nang, hình thái học của nó, kích thước và tỷ trọng của nó, cũng như thành phần của môi trường phân tán trong nước, như độ pH và nồng độ chất điện phân của nó, các yếu tố này sẽ được xác định với phạm vi nhất định theo các điều kiện của quy trình bao nang.

Thật vậy, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng khó tạo ra huyền phù đặc chứa các nang polyure theo cách đáng tin cậy và có khả năng lặp lại. Khó kiểm soát sự tách pha cũng như độ nhớt của huyền phù đặc. Nếu độ nhớt của huyền phù đặc quá cao, cần lực cắt cao để xử lý huyền phù đặc, điều này có thể phá vỡ nang. Ngoài ra, có thể khó xử lý huyền phù đặc có độ nhớt và có thể gây khó khăn khi đưa chế phẩm có hương thơm được bao nang vào nền của sản phẩm tiêu dùng.

Trong quá trình nghiên cứu để tìm ra sáng chế, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng bằng cách sử dụng hydroxyetyl xenluloza làm chất trợ phân tán, có thể tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang ở dạng huyền phù đặc theo cách đơn giản, trong đó nang polyure được phân tán ổn định, và huyền phù này có độ nhớt chấp nhận được.

Do đó, theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã mô tả trên đây, trong đó các nang ở dạng huyền phù ổn định có độ nhớt tối đa 3000 mPa·s (3000 cps), và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 150 đến 3000 mPa·s (từ 150 đến 3000 cps), khi được xác định trên lưu biến kế, ví dụ, thiết bị RheoStress<sup>TM</sup> 1 (ThermoScientific) bằng cách sử dụng đĩa quay với tốc độ cắt bằng 21 s<sup>-1</sup> ở nhiệt độ 25°C.

Như được sử dụng trên đây, thuật ngữ “huyền phù ổn định” dự định để chỉ huyền phù của nang polyure, mà khi kiểm tra bằng mắt thường, không thấy có dấu hiệu của sự tách pha, như tạo kem, sa lắng, kết tủa hoặc đông tụ khi được bảo quản trong thời gian 2 tuần ở nhiệt độ 50°C.

Hydroxyetyl xenluloza bất kỳ thích hợp để sử dụng trong các sản phẩm tiêu dùng có thể được sử dụng làm chất trợ phân tán theo sáng chế. Tuy nhiên, các loại được ưu tiên là loại thích hợp để sử dụng trong mỹ phẩm. Các loại được đặc biệt ưu tiên bao gồm các sản phẩm Natrosol<sup>TM</sup> đã biết trong lĩnh vực này, và cụ thể là sản phẩm Natrosol<sup>TM</sup> 250 HX.

Theo phương án cụ thể của sáng chế, lượng hydroxyetyl xenluloza được sử dụng trong huyền phù đặc nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1,0%, cụ thể hơn là nằm

trong khoảng từ 0,05 đến 0,5% trọng lượng so với tổng trọng lượng của huyền phù đặc.

Khi hydroxyetyl xenluloza được sử dụng làm chất trợ phân tán, chất trợ phân tán bổ sung cũng có thể được sử dụng. Ví dụ về các chất trợ phân tán bổ sung thích hợp bao gồm chất bất kỳ trong số các chất đã được đề cập trên đây. Cụ thể, chất trợ phân tán bổ sung nêu trên bao gồm các tinh bột, như National 465, Purity W, hoặc tinh bột B990; hoặc polyme hoặc copolyme acrylat như Tinovis CD, Ultrigel 300 và Rheocare TTA.

Khi chất trợ phân tán bổ sung được sử dụng, chúng có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, cụ thể hơn là từ 0,5 đến 4% trọng lượng, và cụ thể hơn nữa là từ 1 đến 3% trọng lượng, so với trọng lượng của huyền phù đặc.

Tốt hơn nếu hydroxyetyl xenluloza được cho thêm vào huyền phù đặc khi nó được tạo ra. Tốt hơn nếu tránh được việc cho thêm hydroxyetyl xenluloza trong khi tạo ra nang do nó có thể làm tăng độ nhớt và gây bất lợi cho sự tạo nang.

Để ngăn ngừa tình trạng lẫn tạp chất là vi sinh vật, chế phẩm thơm được bao nang theo sáng chế có thể chứa chất bảo quản. Các chất bảo quản có thể được bao nang và/hoặc có thể được chứa trong môi trường phân tán trong nước của huyền phù đặc. Các chất bảo quản thích hợp bao gồm các hợp chất bốn gốc, hợp chất biguanit, và hỗn hợp của chúng. Ví dụ không làm giới hạn về các hợp chất bốn gốc bao gồm benzalkoni clorua và/hoặc benzalkoni clorua được thể như Barquat<sup>®</sup> có bán trên thị trường (sản phẩm của công ty Lonza), Maquat<sup>®</sup> (sản phẩm của công ty Mason), Variquat<sup>®</sup> (sản phẩm của công ty Witco/Sherex), và Hyamine<sup>®</sup> (sản phẩm của công ty Lonza); di(C6-C14)alkyl di (C1-4 alkyl và/hoặc hydroxyalkyl) mạch ngắn bốn gốc như các sản phẩm Bardac<sup>®</sup> của Lonza; N-(3-cloalyl) hexamini clorua như Dowicide<sup>®</sup> và Dowicil<sup>®</sup> sản phẩm của Dow; benzethoni clorua như sản phẩm Hyamine<sup>®</sup> của Rohm & Haas; metylbenzethoni clorua như sản phẩm Hyamine<sup>®</sup> 10\* được cung cấp bởi Rohm & Haas, xetylpyridini clorua như Cepacol clorua sản phẩm của Merrell Labs; và các hợp chất dieste amoni bốn gốc. Ví dụ về các hợp chất bốn gốc dialkyl được ưu tiên là di(C8-C12)dialkyl dimetyl amoni clorua, như didexyldimetylamoni clorua (Bardac<sup>®</sup> 22), và dioctyldimetylamoni clorua (Bardac<sup>®</sup> 2050). Tốt hơn nếu các hợp chất bốn gốc hữu ích làm chất bảo quản cation và/hoặc chất kháng vi sinh vật ở đây được chọn từ

