



(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)



1-0034854

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

(21) 1-2017-02156

(22) 27/10/2015

(86) PCT/EP2015/074810 27/10/2015

(87) WO 2016/071149 12/05/2016

(30) 14290339.2 07/11/2014 EP

(45) 27/02/2023 419

(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 VÀ SẢN PHẨM TIÊU DÙNG CHỨA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm có hương thơm được bao nang ở dạng huyền phù đặc chứa một hoặc nhiều nang dạng vỏ-lõi, được phân tán trong môi trường phân tán trong nước, trong đó lớp lõi chứa chất thơm và lớp vỏ chứa nhựa polyure, và trong đó các nang ở dạng huyền phù ổn định có độ nhớt tối đa bằng 3000 cps (3000 mPa•s), và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 150 đến 3000 cps (từ 150 đến 3000 mPa•s) khi được xác định trên lưu biến kế bằng cách sử dụng đĩa quay với tốc độ cắt bằng 21 s⁻¹ ở nhiệt độ 25°C. Sáng chế còn đề cập đến sản phẩm tiêu dùng 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 (“nang polyure”). Sáng chế còn đề cập đến sản phẩm tiêu dùng 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.

Phương pháp bao nang chế phẩm thơm trong nang polyure là đã biết trong lĩnh vực này. Chế phẩm có hương thơm được bao nang trên cơ sở nang polyure có thể được tạo ra bằng phản ứng đa cộng của monome amin và isoxyanat trong các điều kiện đã được mô tả trong lĩnh vực này, ví dụ, xem công bố đơn quốc tế số WO2011/161229.

Chế phẩm có hương thơm được bao nang thường được điều chế ở dạng huyền phù đặc trong nước. Điều quan trọng là cần đảm bảo rằng các nang chứa chất thơm được phân tán đều trong huyền phù đặc, và điều đặc biệt quan trọng là tránh sự tách pha của các nang ra khỏi môi trường phân tán trong nước, để ngăn ngừa sự tạo 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 có thể được sử dụng khi sản xuất 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 gelatin, 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, tất cả các yếu tố này sẽ được xác định với phạm vi nhất định theo các điều kiện của quy trình bao nang.

Thật vậy, đã chứng minh được rằng khó tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang chứa nang polyure ở dạng huyền phù đặc trong nước 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 xử lý quá mức để khắc phục vấn đề này, điều này lại có thể làm phá vỡ nang. Ngoài ra, có thể khó xử lý huyền phù đặc có độ nhớt cao và có thể gây khó khăn khi kết hợp chế phẩm có hương thơm được bao nang vào nền của sản phẩm tiêu dùng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Trong quá trình nghiên cứu để tìm ra sáng chế, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng bằng cách sử dụng hydroxyetylxenluloza 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.

Mục đích của sáng chế là 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 (“nang polyure”). Sáng chế còn đề cập đến sản phẩm tiêu dùng 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 chứa một hoặc nhiều nang polyure, trong đó lớp lõi chứa chất thơm, và trong đó các nang ở dạng huyền phù ổn định trong môi trường nước có độ nhớt tối đa 3000 mPa·s, và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 150 đến

3000 mPa·s, khi được xác định trên lưu biến kế, ví dụ, thiết bị RheoStress™ 1 (ThermoScientific) bằng cách sử dụng đĩa quay với tốc độ cắt bằng 21 s^{-1} ở nhiệt độ 25°C .

Mô tả chi tiết sáng chế

Khi được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “huyền phù ổn định” được 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™ đã biết trong lĩnh vực này, và cụ thể là sản phẩm Natrosol™ 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, nếu cần. 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, ví dụ, 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 của huyền phù đặc trong khi tạo nang và gây bất lợi cho sự tạo nang.

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 nang bằng phản ứng đa cộng ở bề mặt phân cách của amin với isoxyanat.

Các phương pháp điều chế làm đại diện đã được bộc lộ trong các công bố đơn quốc tế số WO 2011/161229 A1 và WO 2011/160733 A1. Theo công bố đơn quốc tế số WO 2011/161229 A1 hoặc WO 2011/160733 A1, 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 A1 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.

Patent 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 A1 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 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-diaminocyclohexan và 1,3-diamino-1-metylpropan, dietylentriamin, trietylentetramin và bis(2-methylaminoethyl)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 LupasolTM; 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 LupasolTM được cung cấp bởi BASF, cụ thể hơn nữa sản phẩm LupasolTM 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 BAYHYDURTM).

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 rượu polyvinyl được đặc biệt ưu tiên. Các rượu polyvinyl được đặc biệt ưu tiên là loại G-polyme, sản phẩm của Nichigo.

