



(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)



1-0024456

(51)⁷ A23L 1/226; A61K 8/34; C11D 3/50;
A61Q 13/00; C07C 47/58; A23P 1/02;
A61K 9/14

(13) B

(21) 1-2014-00627

(22) 07/08/2012

(86) PCT/EP2012/065468 07/08/2012

(87) WO2013/026699 28/02/2013

(30) 1157521 25/08/2011 FR

(45) 27/07/2020 388

(43) 26/05/2014 314A

(73) RHODIA OPERATIONS (FR)

40 rue de la Haie-Coq, F-93306 Aubervilliers, France

(72) LE-THIESSE, Jean-Claude (FR); MASSON, Jean-Claude (FR); COCHENNEC, Corine (FR); GIACOMONI, Olivier (FR).

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

(54) QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ HỢP PHẦN THƠM BAO GỒM HỢP CHẤT CÓ CHỨA HAI CHẤT RẮN CÓ TÍNH CHẤT CẢM QUAN

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hợp phần thơm dạng bụi có nhiệt độ nóng chảy T_f , bao gồm: i) nạp ít nhất hai chất rắn dạng bột ban đầu có tính chất cảm quan vào máy trộn mà vỏ bao của máy đã được gia nhiệt trước đến nhiệt độ T thấp hơn T_f , các chất rắn nêu trên được nạp riêng biệt vào máy trộn nêu trên; ii) trộn các chất rắn nêu trên trong máy trộn nêu trên, khi không có mặt của bất kỳ pha lỏng ngoài nào, ở nhiệt độ T thấp hơn nhiệt độ T_f , ít nhất một trong các chất rắn dạng bột ban đầu nêu trên được nạp vào máy trộn nêu trên ở nhiệt độ T_i sao cho việc trộn được tiến hành trong các điều kiện đẳng nhiệt ở nhiệt độ được đặt ở nhiệt độ T nêu trên; và iii) thu hồi hợp phần thơm dạng bột nêu trên. Quy trình nêu trên đặc biệt thích hợp để điều chế hợp phần bao gồm chủ yếu là hợp chất vanilin và etylvanilin.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực điều chế các hợp phần dạng bụi, tức là các hợp phần ở dạng bột, có tính chất cảm quan. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hợp phần thơm dạng bụi cơ bản bao gồm một hợp chất dựa trên ít nhất hai chất rắn có tính chất cảm quan, cụ thể là dựa trên vanilin và etylvanilin.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các sản phẩm và hợp phần thơm, là thơm theo nghĩa chúng có tính chất cảm quan, được sử dụng trong rất nhiều lĩnh vực ứng dụng như hương liệu và/hoặc nước hoa. Cụ thể là, các sản phẩm và các hợp phần có tính chất cảm quan này được tiêu thụ nhiều trong ngành công nghiệp thực phẩm và động vật. Chúng cũng tìm thấy ứng dụng trong các lĩnh vực khác như dược phẩm hoặc nước hoa. Theo đó, chúng là các sản phẩm và hợp phần tiêu thụ hàng loạt. Các tính chất cảm quan của một sản phẩm hoặc hợp phần dựa trên ít nhất hai sản phẩm có thể được định nghĩa là tất cả các đặc điểm được nhận thức và đánh giá bằng giác quan của người tiêu dùng. Các tính chất này đóng vai trò căn bản trong nhận thức các sản phẩm và hợp phần nêu trên trước khi sử dụng hoặc tiêu thụ và đánh giá chúng khi chúng được tiêu thụ hoặc sử dụng. Các yếu tố chính góp phần vào chất lượng cảm quan đặc biệt là các khía cạnh hình ảnh (hình dạng, màu sắc, v.v.), sự đồng nhất hoặc kết cấu, vị, mùi và hương vị.