nhóm bao gồm dialkyldimethylamoni clorua, alkyl dimethylbenzylamoni clorua, dialkylmethylbenzylamoni clorua, và hỗn hợp của chúng. Các hoạt chất cation kháng vi sinh vật được ưu tiên khác hữu ích ở đây bao gồm diisobutylphenoxyetoxyetyl dimethylbenzylamoni clorua (có bán trên thị trường với tên thương mại là Hyamine® 1622 sản phẩm của công ty Rohm & Haas) và (metyl)diisobutylphenoxyetoxyetyl dimethylbenzylamoni clorua (nghĩa là metylbenzetoni clorua).

Chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể chứa các chất hoạt động bề mặt. Các chất hoạt động bề mặt bao gồm các loại chất hoạt động bề mặt không ion, chất hoạt động bề mặt cation, chất hoạt động bề mặt anion và chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính.

Ngoài chất thơm được bao nang, huyền phù đặc có thể chứa chất thơm không được bao nang, nghĩa là chất thơm tự do, ở bên ngoài nang trong môi trường chất mang trong nước.

Nếu muốn, chế phẩm có hương thơm được bao nang như được mô tả ở đây ở dạng huyền phù đặc, có thể được loại nước để tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang ở dạng bột, đây là khía cạnh khác của sáng chế.

Huyền phù đặc có thể được làm khô bằng cách sử dụng các kỹ thuật đã biết trong lĩnh vực này. Ví dụ, huyền phù này có thể được làm khô bằng cách lắng gạn hết chất lỏng ra khỏi huyền phù và làm khô nang trong lò để thu được sản phẩm dạng khối, sau đó khối này có thể được tạo thành dạng bột bằng bước nghiền sau đó.

Tuy nhiên, tốt hơn nếu bước làm khô huyền phù đặc được tiến hành bằng cách sấy phun hoặc làm khô tầng sôi mà không cần xử lý thêm.

Kỹ thuật và thiết bị sấy phun là đã được biết rõ trong lĩnh vực này. Quy trình sấy phun đẩy nang đã được tạo huyền phù qua vòi phun và đi vào buồng làm khô. Các nang có thể bị cuốn theo chất lưu (như không khí) để di chuyển bên trong buồng làm khô. Chất lưu này (có thể được gia nhiệt, ví dụ, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150 đến 120°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 170°C đến 200°C, và vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 175°C đến 185°C) để làm cho chất lỏng bay hơi, để lại các nang đã khô, mà sau đó các nang này có thể được thu gom từ thiết bị của quy trình, và được xử lý thêm.

Thông thường, các nang đã sấy phun được trộn với chất trợ chảy để tạo ra bột chảy được, bột này không dễ bị vón cục. Các chất trợ chảy bao gồm silic dioxit hoặc các hợp chất silic dioxit như silic dioxit kết tủa, silic dioxit dạng khối hoặc silic dioxit dạng keo;

ting bột; canxi cacbonat; natri sulphat; xenluloza được cải biến; zeolit; hoặc các hạt vô cơ khác đã biết trong lĩnh vực này.

Khá phổ biến nếu dựa vào nhiệt độ cao và lực va chạm xuất hiện trong quá trình sấy phun, các nang dạng vỏ-lõi bị mất đi một lượng chất trong lớp lõi của chúng. Ngoài ra, có thể không thực hiện được công việc ở nhiệt độ đủ cao trong khoảng thời gian đủ dài để loại bỏ hết hơi ẩm ra khỏi huyền phù đặc mà không làm ảnh hưởng đến tính bền nhiệt của các nang này. Do đó, nang polyure thu được từ quy trình sấy phun như được mô tả ở đây, có thể chứa một lượng nhỏ dầu ở bề mặt cũng như lượng ẩm dư. Tuy nhiên, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng việc sử dụng các chất trợ chảy thông thường, được cho thêm vào nang đã sấy khô, không làm ảnh hưởng hoàn toàn đến việc tạo ra nang polyure của sáng chế ở dạng dòng chảy tự do, dạng này không dễ bị vón cục.