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 điều 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 Gohesi (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 theo sáng chế được dự định để bảo quản và xử lý thêm ở dạng huyền phù đặc, độ pH của huyền phù đặc này cần được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 5 đến 10. Trong huyền phù đặc có tính kiềm, điều này có thể đạt được bằng cách cho thêm axit thích hợp, như axit xitric hoặc axit formic.

Ngoài ra, chất bảo quản thường được cho thêm vào huyền phù đặc để ngăn ngừa tình trạng lẫn tạp chất là vi sinh vật, chế phẩm có hương 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® có bán trên thị trường (sản phẩm của công ty Lonza), Maquat® (sản phẩm của công ty Mason), Variquat® (sản phẩm của công ty Witco/Sherex), và Hyamine® (sản phẩm của công ty Lonza); di(C6-C14)alkyl di (C1-4 alkyl và/hoặc hydroxyalkl) mạch ngắn bốn gốc như các sản phẩm Bardac® của Lonza; N-(3-cloalyl) hexamini clorua như Dowicide® và Dowicil® sản phẩm của Dow; benzethoni clorua như sản phẩm Hyamine® của Rohm & Haas; metylbenzethoni clorua như sản phẩm Hyamine® 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® 22), và dioctyldimetylamoni clorua (Bardac® 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 dialkyldimetylamoni clorua, alkyldimetylbenzylamoni clorua, dialkylmetylbenzylamoni 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 dimetylbenzylamoni clorua (có bán trên thị trường với tên thương mại là Hyamine® 1622, sản phẩm của công ty Rohm & Haas) và (metyl)diisobutylphenoxyetoxyetyl dimetylbenzylamoni 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.

Quy trình đã mô tả trên đây là cách thuận tiện và linh hoạt để điều chế chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế. Chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể được điều chế để chứa nang polyure có khoảng kích thước rộng. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể chứa các nang có đường kính trung bình khối nằm trong khoảng từ 20 đến 250 micron, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 90 micron, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 75 micron,

và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 đến 50 micron.

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 nhiều 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.

Trọng lượng lớp vỏ, được tính theo tỷ lệ % của tổng trọng lượng nang polyure (lớp lõi + lớp vỏ), là thông số quan trọng trong việc xác định cả tính ổn định và tính năng của nang polyure.

Tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng có thể khó tạo ra nang polyure có độ dày đồng đều ở mức cao.

Nang polyure được tạo ra bằng quy trình polyme hóa bề mặt phân cách. Nhũ tương dầu trong nước được điều chế và các chất tạo thành lớp vỏ được chứa trong cả pha dầu phân tán và pha nước liên tục. Để quá trình tạo thành lớp vỏ diễn ra, chất tạo thành lớp vỏ phải được khuếch 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 sẽ 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, hình thái của lớp vỏ, cụ thể là tính đồng đều của độ dày lớp vỏ, có thể khó kiểm soát được một cách chính xác. Vì thế, độ dày của lớp vỏ có thể là thông số không tin cậy, thông số này không tương quan chặt chẽ với tính năng của nang.

Điều này có thể trái ngược với, ví dụ, các nang dạng vỏ-lõi được tạo ra bằng quy trình tụ giọt phức tạp (các nang gelatin chẳng hạn). Trong quy trình này, các chất keo được làm tụ giọt quanh các giọt dầu nhỏ được phân tán trong pha nước phân tán. Tuy nhiên, không giống như quy trình được sử dụng để tạo ra nang polyure, tất cả các chất tạo thành lớp vỏ được chứa trong một pha (pha nước phân tán) và chỉ cần di chuyển đến bề mặt phân cách dầu-nước trong pha này. Ngoài ra, các nang này thường được tạo ra quanh các giọt dầu hoặc dung môi chống ăn mòn có giá trị $\log P_C$ rất cao. Ngay khi các nang được tạo ra, chúng được ngâm sau đó trong chế phẩm thơm, chế phẩm này khuếch tán vào lớp lõi của nang để thay thế dầu/dung môi. Quá trình tụ giọt này thúc đẩy sự tạo ra các nang có hình dạng đồng đều với độ dày lớp vỏ đồng đều.

Theo đó, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng trọng lượng lớp vỏ là thông số đáng tin hơn thông số độ dày của lớp vỏ đối với mục đích kiểm soát chất lượng của nang polyure. Trọng lượng lớp vỏ có thể được xử lý dễ dàng bằng cách kiểm soát lượng monome tạo thành lớp vỏ được cho thêm vào trong quá trình bao nang.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, trọng lượng lớp vỏ của nang polyure, tính theo tỷ lệ % của tổng trọng lượng nang (chất được bao nang + chất tạo lớp vỏ), nằm trong khoảng từ 5% đến 40%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10% đến 25% và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12% đến 20%.