Đã có sự quan tâm ngày càng tăng về hợp phần cảm quan trong các ngành công nghiệp nông phẩm, dược phẩm và nước hoa, có nhu cầu lớn cho một quy trình đơn giản mà có thể dễ dàng khai thác quy mô công nghiệp để sản xuất các hợp phần cảm quan như vậy. Đặc biệt là, các nhà công nghiệp trong các lĩnh vực có liên quan đang tìm cách sản xuất hợp phần cảm quan ở dạng bụi ở nhiệt độ phòng. Hiện nay, sản xuất các hợp phần như vậy rất ít được mô tả trong các tài liệu.

Tuy nhiên, người nộp đơn đã đề xuất quy trình điều chế hợp phần cơ bản bao gồm hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin trong công bố đơn sáng chế quốc tế WO 2010/046239. Quy trình nêu trên bao gồm việc đồng kết tinh của vanilin và etylvanilin

được sử dụng trong tỷ lệ mol vanilin/etylvanilin là 2, trong môi trường nóng chảy hoặc hòa tan trong một dung môi hòa tan chúng. Tuy nhiên, quy trình này có nhược điểm là khó chuyển thành quy mô công nghiệp do sự kết tinh của hợp chất này là khá chậm. Lý do cho điều này là hợp chất trải qua giai đoạn quá nóng chảy, tức là khi sản phẩm được nấu chảy và khi nó được làm lạnh xuống dưới nhiệt độ nóng chảy của nó, nó khó kết tinh và vẫn ở trạng thái lỏng trong một thời gian dài. Thời gian cần thiết cho sự kết tinh là nhiều hay ít một cách ngẫu nhiên, và đó là điều quan trọng để kiểm soát thỏa đáng sự kết tinh.

Do đó, sáng chế đề xuất việc khắc phục những hạn chế, đặc biệt được quan sát thấy trong trường hợp của một hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin. Nói chung, sáng chế đề xuất quy trình mới để điều chế hợp phần dạng bụi ở nhiệt độ phòng, có tính chất cảm quan. Một trong những mục tiêu tìm kiếm của sáng chế này là đưa ra quy trình dựa trên phương pháp đơn giản để thực hiện trên quy mô công nghiệp, đặc biệt là hướng tới tránh kiểm soát phức tạp nhiệt độ để sản xuất hợp phần dạng bụi, và có đặc tính cảm quan.

Hơn nữa, đã có những khó khăn công nghiệp và thiệt hại tài chính mang lại bởi sự vón cục của bột thực phẩm, hiện tượng này, được định nghĩa là sự tập hợp của các hạt, hiện là ví dụ nổi tiếng trong trường hợp điều chế một hỗn hợp khô của vanilin và etylvanilin bột, mục tiêu tìm kiếm khác của sáng chế là phát triển một quy trình thực hiện dưới các điều kiện mà theo đó vón cục không được ưa chuộng, nhằm có được hợp phần cảm quan dạng bụi có kích thước hạt đáp ứng đầy đủ các kỳ vọng thể hiện bởi các nhà công nghiệp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Một mục đích của sáng chế là quy trình điều chế hợp phần thơm dạng bụi có điểm nóng chảy T_m , bao gồm:

i) đưa vào máy trộn, mà buồng của nó đã được gia nhiệt trước đến nhiệt độ T thấp hơn T_m , ít nhất hai chất rắn ban đầu dạng bụi có tính chất cảm quan, các chất rắn nêu trên được đưa tách biệt vào máy trộn nêu trên,

ii) trộn trong máy trộn nêu trên, khi không có mặt của bất kỳ pha lỏng ngoài nào, các chất rắn nêu trên ở nhiệt độ T thấp hơn nhiệt độ T_m , ít nhất một trong các chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên được đưa vào máy trộn nêu trên ở nhiệt độ T_i sao

cho việc trộn được tiến hành trong các điều kiện đẳng nhiệt ở nhiệt độ được đặt ở nhiệt độ T nêu trên, và

iii) thu hồi hợp phần thơm dạng bụi nêu trên.