Tuy nhiên, tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện được rằng nếu chất trợ chảy được cho thêm vào huyền phù đặc trước bước sấy phun, nang polyure tạo thành ở dạng bột mịn, chảy tự do mà không bị vón cục hoặc có dấu hiệu bất kỳ quan sát được về sự kết tụ.

Cụ thể hơn, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng bột được tạo ra có chất lượng rất tốt, chảy tự do, không bị vón cục, và có hàm lượng ẩm dư và dầu ở bề mặt thấp, khi chất trợ chảy được cho thêm vào huyền phù đặc ở dạng silic dioxit có cỡ hạt trung bình khối cỡ micron hóa, và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 8 micron, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 7 micron, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 6 micron, và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 5 micron.

Tác giả sáng chế cũng đã phát hiện được rằng việc sử dụng silic dioxit nêu trên có tỷ trọng thể tích nằm trong khoảng từ 5 đến 30 pao/fút<sup>3</sup> tạo ra bột có chất lượng rất tốt, chảy tự do, không bị vón cục, và có lượng ẩm dư và dầu ở bề mặt thấp.

Các silic dioxit loại Syloid FP là chất trợ chảy được đặc biệt được ưu tiên, ví dụ, Syloid FP 244, Syloid FP 72, hoặc Syloid FP 63.

Do đó, theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp bào chế chế phẩm có hương thơm được bao nang ở dạng bột, như được xác định ở đây, bao gồm bước sấy phun huyền phù đặc chứa nhiều nang polyure như được xác định ở đây, được phân tán trong môi trường nước chứa chất trợ chảy là silic dioxit như đã xác định trên đây.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm có hương thơm được bao nang như được xác định ở đây, ở dạng bột, chứa chất trợ chảy như đã mô tả trên đây, bột này có

hàm lượng ẩm dư nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng, cụ thể hơn là từ 0,5 đến 5% trọng lượng, và cụ thể hơn nữa là từ 1 đến 3% trọng lượng, so với trọng lượng của huyền phù đặc.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất chế phẩm có hương thơm được bao nang như được xác định ở đây, ở dạng bột chứa chất trợ chảy như đã mô tả trên đây, bột này có hàm lượng dầu ở bề mặt (dầu bị mất đi từ lớp lõi) nhỏ hơn 5%, cụ thể hơn là nhỏ hơn khoảng 4%, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn 0,5% so với trọng lượng của bột.

Lượng ẩm dư có thể được xác định bằng phương pháp Karl Fisher, trong khi lượng dầu ở bề mặt có thể được xác định bằng cách chiết bột bằng dung môi của dầu này, và phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí-phổ khối (GC MS).

Sáng chế còn đề xuất việc kết hợp chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã xác định trên đây vào sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng. Sáng chế còn đề xuất sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã xác định trên đây.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể được kết hợp vào các sản phẩm nêu trên ở dạng huyền phù đặc hoặc bột. Lượng chế phẩm có hương thơm được bao nang được kết hợp vào các sản phẩm nêu trên có thể nằm trong khoảng từ 0,01% đến 25%, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 0,1% đến 10% và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 5% trọng lượng của sản phẩm cuối.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế chứa nang polyure là nang nhạy với lực cắt, và các nang này được làm thích ứng để giải phóng lượng chất thơm của nó khi có sự chà xát của da với da hoặc sự chà xát của da với sản phẩm quần áo.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể là nguồn chất thơm duy nhất được kết hợp vào các sản phẩm nêu trên. Tuy nhiên, chất thơm bổ sung cũng có thể được kết hợp vào các sản phẩm này ở dạng chất thơm tự do (không được bao nang), hoặc các dạng khác của chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể được sử dụng với chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế. Các dạng khác của chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể bao gồm các nang bất kỳ đã biết là chứa chất thơm, như nang gelatin, nang tinh bột, nang acrylic, nang nhựa dẻo

amino, và nang tương tự. Các loại nang khác này có thể giải phóng chất thơm của chúng bằng cách khuếch tán, hoặc bằng cách kích thích lý học từ bên ngoài bất kỳ, như gia nhiệt, hơi ẩm, ánh sáng, hoặc bằng cách mài mòn.

Sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng bao gồm nước hoa, nước thơm bôi sau khi cạo râu, sản phẩm dưỡng sau khi tắm, nước xúc dạng phun, kem dưỡng ẩm, kem bôi tóc, bột talc và đặc biệt là sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi.

Sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi có thể ở dạng rắn, dạng kem hoặc dạng lỏng. Các dạng này có thể được cung cấp cho cơ thể bằng nhiều loại dụng cụ như, hộp chứa có dụng cụ điều chỉnh để duy trì sản phẩm rắn ở trạng thái thẳng đứng (sáp), dạng phun khí dung, dạng phun có áp lực, và dụng cụ phun chất lỏng.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra, làm gia tăng, cải thiện hoặc cải biến khả năng cảm nhận về mùi của sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng, phương pháp này bao gồm bước kết hợp chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã xác định trên đây vào sản phẩm nêu trên.

