



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0003677

(51) **A61K 31/00; A61K 9/10; A61K 9/14; A61K**
2022.01 **9/00**

(13) **Y**

(21) 2-2023-00457

(22) 03/03/2021

(62) 1-2021-01094

(45) 25/09/2024 438

(43)

(73) Công ty Cổ phần Công nghệ mới Nhật Hải (VN)

Số 9 BT2 bán đảo Linh Đàm, phường Hoàng Liệt, quận Hoàng Mai, thành phố Hà
Nội

(72) LƯU HẢI MINH (VN); BÙI QUỐC ANH (VN).

(54) QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ HỆ NƯỚC HOA NANO TAN TRONG NƯỚC

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình điều chế hệ nước hoa nano tan trong nước,
trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) tạo hỗn hợp nhũ hóa;

b) phân tán tinh dầu vào pha dầu Labrafac;

c) tiến hành trộn pha dầu thu được ở bước b) vào hỗn hợp nhũ hóa thu được ở bước a),
khuấy đều bằng máy khuấy cơ; và

d) thêm nước cất 2 lần và đồng hóa rung siêu âm để tạo hệ nước hoa nano tan trong
nước.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình điều chế hệ nước hoa nano tan trong nước.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Nước hoa truyền thống là dung dịch của các hợp chất tạo hương thơm, ví dụ như tinh dầu thơm, cồn tuyệt đối, chất tạo mùi, chất định mùi thơm hoà tan trong các dung môi. Dung môi điển hình nhất là etanol (hay còn gọi là cồn) hoặc etanol trong nước. Thường thì thành phần của chất tạo hương là khoảng 40% trong dung dịch cồn 90-96%. Với dung môi cồn-nước thì thành phần khoảng 10-15%. Trong các công thức này, etanol được sử dụng như một dung môi, ngoài ra etanol còn là chất chống vi khuẩn. Một ưu điểm nữa của etanol là khô nhanh, tuy nhiên etanol gây ra hiện tượng khô da và có thể gây ra tình trạng viêm da kích ứng. Một trong những lựa chọn thay thế đó là nước hoa gốc dầu. Dầu là dung môi mang mùi thơm và không làm khô da như etanol mà còn làm chất dưỡng ẩm cho da và cải thiện sự lưu hương. Người ta tính toán được sự lưu hương của nước hoa gốc dầu vào khoảng 6 đến 15 giờ, trong khi nước hoa có cồn khoảng 3 giờ. Nồng độ hương thơm trong nước hoa gốc dầu khá cao khoảng 20%. Một trong những nhược điểm của sản phẩm nước hoa gốc dầu là thiếu hương tươi mát khiến cho tổng thể có mùi nặng. Hơn nữa, việc phân tán các sản phẩm này trên quần áo và không khí gây ra các vết dầu mỡ và có thể làm cho bề mặt trơn và dính.

Mặc dù nước hoa truyền thống là nước hoa có cồn phổ biến trên thị trường, nhưng do tiềm ẩn tính kích ứng, dễ bắt lửa nên càng ngày càng có nhiều sản phẩm nước hoa không chứa cồn, chủ yếu là ở dạng dầu rắn hoặc lỏng. Giải pháp cho các vấn đề này đó là chính phát triển các hệ nước hoa hệ nước, để hướng tới những khách hàng như trẻ em, thanh thiếu niên, người có tiền sử dị ứng với các dung môi hoặc với cồn. Tuy nhiên, việc thay thế cồn và nước là một thách thức của các nhà khoa học vì các tính chất trong các sản phẩm nước hoa vốn là các chất kỵ nước. Một trong những giải pháp đó là sử

dụng các chất hoa tan, ví dụ như glycol hoặc glyxerin hoặc chất hoạt động bề mặt để phân tán chất tạo hương trong nước ở dạng nhũ tương, mixen hoặc liposom.