Bước i) nêu trên của quy trình điều chế theo sáng chế dùng ít nhất hai chất rắn ban đầu dạng bụi, tức là các chất rắn dưới dạng bột, mỗi chất đều có tính chất cảm quan. Chúng được chọn sao cho hợp phần có tính chất cảm quan được điều chế theo quy trình theo sáng chế là dưới dạng bụi ở nhiệt độ phòng. Theo sáng chế, nhiệt độ phòng được định nghĩa bởi dải nhiệt độ thường là từ 10 đến 30°C, ưu tiên là từ 15 đến 30°C và ưu tiên hơn là từ 15 đến 25°C. Đặc biệt hơn là, chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên thuận lợi là có điểm nóng chảy lớn hơn hoặc bằng 40°C và rất thuận lợi là lớn hơn hoặc bằng 50°C. Các chất rắn ban đầu nêu trên thường có điểm nóng chảy thấp hơn 220°C. Ưu tiên là, các chất rắn ban đầu mà các điểm nóng chảy của chúng là tương đối giống nhau, tức là các chất rắn mà đối với chúng, khác nhau giữa các điểm nóng chảy không lớn hơn 50°C, ưu tiên là không lớn hơn 30°C, ưu tiên hơn là không lớn hơn 20°C và ưu tiên hơn nữa là không lớn hơn 10°C, được chọn.

Ưu tiên là, các chất rắn nêu trên mà mỗi chất đều có tính chất cảm quan bao gồm phân tử mùi có chứa ít nhất một dị nguyên tử được chọn từ nitơ, oxy và lưu huỳnh. Các phân tử nêu trên có thể là mạch vòng hoặc không vòng, no hoặc không no. Các phân tử mùi này, được sử dụng làm hương liệu hoặc nước hoa, tham gia vào cơ chế trong đó có liên quan đến các cơ quan khứu giác.

Ưu tiên hơn là, các chất rắn nêu trên được chọn từ các aldehyt thơm, các keton thơm, các axit thơm, các este thơm, các ete thơm, các phenol, các dị vòng chứa oxy, các dị vòng chứa nitơ, các dị vòng chứa lưu huỳnh và nitơ, các hợp chất chứa lưu huỳnh, các terpen và xạ hương.

Trong số các aldehyt thơm, 4-hydroxybenzaldehyt, 4-hydroxy-3-metoxibenzenaldehyt (vanilin), 4-hydroxy-3-etoxibenzenaldehyt (etylvanilin), 4-axetoxi-3-metoxibenzenaldehyt (vanilin axetat), 3,4-dimetoxibenzenaldehyt (veratraldehyt), 2-hydroxy-4-metylbenzenaldehyt (m-homosalixylaldehyt), (2E)-3-(4-metoxiphenyl)propenal và (trans-p-metoxixinamaldehyt) được chọn là có lợi.

Trong số các keton thơm, 4-(4-hydroxyphenyl) butan- 2-on (frambinon), benzophenon, 1-(4-hydroxy-3-metoxi)etanon (axetovanilon), 1-(3,4-dimetoxyphenyl)etanon (3',4'-dimetoxyaxetophenon), 4-(4-hydroxy-3-metoxyphenyl)-3-buten-2-on (vanilalaxeton) và 4-metyl-2H-1,5-benzodioxepin-3(4H)-on (calon) được chọn là có lợi.

Trong số các axit thơm, 4-hydroxy-3-metoxybenzoic axit (vanillic axit), 2-metoxybenzoic axit (o-anisic axit), 4-metoxybenzoic axit (para-anisic axit), 3-metoxybenzoic axit (meta-anisic axit), 2-hydroxybenzoic axit (salicylic axit), 4-hydroxybenzoic axit (para-hydroxybenzoic axit), (2E)-3-phenyl-2-propenoic axit (trans-xinamic axit), phenoxyaxetic axit và 3-phenylpropionic axit (hydroxinamic axit) được chọn ưu tiên.

Trong số các este thơm, metyl 4-hydroxy-3-metoxybenzoat (metyl vanilat), 2-phenyletyl 2-hydroxybenzoat (phenetyl salixylat), phenyl 2-hydroxybenzoat (phenyl salixylat), metyl 4-metoxybenzoat (metyl p-anisat) và 3,4-metylenedioxybenzyl axetat (heliotropyl axetat hoặc piperonyl axetat) được chọn ưu tiên.