Việc tạo ra các sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng, cụ thể là sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi, chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã xác định trên đây, chắc chắn giải phóng chất thơm khi chịu lực cắt, như lực ma sát của da với da người hoặc động vật hoặc của da với bề mặt vật thể như vải, và quá trình giải phóng này vẫn diễn ra trong khoảng thời gian đến 6 giờ, và tốt hơn nữa là trong thời gian đến 10 giờ, giải quyết được yêu cầu chưa được đáp ứng.

Như đã nêu trên đây, chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để kết hợp vào sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng, và cụ thể hơn là sản phẩm khử mùi hoặc sản phẩm chống mồ hôi, và sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang theo khía cạnh khác của sáng chế nêu trên. Ngoài chế phẩm có hương thơm được bao nang, sản phẩm chăm sóc cơ thể để chống mồ hôi và/hoặc khử mùi chứa ít nhất một hoạt chất khử mùi và/hoặc ít nhất một muối hoặc phức chất chống mồ hôi.

Theo ngữ cảnh của sáng chế này, thuật ngữ “hoạt chất khử mùi” cần được hiểu theo nghĩa là chất bất kỳ có khả năng che mùi, hấp thụ mùi, cải thiện hoặc làm giảm cảm nhận về mùi khó chịu do sự phân hủy mồ hôi của người bởi vi khuẩn gây ra.

Cụ thể hơn, hoạt chất khử mùi có thể là chất kháng khuẩn hoặc chất diệt khuẩn như 2,4,4'-triclo-2'-hydroxydiphenyl ete (sản phẩm của Triclosan), 2,4-diclo-2'-

hydroxydiphenyl ete, 3',4',5'-triclosalixylanilit, 1-(3',4'-diclo-phenyl)-3-(4'-clophenyl)ure (sản phẩm của Triclocarban) hoặc 3,7,11-trimetyldodeca-2,5,10-trienol (sản phẩm của Farnesol); các muối amoni bậc bốn, như các muối xetyltrimetyl-amoni hoặc muối xetylpyridin, DPTA (axit 1,3-diaminopropanetetraxetic) hoặc 1,2-decandiol (sản phẩm Simclariol của Symrise).

Trong số các hoạt chất khử mùi của muối kẽm, cũng có thể đề cập đến các hợp chất như kẽm salixylat, kẽm gluconat, kẽm pidolat, kẽm sulphat, kẽm clorua, kẽm lactat hoặc kẽm phenoisulphonat; clohexidin và các muối của nó; natri bicarbonat; axit salixylic và các dẫn xuất của nó, như axit 5-(n-octanoyl)salixylic; các dẫn xuất glyxerol, ví dụ như caprylic/capric glyxerit (sản phẩm Capmul MCM của Abitec), glyxerol caprylat hoặc caprat (sản phẩm Dermosoft GMCY và Dermosoft GMC tương ứng của Straetmans) hoặc polyglyxeryl-2 caprat (sản phẩm Dermosoft DGMC của Straetmans); các dẫn xuất biguanit như các muối polyhexametylen-biguanit; bạc, zeolit hoặc zeolit không chứa bạc.

Để cải thiện hiệu quả chống mồ hôi của chế phẩm, có thể sử dụng thêm một hoặc nhiều polyme anion tan trong nước chứa axit Bronsted, cụ thể là các hợp chất có nguồn gốc từ axit maleic và/hoặc anhydrit maleic đã được mô tả trong công bố đơn quốc tế số WO 02/49590 A2.

Ngoài ra, thuật ngữ “muối hoặc phức chất chống mồ hôi” như được mô tả ở đây để chỉ muối hoặc phức chất bất kỳ, mà khi được sử dụng một mình, có tác dụng làm giảm hoặc hạn chế sự tiết mồ hôi và/hoặc hấp thụ mồ hôi ở người. Ví dụ về các muối hoặc phức chất chống mồ hôi này có thể được tìm thấy trong tài liệu OTC final monograph on Antiperspirant Actives và các công bố đơn sáng chế Mỹ số US 2010/0196484 A1, US2005/0031565 A1, US 20050238598 A1, và US 2011/0212144 A1.

Các muối hoặc phức chất chống mồ hôi thường được chọn từ các muối hoặc phức chất của nhôm và/hoặc ziricon. Chúng thường được chọn từ nhôm hydrohalogenua; nhôm ziricon hydrohalogenua, hoặc các phức chất của ziricon hydroxyclo-rua và nhôm hydroxyclo-rua, có hoặc không có axit amin, như các hợp chất được mô tả trong Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số US 3.792.068.

Cụ thể, trong số các muối nhôm, có thể đề cập đến hợp chất nhôm clohydrat ở dạng hoạt hóa hoặc không hoạt hóa, nhôm clohydrex, phức chất nhôm clohydrex

polyetylen glycol, phức chất nhôm clohydrex propylen glycol, nhôm diclohydrat, phức chất nhôm diclohydrex polyetylen glycol, phức chất nhôm diclohydrex propylen glycol, nhôm sesquiclohydrat, phức chất nhôm sesquiclohydrex polyetylen glycol, phức chất nhôm sesquiclohydrex propylen glycol hoặc nhôm sulphat được đệm natri nhôm lactat.