Một giải pháp thú vị cho các sản phẩm nước hoa dạng nước là nhũ tương. Hệ nhũ tương đã được sử dụng rộng rãi cho các sản phẩm dược phẩm hoặc mỹ phẩm. Chúng là các chất phân tán dạng keo lỏng, ổn định về mặt động học. Hệ nhũ tương bao gồm pha nước, pha dầu và chất hoạt động bề mặt có độ phân tán cao. Kích thước của giọt phân tán nằm trong khoảng từ 20 đến 500 nm. Hệ nhũ tương dễ phun và phân tán nhanh, hơn nữa có khả năng bảo vệ các chất khỏi sự oxy hóa hoặc phân hủy. Chế tạo hệ nhũ tương có thể bằng phương pháp phân tán cơ học, phương pháp đồng hóa áp suất cao, phương pháp siêu âm. Ngoài ra còn điều chế bằng phương pháp hóa học sử dụng các chất nhũ hóa làm giảm sức căng bề mặt và dễ dàng tạo ra các pha phân tán kích thước nhỏ.

US 5468725 A, 21/11/1995 “Alcohol-free perfume” chế tạo một vi nhũ tương dầu/nước trong suốt có thành phần hương thơm không có cồn, kỵ nước. Công thức nước hoa này được ổn định bằng các chất hoạt động bề mặt không ion và chất hoạt động bề mặt ion.

US 8343521 B, 01/01/2013 “Alcohol-free aqueous perfume composition” mô tả hệ vi nhũ tương trong suốt gồm chất tạo hương, nước và một hoặc hỗn hợp các chất hoạt động bề mặt và 1,2-hexadiol làm dung môi. 1,2-hexadiol có đặc tính hòa tan tốt, cho phép giảm hàm lượng chất hoạt động bề mặt. Thành phần nước hoa không chứa cồn trong sáng chế chứa 12,36% 1,2-hexadiol, 1% Brij 30, 1% axit stearic, 6% thành phần hương thơm, 79,51% nước và 0,14% NaOH.

CN 103637942 A, 19/3/2014 “Alcohol-free transparent perfume composition” mô tả một chế phẩm có nồng độ chất hoạt động bề mặt cao (hơn 10%) và có thêm các polyol như 1,3-butanediol và glyxerol làm dung môi. Chế phẩm này bao gồm 5-20% tinh dầu, 8-12% chất hoạt động bề mặt polyoxyetylen, 5-8% chất hoạt động bề mặt phosphat, 4-7% chất hoạt động bề mặt polyglyxerol este và 15-20% nước.

US 5736505 A, 07/4/1998 “Non alcoholic perfume and cologne” chế phẩm nước hoa chứa chất hòa tan glyxereth-7-triaxetat. Chế phẩm nước hoa này bao gồm 2-20%

hợp chất tạo mùi thơm, 3-12% glyxereth-7-triaxetat, chất hoạt động bề mặt PEG-60 hydro hóa hoặc isoceteth-20 (<6%) và chất bảo quản (este alkyl của hydroxybenzoic) (<1%).

Nhược điểm của hệ nhũ tương là nồng độ chất hoạt động bề mặt cao (lên đến 40%), làm cho sản phẩm không trong suốt và độ nhớt cao. Hơn nữa, các hoạt chất thơm trong nước hoa có thể phản ứng với chất hoạt động bề mặt làm ảnh hưởng đến sự ổn định của sản phẩm. Một lý do nữa có thể các chất hoạt động bề mặt cation ở các giải pháp hữu ích hiện có sẽ gây ra kích ứng trong quá trình sử dụng và yêu cầu những bao bì đặc biệt.

Một giải pháp hiện nay đó là sử dụng vi nhũ tương ở kích thước nano để chế tạo nước hoa không chứa cồn. Hệ vi nhũ tương nano đã được sử dụng trong dược phẩm, và mỹ phẩm với tính ổn định cao.