Trong số các ete thơm, 1,4-dimetoxybenzen (para-dimetoxybenzen, PDMB), 2-metoxy-1-(phenylmetoxy)-4-(1-propenyl)benzen (benzylisoeugenol) và 1-etoxy-2-hydroxy-4-propenylbenzen (propenylguetol) được chọn ưu tiên.

Trong số các phenol, (4-hydroxy-3-metoxyphenyl)methanol (vanillyl alcohol), 4-hydroxyphenylmetanol (4-hydroxybenzyl alcohol) và 1,3-dihydroxybenzen được chọn ưu tiên.

Trong số các dị vòng chứa oxy, 3-hydroxy-2-metyl-4-pyron, 3-hydroxy-2-metyl-gama-pyron (maltol), 2-etyl-3-hydroxy-4H-pyran-4-on (etyl maltol), 1,2-benzopyron (coumarin), 4-hydroxy-5-metyl-3(2H)-furanon (59) (norfuranol), 4,6-dimetyl-2H-pyran-2-on (levistamel) và (-)-dodecahydrotetrametylnaphtofuran (ambroxan) được chọn ưu tiên.

Trong số các dị vòng chứa nitơ, 2,6-dimetylpyrazin, 2-axetylpyrazin (axetylpyrazin), 2,3,5,6-tetrametylpyrazin (tetrametylpyrazin) và 1,4-diazabenzen (pyrazin) được chọn ưu tiên.

Trong số các hợp chất có lưu huỳnh, diphenyl disulfua, dibenzyl disulfua và dicyclohexyl disulfua được chọn ưu tiên.

Trong số các terpen, (1R,2S,5R)-5-metyl-2-(propan-2-yl)cyclohexanol hoặc [(-)-mentol], (α R,1R,2R,4aS,8aS)- α -ethenyldecahydro-2-hydroxy- α ,2,5,5,8a-pentametyl-1-naphtalenpropanol hoặc [(-)-sclareol], (1R,4S,4aS,6R,8aS)-octahydro-4,8a,9,9-tetrametyl-1,6-metanonaphtalen-1(2H)-ol hoặc (-)-patchouli alcohol hoặc [(-)-patchoulol] được chọn ưu tiên.

Trong số xạ hương, xạ hương tổng hợp như 3,4,6,7,8-hexahydro-4,6,6,7,8,8-hexametylxcyclopenta(g)-2-benzopyran (galaxolit), xyclopentadecanon (exalton), 6-axetyl-1,1,2,4,4,7-hexametyltetralin (tonalit) và axetyldinitrobutylxylen (keton xạ hương) được chọn ưu tiên.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo phương án cụ thể đầu tiên của quy trình theo sáng chế, mỗi chất rắn ban đầu nêu trên được chọn từ cùng họ hóa chất được chọn từ các họ bao gồm các aldehyt thơm, các keton thơm, các axit thơm, các este thơm, các ete thơm, các phenol, các dị vòng chứa oxy, các dị vòng chứa nitơ, các dị vòng chứa lưu huỳnh và nitơ, các hợp chất chứa lưu huỳnh, các terpen và xạ hương. Các hợp chất được ưu tiên cho việc thực hiện phương thức cụ thể đầu tiên nêu trên và nằm trong các họ nêu trên là các hợp chất đã được mô tả ở trên.