Cụ thể, trong số các muối nhôm ziricon, có thể đề cập đến nhôm ziricon octaclo-hydrat, nhôm ziricon pentaclohydrat, nhôm ziricon tetraclohydrat hoặc nhôm ziricon triclohydrat.

Các phức chất của ziricon hydroxyclorea và của nhôm hydroxyclorea với axit amin thường đã được biết với tên là ZAG (khi axit amin là glyxin). Trong số các sản phẩm này, có thể đề cập đến các phức chất nhôm ziricon octaclohydrex glyxin, nhôm ziricon pentaclohydrex glyxin, nhôm ziricon tetrathiorohydrex glyxin và nhôm ziricon triclohydrex glyxin.

#### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Để minh họa thêm cho sáng chế và các ưu điểm của nó, các ví dụ cụ thể và ví dụ so sánh được đưa ra dưới đây. Cần hiểu rằng các ví dụ này chỉ nhằm mục đích minh họa sáng chế và không làm giới hạn sáng chế.

##### **Ví dụ 1**

Điều chế các vi nang như sau:

Hỗn hợp sơ chế (I) chứa 25g polyvinyl pyrolidon K60 và 650g nước điều chế và độ pH được điều chỉnh đến 10,0 bằng cách sử dụng dung dịch natri hydroxit. Hỗn hợp sơ chế (II) chứa 300g chất thơm cần được bao nang, 20g Desmodur® W và 5g Bayhydur® XP 2547 được điều chế.

Hai hỗn hợp sơ chế này được kết hợp và nhũ hóa ở nhiệt độ trong phòng bằng dụng cụ khuấy. Quá trình nhũ hóa được tiến hành để tạo thành giọt nhỏ có kích thước mong muốn. Sau đó, độ pH của nhũ tương này được điều chỉnh đến 8 bằng cách sử dụng dung dịch nước natri hydroxit. Tiếp đó, cho thêm 10g dung dịch Lupasol® PR8515 vào theo một bước.

Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt cho đến khi bước khơi mào được bắt đầu.

Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng

Thu được chế phẩm có hương thơm được bao nang. Xác định được sự phân bố kích thước trung bình khối của nang bằng phép đo tán xạ ánh sáng bằng cách sử dụng

thiết bị Malvern 2000S, là  $D_{50} = 20\mu\text{m}$  và  $D_{90} = 50\mu\text{m}$  với trọng lượng lớp vỏ bằng 6% tổng trọng lượng của huyền phù đặc. Hàm lượng chất rắn của huyền phù đặc là 40% trọng lượng.

#### Ví dụ 2

Bào chế chế phẩm có hương thơm được bao nang theo phương pháp đã nêu trong Ví dụ 1. Chế phẩm này chứa 25% trọng lượng của huyền phù đặc của hỗn hợp chất thơm có các thành phần được cụ thể hóa trong các Bảng từ 1 đến 5 dưới đây. Quá trình bao nang được mô tả trong Ví dụ 1 trên đây. Lượng aldehyt, các thành phần thơm dạng vòng không thuộc dãy thơm và alkyl salixylat chứa trong các chế phẩm thơm được thể hiện (phần trọng lượng của chế phẩm thơm). Lượng còn lại của chế phẩm thơm được tạo ra từ các thành phần thơm khác thường được sử dụng trong lĩnh vực nước hoa.

Các thành phần của chế phẩm thơm được sử dụng trong các ví dụ được liệt kê trong các Bảng từ 1 đến 5. Thuật ngữ “họ ionon” để chỉ ionon, iron, isoraldein, damascon, damascenon, galbanon, và hợp chất tương tự.

Bảng 1: Chế phẩm thơm 1

|                                      | Các thành phần khác | Các thành phần dạng vòng không thuộc dãy thơm | Alkyl salixylat | Aldehyt |
|--------------------------------------|---------------------|-----------------------------------------------|-----------------|---------|
| Este dãy thơm                        | 3                   |                                               |                 |         |
| Este không vòng không thuộc dãy thơm | 7                   |                                               |                 |         |
| Alkyl cacbonat                       | 1,5                 |                                               |                 |         |
| Dimetyl benzyl carbinyl axetat       | 2                   |                                               |                 |         |
| Agrumex                              |                     | 5                                             |                 |         |
| Para-anisaldehyt                     |                     |                                               |                 | 0,3     |
| Rượu terpen                          | 22                  |                                               |                 |         |
| Terpineol                            |                     | 2                                             |                 |         |
| Terpenyl axetat                      |                     | 2                                             |                 |         |
| Xitronelyl nitril                    | 1                   |                                               |                 |         |

|                   |      |      |    |     |
|-------------------|------|------|----|-----|
| Họ ionon          |      | 10,7 |    |     |
| Eucalyptol        |      | 0,8  |    |     |
| Florosa           |      | 5    |    |     |
| Gadroxyclen       |      | 1    |    |     |
| Indoflor          | 0,3  |      |    |     |
| Iso E super       |      | 10   |    |     |
| Họ jasmon         |      | 1    |    |     |
| Mayol             |      | 2    |    |     |
| Rượu thơm         | 5    |      |    |     |
| Menthon           |      | 0,3  |    |     |
| Lacton            |      | 0,5  |    |     |
| Hexyl salixylat   |      |      | 10 |     |
| Radjanol          | 2    |      |    |     |
| Ete dây thơm      | 0,3  |      |    |     |
| Rose oxit         |      | 0,3  |    |     |
| Xạ hương vòng lớn |      | 5    |    |     |
| Tổng              | 44,1 | 45,6 | 10 | 0,3 |