Nhằm tăng khả năng hòa tan trong nước, tăng độ ổn định và do đó, tăng hiệu quả sử dụng cũng như chống kích ứng, trong giải pháp hữu ích này, chúng tôi đề xuất quy trình chế tạo hệ nước hoa nhũ tương nano với quy trình đơn giản giúp quá trình lưu giữ hương thơm được lâu hơn.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích nhằm đưa ra quy trình chế tạo ra hệ vi nhũ tương nhằm tăng khả năng hòa tan của chất tạo hương, tăng độ ổn định với phương pháp tiến hành đơn giản. Chính vì vậy, giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình điều chế hệ nước hoa tan trong nước sử dụng quy trình phân tán dạng nhũ hóa. Quy trình này bao gồm các bước sau:

a) tạo hỗn hợp nhũ hóa bằng cách trộn chất hoạt động bề mặt Tween 80 (Polyoxyetylen (80) sorbitan monooleat - Polyoxyethylene (80) sorbitan monooleate) với propylen glycol theo tỷ lệ xác định; khuấy đều bằng máy khuấy cơ ở nhiệt độ phòng với tốc độ 400 vòng/phút cho đến khi thu được hỗn hợp nhũ hóa đồng nhất;

b) phân tán tinh dầu hoa hồng, tinh dầu hoa ly vào pha dầu Labrafac CC (Caprylic/Capric Triglycerit - Caprylic/Capric Triglycerides), khuấy đều ở nhiệt độ phòng;

c) tiến hành trộn pha dầu thu được ở bước b) vào hỗn hợp nhũ hóa thu được ở bước a), khuấy đều bằng máy khuấy cơ trong vòng 60 phút với tốc độ 500 vòng/phút; và

d) tiến hành nhỏ từ từ một lượng nước cất 2 lần phù hợp vào hỗn hợp ở bước c) và tiến hành khuấy đều trong vòng 3 giờ ở nhiệt độ phòng với hệ thống đồng hóa kết hợp rung siêu âm 3 chu kỳ.

Mô tả các vẩn tắt hình vẽ

Hình 1. Ảnh HR-TEM của mẫu nước hoa hương hoa ly;

Hình 2. Ảnh HR-TEM của mẫu nước hoa hương hoa hồng.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Sau đây, giải pháp hữu ích mô tả chi tiết phương án cụ thể chế tạo hệ nước hoa tan trong nước dạng nhũ tương nano; tuy nhiên phương án này chỉ nhằm mục đích mô tả chi tiết giải pháp hữu ích, chứ không nhằm mục đích hạn chế phạm vi yêu cầu bảo hộ giải pháp hữu ích.

Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình điều chế hệ nước hoa tan trong nước dạng nhũ tương nano, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) tạo hỗn hợp nhũ hóa bằng cách trộn chất hoạt động bề mặt Tween 80 (Polyoxyetylen (80) sorbitan monooleat - Polyoxyethylene (80) sorbitan monooleate) với propylen glycol theo tỷ lệ xác định 2/1 (g/g); khuấy đều bằng máy khuấy cơ ở nhiệt độ phòng tốc độ 400-500 vòng/phút cho đến khi thu được hỗn hợp đồng nhất;

Tween 80 là chất nhũ hóa phân tán rất tốt, kết hợp với propylen glycol để tăng khả năng hòa tan hoạt chất và làm giảm hàm lượng Tween 80.

b) phân tán tinh dầu hoa hồng, hoa ly vào Labrafac CC, khuấy đều ở nhiệt độ phòng;

Labrafac CC (Caprylic/Capric Triglycerit - Caprylic/Capric Triglycerides) là chất hòa tan tốt các tinh dầu và có thể tạo hệ nhũ tương ổn định với Tween 80.

c) tiến hành trộn pha dầu ở bước b) vào hỗn hợp nhũ hóa ở bước a), khuấy đều bằng máy khuấy cơ trong vòng 60 phút với tốc độ 500 vòng/phút; và