Phù hợp với phương thức đầu tiên nêu trên, mỗi chất rắn nêu trên ưu tiên là nằm trong họ các aldehyt thơm. Ưu tiên là, một trong các chất rắn ban đầu là vanilin và chất rắn ban đầu khác là etylvanilin. Cần nhắc lại rằng vanilin ứng với phân tử có công thức 4-hydroxy-3-metoxibenzaldehyt và rằng etylvanilin ứng với phân tử có công thức 4-hydroxy-3-etoxibenzaldehyt. Vanilin rất thường gắn liền với etylvanilin do sự hiện diện của một lượng nhỏ etylvanilin làm cho nó có thể tăng tính thơm và/hoặc cảm quan của vanilin. Vanilin và etylvanilin được dùng thuận lợi trong quy trình theo sáng chế có thể được sản xuất thông qua mọi tổng hợp hóa học, không phụ thuộc vào chất đầu. Vanilin cũng có thể được sản xuất thông qua một quy trình sinh hóa, cụ thể là quy trình lên men vi sinh vật, đặc biệt là của ferulic axit.

Theo phương án cụ thể thứ hai của quy trình theo sáng chế, mỗi chất rắn ban đầu nêu trên nằm trong một họ hóa chất khác được chọn từ các họ bao gồm các

aldehyt thơm, các keton thơm, các axit thơm, các este thơm, các ete thơm, các phenol, các dị vòng chứa oxy, các dị vòng chứa nitơ, các dị vòng chứa lưu huỳnh và nitơ, các hợp chất chứa lưu huỳnh, các terpen và xạ hương. Các hợp chất được ưu tiên cho việc thực hiện phương thức cụ thể thứ hai nêu trên và nằm trong các họ nêu trên là các hợp chất đã được mô tả ở trên.

Phù hợp với phương thức thứ hai nêu trên, ít nhất một trong các chất rắn ban đầu ưu tiên là nằm trong họ của các aldehyt thơm, các ete thơm hoặc các dị vòng chứa oxy. Ưu tiên hơn là, một trong các chất rắn ban đầu nằm trong họ các aldehyt thơm và chất rắn ban đầu khác nằm trong họ các ete thơm. Ví dụ như, một trong các chất rắn ban đầu là vanilin và chất rắn ban đầu khác là propenylguetol. Sự kết hợp thuận lợi khác phù hợp với phương thức thứ hai nêu trên bao gồm việc lựa chọn một trong các chất rắn ban đầu từ các ete thơm, ví dụ như para- dimetoxybenzen, và chất rắn ban đầu khác từ các dị vòng chứa oxy, ví dụ như coumarin.

Ưu tiên là, ít nhất một trong các chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên là tinh thể và ưu tiên hơn nữa là hai chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên là tinh thể.

Theo phương án cụ thể thứ ba của quy trình theo sáng chế, quy trình nêu trên được thực hiện trong sự có mặt của ít nhất ba chất rắn ban đầu dạng bụi mà mỗi chất đều có tính chất cảm quan. Ưu tiên là, mỗi chất trong ba chất rắn nêu trên được chọn từ các aldehyt thơm, các keton thơm, các axit thơm, các este thơm, các ete thơm, các phenol, các dị vòng chứa oxy, các dị vòng chứa nitơ, các dị vòng chứa lưu huỳnh và nitơ, các hợp chất chứa lưu huỳnh, các terpen và xạ hương.

Phù hợp với sáng chế, các chất rắn ban đầu nêu trên được đưa vào máy trộn trong tỷ lệ mol bất kỳ thích hợp để điều chế hợp phần dạng bụi thơm nêu trên thu được theo quy trình theo sáng chế.

Theo phương án cụ thể của quy trình theo sáng chế bao gồm việc điều chế hợp phần thơm dạng bụi chủ yếu bao gồm hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin, vanilin và etylvanilin được đưa vào máy trộn nêu trên trong tỷ lệ mol vanilin/etylvanilin ít nhất là bằng 2, ưu tiên là giữa 2 và 3 và rất ưu tiên là giữa 2 và 2,6. Theo phương án cụ thể này của sáng chế, vanilin và etylvanilin thuận lợi là được đưa vào máy trộn nêu trên trong các tỷ lệ sau:

- từ 65% đến 90%, ưu tiên là từ 65% đến 80%, ưu tiên hơn là từ 65% đến 75% và ưu tiên hơn nữa là từ 67% đến 70% theo khối lượng của vanilin,

- từ 10% đến 35%, ưu tiên là từ 20% đến 35%, ưu tiên hơn là từ 25% đến 35% và ưu tiên hơn nữa là từ 30% đến 33% theo khối lượng của etylvanilin.