Bảng 2: Chế phẩm thơm 2

|                                      | Các thành phần khác | Các thành phần dạng vòng không thuộc dây thơm | Alkyl salixylat | Aldehyt |
|--------------------------------------|---------------------|-----------------------------------------------|-----------------|---------|
| Este dây thơm                        | 3                   |                                               |                 |         |
| Este không vòng không thuộc dây thơm | 8                   |                                               |                 |         |
| Alkyl cacbonat                       | 3                   |                                               |                 |         |
| Bornyl axetat                        |                     | 3                                             |                 |         |
| Aldehyt C 12 MNA                     |                     |                                               |                 | 1       |
| Floralozon                           |                     |                                               |                 | 1       |
| Rượu terpen                          | 37                  |                                               |                 |         |
| Ketal                                | 5                   |                                               |                 |         |

|                            |    |    |    |   |
|----------------------------|----|----|----|---|
| Lemonil                    | 0  |    |    |   |
| Họ ionon                   |    | 3  |    |   |
| Camphre                    |    | 2  |    |   |
| Phenol                     | 0  |    |    |   |
| Jasmaxyclen                |    | 2  |    |   |
| Iso E super                |    | 10 |    |   |
| Rượu thơm                  | 4  |    |    |   |
| Cis-3-hexenyl<br>salixylat |    |    | 3  |   |
| Hexyl salixylat            |    |    | 10 |   |
| Ete dây thơm               | 0  |    |    |   |
| Xạ hương vòng lớn          |    | 5  |    |   |
| Tổng                       | 59 | 26 | 13 | 2 |

Bảng 3: Chế phẩm thơm 3

|                                         | Các thành<br>phần khác | Các thành phần dạng<br>vòng không thuộc dãy<br>thơm | Alkyl<br>salixylat | Aldehyt |
|-----------------------------------------|------------------------|-----------------------------------------------------|--------------------|---------|
| Este dây thơm                           | 8                      |                                                     |                    |         |
| Este không vòng<br>không thuộc dãy thơm | 15                     |                                                     |                    |         |
| Alkyl cacbonat                          | 2                      |                                                     |                    |         |
| Para tert butyl<br>xyclohexyl axetat    |                        | 5                                                   |                    |         |
| Agrumex                                 |                        | 8                                                   |                    |         |
| Rượu terpen                             | 11                     |                                                     |                    |         |
| Florhydral                              |                        |                                                     |                    | 2       |
| Heliotropin                             |                        |                                                     |                    | 1       |
| Họ ionon                                |                        | 8                                                   |                    |         |
| Floroxyclen &<br>herbanat               |                        | 6                                                   |                    |         |

|                   |     |    |   |   |
|-------------------|-----|----|---|---|
| Indoflor          |     |    |   |   |
| Iso E super       |     | 4  |   |   |
| Họ jasmon         |     | 2  |   |   |
| Rượu thơm         | 1   |    |   |   |
| Lacton            |     | 5  |   |   |
| Xạ hương vòng lớn |     | 5  |   |   |
| Phenol            | 0,2 |    |   |   |
| Hedion            |     | 16 |   |   |
| Nectaryl          |     | 2  |   |   |
| Tổng              | 38  | 60 | 0 | 2 |

Bảng 4: Chế phẩm thơm 4

|                                      | Các thành phần khác | Các thành phần dạng vòng không thuộc dãy thơm | Alkyl salixylat | Aldehyt |
|--------------------------------------|---------------------|-----------------------------------------------|-----------------|---------|
| Este không vòng không thuộc dãy thơm | 16,0                |                                               |                 |         |
| Alyl xyclohexyl propionat            |                     | 2,0                                           |                 |         |
| Agrumex                              |                     | 35,4                                          |                 |         |
| Rượu                                 | 3,0                 |                                               |                 |         |
| Lilial                               |                     |                                               |                 | 5,0     |
| Họ ionon                             |                     | 1,1                                           |                 |         |
| Jasmaxyclen                          |                     | 20,0                                          |                 |         |
| Lacton                               |                     | 10,0                                          |                 |         |
| Cis-3-hexenyl salixylat              |                     |                                               | 2,0             |         |
| Nectaryl                             |                     | 5,0                                           |                 |         |
| Tổng                                 | 19,0                | 73,5                                          | 2,0             | 5,0     |