Hỗn hợp chất nhũ hóa được trộn với hỗn hợp hoạt chất trong pha dầu để tăng khả năng phân tán của hạt tinh dầu.

d) tiến hành nhỏ từ từ một lượng nước cất 2 lần phù hợp vào hỗn hợp ở bước c) và tiến hành khuấy đều trong vòng 3 giờ ở nhiệt độ phòng với hệ thống đồng hóa kết hợp rung siêu âm 3 chu kỳ.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: Chế tạo hệ nước hoa hương hoa ly tan trong nước

Chuẩn bị hỗn hợp chất nhũ hóa có thành phần như sau: cho 30 g propylen glycol vào hỗn hợp cùng với 60 gam Tween 80. Khuấy trong máy khuấy cơ với tốc độ 500 vòng/phút đến khi đồng nhất;

Chuẩn bị tinh dầu hoa ly trong Labrafac CC bằng cách trộn 5 g tinh dầu vào 15 g Labrafac; sau đó khuấy đều bằng máy khuấy cơ trong vòng 30 phút với tốc độ 300 vòng/phút;

Trộn 20 gam tinh dầu hoa ly trong Labrafac với 90 gam hỗn hợp phân tán propylen glycol/Tween 80 sao cho các chất trong hỗn hợp đồng nhất có tỷ lệ tinh dầu: Labrafac: propylen glycol: Tween 80 là 1:3:6:12 (g/g/g/g) và tiến hành khuấy đều trong vòng 60 phút ở nhiệt độ phòng; và

Tiến hành cho 90 gam nước cất 2 lần vào hỗn hợp trên và khuấy đều trong vòng 3 giờ, kết hợp với đồng hóa rung siêu âm 3 chu kỳ thu được sản phẩm là hệ vi nhũ tương chứa các tinh dầu hoa ly ở kích thước nano.

Ví dụ 2: Chế tạo hệ nước hoa hương hoa hồng tan trong nước

Chuẩn bị hỗn hợp chất nhũ hóa có thành phần như sau: cho 30 g propylen glycol vào hỗn hợp cùng với 60 gam Tween 80. Khuấy trong máy khuấy cơ tốc độ 400 vòng/phút đến khi đồng nhất;

Chuẩn bị tinh dầu hoa hồng trong Labrafac CC bằng cách trộn 5 g tinh dầu hoa hồng vào 15 g Labrafac; sau đó khuấy đều bằng máy khuấy cơ trong vòng 60 phút với tốc độ 300 vòng/phút;

Trộn 20 gam tinh dầu hoa hồng trong Labrafac với 90 gam hỗn hợp phân tán propylen glycol/Tween 80 sao cho các chất trong hỗn hợp đồng nhất có tỷ lệ tinh dầu: Labrafac: propylen glycol: Tween 80 là 1:3:6:12 (g/g/g/g) và tiến hành khuấy đều trong vòng 60 phút ở nhiệt độ phòng; và

Tiến hành cho 90 gam nước cất 2 lần vào hỗn hợp trên và khuấy đều trong vòng 3 giờ, kết hợp với đồng hóa rung siêu âm 3 chu kỳ thu được sản phẩm là hệ vi nhũ tương chứa tinh dầu hoa hồng ở kích thước nano.

Sau khi thu được sản phẩm ta tiến hành kiểm tra với các phương pháp phân tích hiện đại thì cho được kết quả như sau:

1. Kết quả đo HR-TEM

Kích thước của các tiểu phân được phân tích bằng phương pháp đo kích thước hạt, kết quả cho thấy các hạt tinh dầu có hình cầu và kích thước trung bình khoảng 5-20 nm.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Đã chế tạo thành công hệ nước hoa nano tan trong nước, có chứa các tiểu phân nano tinh dầu kích thước nhỏ hơn 100 nm, đáp ứng yêu cầu của quá trình tạo hương và phân tán. Độ tan, độ bền của tinh dầu tăng khi hạt có kích thước nano.