Mối tương quan của trọng lượng lớp vỏ với đường kính trung bình khối của các nang cũng là yếu tố quan trọng trong việc quyết định đặc tính giải phóng của chế phẩm có hương thơm được bao nang.

Cụ thể hơn, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng có thể tạo ra các viên nang có thể phá vỡ mà vẫn có đủ độ cứng về mặt cơ học sao cho khi không chịu lực ép hoặc

lực cắt, chúng tạo cảm nhận về mùi thơm rất ít, nhưng sẽ giải phóng mùi thơm khi có sự khuấy cơ học mạnh. Tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng điều này có thể đạt được nếu tỷ lệ của trọng lượng lớp vỏ (tính theo tỷ lệ % của tổng trọng lượng nang: chất được bao nang + chất tạo lớp vỏ) với đường kính nang này (tính theo micron) nhỏ hơn hoặc bằng $0,7 \text{ micron}^{-1}$, cụ thể hơn là nhỏ hơn hoặc bằng $0,6 \text{ micron}^{-1}$, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng $0,2 \text{ micron}^{-1}$. Các nang đặc trưng bởi tỷ lệ này là đặc biệt thích hợp để kết hợp vào sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng, như sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi, trong đó khi sử dụng, chúng có thể giải phóng chất thơm khi có sự tiếp xúc ma sát của da với da hoặc da với quần áo.

Theo một phương án của sáng chế, ứng suất phá vỡ danh định của nang polyure, tính theo MPa nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2MPa, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 0,2MPa đến 1,5MPa, và cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,4MPa đến 1MPa.

Ứng suất phá vỡ danh định 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 định theo sáng chế.

Lượng chất nạp vào nang được xác định bằng cách thay đổi tỷ lệ của chất tạo thành lớp vỏ và chất tạo thành lớp lõi được sử dụng trong quá trình bao nang. Lượng lớn chất thơm có thể được bao nang trong chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, lượng 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 chất thơm được bao nang, 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 chất thơm có thể được bao nang mặc dù trọng lượng lớp vỏ tương đối thấp. Thật vậy, theo khía cạnh khác của sáng chế, tỷ lệ của tổng chất thơm được bao nang với chất tạo thành lớp vỏ có thể nằm trong khoảng từ 60% đến 95% trọng lượng, cụ thể hơn là từ 75% đến 80% và cụ thể hơn nữa là 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.

Các nhân của nang được nạp dầu thơm. Dầu thơm này gồm 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, ete, 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 trong trường hợp bất kỳ được liệt kê 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, việc duy trì mùi thơm trong khi tạo ra nang, cũng như độ ổn định đối với sự khuếch tán khi nang được tạo ra, được thúc đẩy bằng cách sử dụng lượng lớn các thành phần thơm có giá trị $\log_{\text{P}}\text{C}$ tương đối cao. Cụ thể, ít nhất là 50%, cụ thể hơn là cao hơn 60%, và cụ thể hơn nữa là cao hơn 80% các thành phần cần có giá trị $\log_{\text{P}}\text{C}$ 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. Việc sử dụng các thành phần thơm này được cho là hữu ích trong việc làm giảm sự khuếch tán chất thơm qua lớp vỏ nang và đi vào nền sản phẩm trong các điều kiện thời gian, nhiệt độ và nồng độ cụ thể.

Giá trị $\log_{\text{P}}\text{C}$ 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 trong hỗn hợp 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 $\log_{\text{P}}\text{C}$ 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 phtalat, polyalpha olefin, dầu thầu dầu và isopropyl myristat.

Công bố đơn sáng chế Mỹ số US2011/071064 A1 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 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.

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. 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 chứa 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 có độ tan trong nước giới hạn. Cụ thể, tốt hơn nếu 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 5.000 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 5.000 ppm, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3000 ppm.

Việc tránh sử dụng dung môi trong nang thường là có mặt lợi về 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. 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.

Trong khi chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể được sử dụng để bao nang thành phần thơm bất kỳ, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng 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 dầu 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 tổn 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 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 thế 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 metyl và/hoặc nhóm etyl.