Bảng 5: Chế phẩm thơm 5

|                                      | Các thành phần khác | Các thành phần dạng vòng không thuộc dãy thơm | Alkyl salixylat | Aldehyt | Axetal (1) |
|--------------------------------------|---------------------|-----------------------------------------------|-----------------|---------|------------|
| Este dãy thơm                        | 3,4                 |                                               |                 |         |            |
| Este không vòng không thuộc dãy thơm | 6,0                 |                                               |                 |         |            |
| Alkyl cacbonat                       | 4,8                 |                                               |                 |         |            |
| Dimetyl carbinyl axetat              |                     |                                               | 6,0             |         |            |
| Aldehyt C 12 MNA                     |                     |                                               |                 | 0,7     |            |
| Floralozon                           |                     |                                               |                 | 1,4     |            |
| Rượu terpen                          | 43,4                |                                               |                 |         |            |
| Metyl pamplemeousse                  |                     |                                               |                 |         | 12,0       |
| Xitronelyl nitril                    | 2,4                 |                                               |                 |         |            |
| Lemonil                              | 0,2                 |                                               |                 |         |            |
| Bornyl axetat                        |                     | 2,4                                           |                 |         |            |
| Indoflor                             |                     |                                               |                 |         |            |
| Iso E super                          |                     | 12,0                                          |                 |         |            |
| Camphre                              |                     | 1,7                                           |                 |         |            |
| Sylkolit                             | 1,0                 |                                               |                 |         |            |
| Ete dãy thơm                         | 0,4                 |                                               |                 |         |            |
| Xạ hương vòng lớn                    | 0,5                 |                                               |                 |         |            |
| Các thành phần phụ                   | 1,4                 |                                               |                 |         |            |
| Tổng                                 | 63,6                | 16,1                                          | 6,0             | 2,2     | 12,0       |

(1) 2,2,2-axetal được thế ba lần

Bảng 6: Tính năng bao nang của các chế phẩm thơm

|                 | Aldehyt | Các thành phần dạng vòng không thuộc dãy thơm | Salixylat | 2,2,2-axetal được thế ba lần | Bao nang |
|-----------------|---------|-----------------------------------------------|-----------|------------------------------|----------|
| Chế phẩm thơm 1 | 0,3     | 45,6                                          | 10        |                              | Có       |

|                    |     |      |      |      |    |
|--------------------|-----|------|------|------|----|
| Chế phẩm<br>thơm 2 | 2,0 | 26,0 | 13,0 |      | Có |
| Chế phẩm<br>thơm 3 | 2,0 | 60,0 | 0    |      | Có |
| Chế phẩm<br>thơm 4 | 5,5 | 73,5 | 2,0  |      | Có |
| Chế phẩm<br>thơm 5 | 2,2 | 16,1 | 6,0  | 12,0 | Có |

### Ví dụ 3

Thử nghiệm cảm quan được tiến hành để so sánh mức độ mùi của hai mẫu chế phẩm có hương thơm được bao nang, được tạo ra theo phương pháp của ví dụ 1, chứa cùng chất thơm nhưng với hai kích thước D50 khác nhau bằng 10 và 30 micron, theo thời gian khi sử dụng trong nền của sản phẩm lăn khử mùi. Sản phẩm lăn khử mùi được thử nghiệm trên da bởi nhóm người tham gia đánh giá đã qua đào tạo. Các sản phẩm được đánh giá khi vừa sử dụng và sau khi sử dụng 2 giờ, 6 giờ và 10 giờ. Sau 10 giờ, sản phẩm cũng được đánh giá sau khi chà xát và đánh giá trực tiếp trên da.

Mức độ cảm nhận về mùi toàn phần được đánh giá bởi nhóm người tham gia đã qua đào tạo bằng cách sử dụng thang điểm từ 0 đến 100.

Những người tham gia được hướng dẫn về cách ngửi mùi ở nách của họ ngay sau khi sử dụng mẫu và sau khi sử dụng 2 giờ, 6 giờ, 10 giờ và 10 giờ sau khi chà sát qua áo thun. Thời điểm 10 giờ sau khi sử dụng và sau khi chà xát ở nách cũng được đánh giá trực tiếp trên da.

Để đánh giá khi chà xát, những người tham gia được hướng dẫn về cách di chuyển cánh tay trái của họ về phía trước và di chuyển cánh tay phải của họ về phía sau đồng thời vẫn đảm bảo có sự chà xát của cánh tay phía trên ở phía cơ thể của họ và cánh tay phía dưới của họ nằm ngang phía trước mặt họ. Họ được yêu cầu thực hiện sự vận động này tổng cộng là 4 lần.

Việc cung cấp mẫu để sử dụng cho cánh tay (bên trái hoặc bên phải) được tiến hành theo sự ngẫu nhiên định trước và những người tham gia luôn được yêu cầu đánh giá nách trái của họ trước tiên. Mỗi mẫu được đánh giá một lần bởi 21 người tham gia.

Các số liệu được phân tích bằng cách sử dụng kiểm định T-Student. Độ tin cậy bằng 95%.

Bảng 7

| Đường kính nang | Trọng lượng lớp vỏ (1) (%) | Thời điểm 0 ban đầu | Thời điểm 2 giờ | Thời điểm 6 giờ | Thời điểm 10 giờ | Thời điểm 10 giờ sau khi chà xát |
|-----------------|----------------------------|---------------------|-----------------|-----------------|------------------|----------------------------------|
| D50 = 10 micron | 15                         | 28                  | 22              | 19              | 13               | 18                               |
| D50 = 30 micron | 15                         | 38                  | 30              | 23              | 13               | 20                               |
| D50 = 30 micron | 19                         | 37                  | 27              | 23              | 14               | 20                               |
| D50 = 30 micron | 23                         | 28                  | 23              | 20              | 13               | 18                               |

(1) Tỷ lệ % trọng lượng so với trọng lượng của nang (chất được bao nang + chất tạo lớp vỏ)

Các kết quả cho thấy lợi ích đáng kể của các nang có tỷ lệ trọng lượng lớp vỏ với đường kính nhỏ hơn 0,7.