YÊU CẦU BẢO HỘ

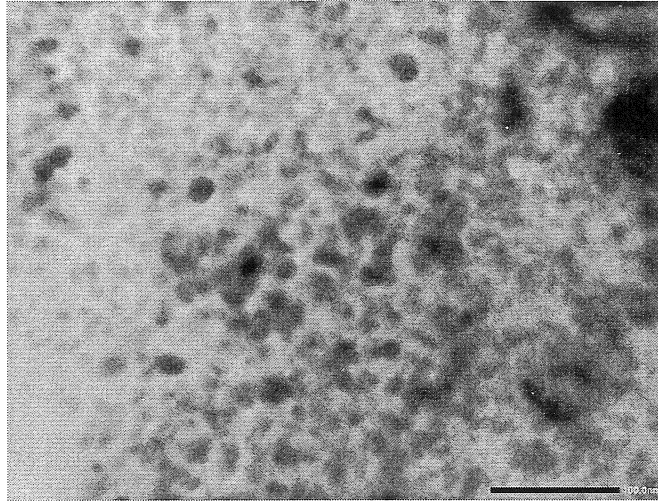
1. Quy trình điều chế hệ nước hoa nano tan trong nước, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) tạo hỗn hợp nhũ hóa bằng cách trộn chất hoạt động bề mặt Tween 80 (Polyoxyetylen (80) sorbitan monooleat - Polyoxyethylene (80) sorbitan monooleate) với propylen glycol theo tỷ lệ xác định, khuấy đều bằng máy khuấy cơ ở nhiệt độ phòng với tốc độ 400 vòng/phút cho đến khi thu được hỗn hợp nhũ hóa đồng nhất, trong đó tỷ lệ của propylen glycol : Tween 80 là 30/60 (g/g);

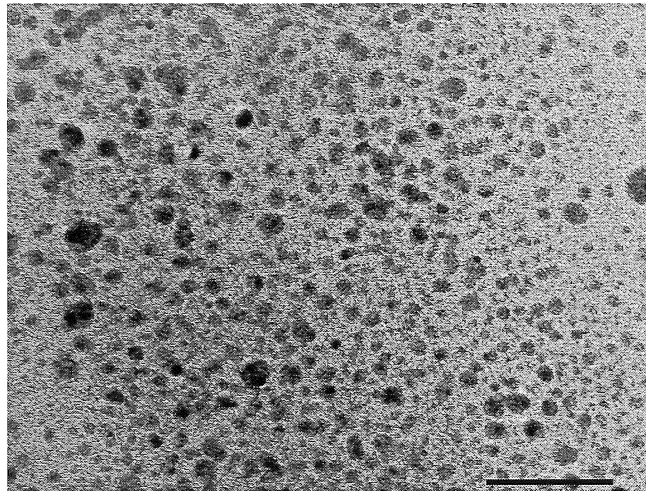
b) phân tán tinh dầu hoa hồng, hoa ly vào pha dầu Labrafac CC (Caprylic/Capric Triglycerit - Caprylic/Capric Triglycerides), khuấy đều ở nhiệt độ phòng, trong đó tỷ lệ tinh dầu: Labrafac là 5:15 (g/g);

c) tiến hành trộn pha dầu thu được ở bước b) vào hỗn hợp nhũ hóa thu được ở bước a), khuấy đều bằng máy khuấy cơ trong vòng 60 phút với tốc độ 500 vòng/phút, trong đó tỷ lệ của pha dầu thu được ở bước b) : hỗn hợp nhũ hóa thu được ở bước a) là 20:90 (g/g); và

d) tiến hành nhỏ từ từ 90 g nước cất 2 lần phù hợp vào hỗn hợp ở bước c) và tiến hành khuấy đều trong vòng 3 giờ ở nhiệt độ phòng với hệ thống đồng hóa kết hợp rung siêu âm 3 chu kỳ, thu được hệ nước hoa nano tan trong nước.



Hình 1



Hình 2