Theo phương án cụ thể hơn của sáng chế, ngoài thành phần thơm aldehyt, chế phẩm 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, ngoài thành phần thơm aldehyt, chế phẩm thơm được bao nang chứa thành phần thơm dạng vòng không thuộc dãy thơm, 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, các nhóm aldehyt sau đây, trong đó mã số CAS được đưa ra trong dấu ngoặc đơn:

Decanal (112-31-2), 2-metyl decanal (aldehyt C-11 (19009-56-4), 10-undecen-1-al (112-45-8), undecanal (112-44-7), dodecanal (112-54-9), 2-metyl 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), aldehyt isovalerianic (590-86-3), aldehyt amyl xinamic (122-40-7), aldehyt metyl xinamic (101-39-3), metyl 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), xyclal 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), prexyclemon 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 của hiện tượng kết tụ phụ thuộc vào nhiều yếu tố bao gồm khả năng phản ứng của thành phần thơm aldehyt đối với các monome amin được sử dụng để tạo ra lớp vỏ nang, ví dụ, monome amin, 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 phương án cụ thể của sáng chế, chế phẩm thơm được sử dụng để tạo ra chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể chứa chất thơm được bao nang với lượng tối đa 6% trọng lượng. Cụ thể hơn, chế phẩm có hương thơm được bao nang chứa 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 đinh 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), floxycen (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), gadroxycen (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), ligantraal (68738-99-8), mayol (13828-37-0), menthon (89-80-5), metambelat (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), neroliaxetal (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 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 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 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 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.

Các chế phẩm có hương thơm được bao nang có thể theo sáng chế được kết hợp dưới dạng huyền phù đặc vào sản phẩm tiêu dùng. Tuy nhiên, cũng có thể kết hợp chế phẩm có hương thơm được bao nang ở dạng bột khô.

Phương pháp loại nước của chế phẩm có hương thơm được bao nang, cũng như chế phẩm có hương thơm được bao nang tạo thành ở dạng bột, là các 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 oxit hoặc các hợp chất silicat như silic oxit kết tủa, silic oxit dạng khói hoặc silic oxit dạng keo; tinh 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 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 oxit 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 oxit nêu trên có tỷ trọng thể tích nằm trong khoảng từ 5 đến 30 pao/fút³ 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 oxit 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 điều 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 oxit 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 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 tất cả các loại sản phẩm chăm sóc cơ thể và sản phẩm chăm sóc gia đình. Các loại sản phẩm cụ thể bao gồm sản phẩm chăm sóc cơ thể, và cụ thể là các sản phẩm được làm thích ứng để sử dụng và lưu lại trên da hoặc tóc của đối tượng. Sáng chế còn đề xuất sản phẩm chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình 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.

Mức độ kết hợp của chế phẩm có hương thơm được bao nang vào sản phẩm tiêu dùng sẽ thay đổi tùy theo sản phẩm cần được tạo mùi thơm và hiệu quả cần đạt được. Thông thường, lượng các nang có thể nằm trong khoảng từ 0,01 đến 50% trọng

lượng trong sản phẩm tiêu dùng chứa chúng, tốt nhất nếu lượng này nằm trong khoảng từ 0,1% đến 2% trọng lượng trong sản phẩm tiêu dùng chứa chúng.

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.

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 chăm sóc cơ thể hoặc sản phẩm chăm sóc gia đình, và cụ thể là 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 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.

Theo đó, sáng chế cũng mô tả ở đây việc sử dụng chế phẩm có hương thơm được bao nang như được mô tả ở đây, để tạo mùi thơm cho sản phẩm tiêu dùng, cụ thể là sản phẩm chăm sóc gia đình hoặc sản phẩm chăm sóc cơ thể. Chế phẩm theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để sử dụng trong các ứng dụng không cần rửa sạch sau khi sử dụng, như kem hoặc nước xúc dùng trong mỹ phẩm, hoặc sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất sản phẩm chăm sóc cơ thể để tạo mùi thơm cho da hoặc tóc của người hoặc da hoặc lông của động vật, sản phẩm này chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã xác định trên đây.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất sản phẩm chăm sóc cơ thể để tạo mùi thơm cho da hoặc tóc của người hoặc da hoặc lông của động vật, sản phẩm này chứa chế phẩm có hương thơm được bao nang như đã xác định trên đây, là sản phẩm cần rửa sạch hoặc không cần rửa sạch sau khi sử dụng.

Theo một phương án của sáng chế, sản phẩm không cần rửa sạch sau khi sử dụng có thể là sản phẩm khử mùi, ví dụ, sản phẩm khử mùi ở nách như lăn khử mùi hoặc sáp khử mùi hoặc sản phẩm chống mồ hôi dạng phun khí dung, hoặc sữa dưỡng thể, hoặc nước xức toàn thân, hoặc kem, hoặc kem bôi tóc như kem chải tóc, hoặc bột talc.

Theo một phương án của sáng chế, sản phẩm cần rửa sạch sau khi sử dụng có thể là gel tắm, xà phòng dạng rắn hoặc lỏng, dầu gội đầu hoặc dầu xả.