Ví dụ 4

Loạt các huyền phù đặc chứa nang polyure được điều chế như được bộc lộ trong Bảng 8 và mức độ tách pha được đánh giá sau 1 tuần ở nhiệt độ 50°C. Như thấy rõ từ các kết quả thu được, không quan sát thấy sự tách pha khi sử dụng hydroxyetyl xenluloza (Natrosol 250HX) với lượng 0,4% trọng lượng, và huyền phù đặc vẫn chảy được. Tất cả các chất trợ phân tán khác đều không làm ổn định huyền phù đặc trong thời gian thử nghiệm.

Mức độ tách pha được đánh giá bằng cách quan sát bằng mắt thường và được tính theo tỷ lệ của chiều cao pha nước với tổng chiều cao của huyền phù đặc.

Bảng 8

|                    | 1<br>% | 2<br>% | 3<br>% | 4<br>% | 5<br>% | 6<br>% | Natrosol 250 HX<br>(% trọng lượng) | Mức độ<br>tách pha<br>(%) | Độ nhớt<br>(cps) |
|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------------------------------------|---------------------------|------------------|
| Huyền phù<br>đặc A |        |        |        |        |        | 1,5    | 0                                  | 40                        |                  |
| Huyền phù<br>đặc B |        |        |        |        |        |        | 0,4                                | 0                         | 2400             |

|                    |   |     |     |     |   |  |   |    |  |
|--------------------|---|-----|-----|-----|---|--|---|----|--|
| Huyền phù<br>đặc C | 3 |     |     |     |   |  | 0 | 10 |  |
| Huyền phù<br>đặc D |   | 3,5 |     |     |   |  | 0 | 10 |  |
| Huyền phù<br>đặc E |   |     | 1,5 |     |   |  | 0 | 15 |  |
| Huyền phù<br>đặc F |   |     |     | 0,5 |   |  | 0 | 30 |  |
| Huyền phù<br>đặc G |   |     |     |     | 2 |  | 0 | 40 |  |

1 = National 465; 2 = tinh bột B990; 3 = Tinovis CD; 4 = Ultragel 300; 5 = Rheocare TTA; 6 = Purity W

Ví dụ 5

Điều chế 90g chế phẩm có hương thơm được bao nang theo phương pháp của ví dụ 1 dưới dạng huyền phù đặc. Cho thêm 9g Capsul E (@ 23% trong nước) và 1g silic dioxit (Syloid FP 244) vào huyền phù đặc này. Khuấy huyền phù đặc trong 30 phút với tốc độ 250 vòng/phút và sấy phun trong thiết bị sấy phun (labplant) bằng cách sử dụng máy phun. Nhiệt độ đầu vào bằng 180°C và nhiệt độ đầu ra bằng 90°C. Thu được bột chảy tự do có D50 bằng 30 micron và tỷ lệ chất thơm là 65%. Hàm lượng ẩm dư bằng 4% trọng lượng và hàm lượng dầu ở bề mặt là 0,8% trọng lượng.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm có hương thơm được bao nang chứa một hoặc nhiều nang polyure có đường kính trung bình khối lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 50 micron, và trọng lượng lớp vỏ nang nằm trong khoảng từ 5 đến 40% trọng lượng của tổng trọng lượng nang (cụ thể là lớp lõi + lớp vỏ), trong đó ứng suất phá vỡ danh nghĩa của nang polyure nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2 MPa, trong đó tỷ lệ trọng lượng của lớp vỏ, tính theo tỷ lệ % của tổng trọng lượng nang, với đường kính trung bình khối lượng của nang (tính theo micron) nhỏ hơn hoặc bằng  $0,7 \text{ micron}^{-1}$ .
2. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm 1, trong đó ứng suất phá vỡ danh nghĩa của nang polyure nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,5 MPa.
3. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm 2, trong đó ứng suất phá vỡ danh nghĩa của nang polyure nằm trong khoảng từ 0,4 đến 1 Mpa.
4. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất thơm được bao nang chứa các thành phần thơm với lượng ít nhất là 60% trọng lượng, có độ tan trong nước nhỏ hơn hoặc bằng 15000 ppm.
5. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nang này không chứa dung môi bao nang.
6. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này ở dạng bột chứa chất trợ chảy silic dioxit, trong đó silic dioxit có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 1 đến 8 micron.
7. Phương pháp bào chế chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm 6, trong đó phương pháp này bao gồm bước phân tán silic dioxit trong chế phẩm thơm được bao nang ở dạng huyền phù đặc, và loại nước của huyền phù đặc này.
8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó huyền phù đặc được loại nước bằng cách sấy phun.
9. Sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.
10. Sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng theo điểm 9, trong đó sản phẩm này ở dạng sản phẩm khử mùi.
11. Sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng theo điểm 9, trong đó sản phẩm này ở dạng sản phẩm chống mồ hôi.