Ngoài ra, chế phẩm có hương thơm được bao nang theo sáng chế có thể được sử dụng trong tất cả các lĩnh vực nước hoa hiện đại để tác động tích cực hoặc cải biến mùi của sản phẩm mà chế phẩm này được thêm vào. Tính chất và loại của các thành phần trong sản phẩm được tạo mùi thơm không được mô tả chi tiết thêm ở đây, trong trường hợp bất kỳ, việc mô tả này sẽ không được đầy đủ nhưng người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này có thể lựa chọn chúng dựa trên kiến thức chung của họ và theo tính chất và hiệu quả mong muốn của sản phẩm này.

Ví dụ về các sản phẩm thích hợp bao gồm xà phòng thơm, gel tắm hoặc muối tắm, dầu xức tóc, dầu hoặc gel, các sản phẩm vệ sinh hoặc sản phẩm chăm sóc tóc như dầu gội đầu, các sản phẩm chăm sóc cơ thể, sản phẩm khử mùi và sản phẩm chống mồ hôi.

Theo khía cạnh cụ thể của sáng chế, chế phẩm có hương thơm được bao nang được kết hợp vào sản phẩm chống mồ hôi và/hoặc sản phẩm chăm sóc cơ thể dạng lăn khử mùi hoặc sáp khử mùi hoặc dạng sol khí. Sản phẩm chăm sóc cơ thể để chống mồ hôi và/hoặc khử mùi này chứa các nang với lượng hữu hiệu. Ngoài chứa các nang theo sáng chế, sản phẩm chống mồ hôi và/hoặc khử mùi theo một khía cạnh của sáng chế có thể 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, US 2005/0031565 A1, US 2005/0238598 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 hydroxyclozua và nhôm hydroxyclozua, 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

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: Điều 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 carbiny 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		
Gadroxycen		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 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 phần khác	Các thành phần dạng vòng không thuộc dây thơm	Alkyl salixylat	Aldehyt
Este dây thơm	8			
Este không vòng không thuộc dây thơm	15			
Alkyl cacbonat	2			
Para tert butyl xyclohexyl axetat		5		
Agrumex		8		
Rượu terpen	11			
Florhydral				2
Heliotropin				1
Họ ionon		8		

Floroxyclen & 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 carbiny 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 thơm 2	2,0	26,0	13,0		Có
Chế phẩm thơm 3	2,0	60,0	0		Có
Chế phẩm thơm 4	5,5	73,5	2,0		Có
Chế phẩm 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 %	2 %	3 %	4 %	5 %	6 %	Natrosol 250 HX (% trọng lượng)	Mức độ tách pha (%)	Độ nhớt (cps)
Huyền phù đặc A						1,5	0	40	
Huyền phù đặc B							0,4	0	2400
Huyền phù đặc C	3						0	10	
Huyền phù đặc D		3,5					0	10	
Huyền phù đặc E			1,5				0	15	
Huyền phù đặc F				0,5			0	30	
Huyền phù 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 oxit (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 ở dạng huyền phù đặc chứa một hoặc nhiều nang dạng vỏ-lõi, được phân tán trong môi trường phân tán trong nước, trong đó lớp lõi chứa chất thơm và lớp vỏ chứa nhựa polyure, và trong đó các nang ở dạng huyền phù ổn định có độ nhớt tối đa bằng $3000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, và cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 150 đến $3000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ khi được xác định trên lưu biến kế, bằng cách sử dụng đĩa quay với tốc độ cắt bằng 21 s^{-1} ở nhiệt độ 25°C , và trong đó môi trường phân tán trong nước chứa chất trợ phân tán là hydroxyetyl xenluloza.
2. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm 1, trong đó hydroxyetyl xenluloza có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1,0% so với tổng trọng lượng của huyền phù đặc.
3. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nang polyure có đường kính trung bình khối nằm trong khoảng từ 20 đến 250 micron.
4. Chế phẩm có hương thơm được bao nang theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó trọng lượng của lớp vỏ nang nằm trong khoảng từ 5% đến 40% so với tổng trọng lượng của nang.
5. 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.
6. 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.
7. Sản phẩm tiêu dùng 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.
8. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 7, trong đó sản phẩm này là sản phẩm chăm sóc cơ thể không cần rửa sạch sau khi sử dụng.
9. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 7 hoặc 8, trong đó sản này ở dạng sản phẩm khử mùi.
10. Sản phẩm tiêu dùng theo điểm 7 hoặc 8, trong đó sản phẩm này ở dạng sản phẩm chống mồ hôi.