Phù hợp với bước i) nêu trên của quy trình theo sáng chế, chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên được đưa riêng biệt, tức là mỗi chất đều ở dạng nguyên chất, vào máy trộn nêu trên. Các chất rắn nêu trên có thể được đưa vào đồng thời hoặc chất nọ sau chất kia theo thứ tự bất kỳ. Mỗi chất rắn nêu trên có thể hoặc có thể không đưa vào từ từ. Trước khi đưa các chất rắn nêu trên vào, buồng máy trộn nêu trên được gia nhiệt đến nhiệt độ T thấp hơn điểm nóng chảy của chất rắn ban đầu có điểm nóng chảy thấp nhất, chất rắn nêu trên được chọn từ các chất rắn ban đầu nêu trên được dùng trong quy trình theo sáng chế. Nhiệt độ T nêu trên là thấp hơn nhiệt độ bắt đầu nóng chảy của hợp phần thơm được điều chế theo quy trình theo sáng chế.

Theo một phương án cụ thể của quy trình theo sáng chế bao gồm việc điều chế hợp phần thơm có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin, buồng máy trộn nêu trên được gia nhiệt đến nhiệt độ T thuận lợi là nằm giữa 48 và 53°C và rất thuận lợi là giữa 51 và 52°C.

Các bước i) và ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế được thực hiện trong máy trộn. Thuận lợi là máy trộn lưỡi cày, máy trộn cánh gạt hoặc máy trộn kiểu đai, các máy trộn này đã biết đối với người có kỹ năng trong lĩnh vực này, họ thông thạo về lĩnh vực trộn bột. Máy trộn nêu trên thuận lợi là được trang bị vỏ nhằm bảo đảm truyền nhiệt khác nhau bằng tuần hoàn chất lỏng truyền nhiệt, thuận lợi là nước, trong vỏ. Chất lỏng truyền nhiệt được duy trì ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng nhiệt độ T bên trong buồng máy trộn nêu trên. Ví dụ như, chất lỏng truyền nhiệt được duy trì ở nhiệt độ từ 1 đến 5°C cao hơn nhiệt độ T nêu trên.

Hai chất rắn ban đầu dạng bụi có tính chất cảm quan nêu trên được đưa riêng biệt vào máy trộn nêu trên và sau đó được trộn trong đó theo bước ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế.

Phù hợp với quy trình theo sáng chế, ít nhất một chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên được gia nhiệt trước đến nhiệt độ T_i trước khi đưa vào máy trộn nêu trên, nhiệt độ T_i nêu trên nằm trong vùng nhiệt độ T nêu trên mà ở đó tiến hành việc trộn theo bước

ii) nêu trên. Ưu tiên là, hai chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên được đưa vào ở nhiệt độ T_i ; hai chất rắn nêu trên có thể được gia nhiệt trước và được đưa vào việc trộn nêu trên ở cùng nhiệt độ T_i hoặc khác nhiệt độ T_i không đáng kể. Chính xác hơn, nhiệt độ T_i nêu trên thuận lợi là được chọn sao cho $T - 20^\circ\text{C} \leq T_i \leq T + 20^\circ\text{C}$. Theo phương án cụ thể của quy trình theo sáng chế bao gồm việc điều chế hợp phần thơm dạng bụi có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin, vanilin và etylvanilin được gia nhiệt trước đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 65°C , ưu tiên là đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55 đến 62°C và ưu tiên hơn nữa là nằm trong khoảng từ 58 đến 61°C .

Phù hợp với bước ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế, việc trộn chất rắn dạng bụi có tính chất cảm quan ban đầu nêu trên được thực hiện trong các điều kiện đẳng nhiệt, tức là ở nhiệt độ không đổi, bằng nhiệt độ T mà buồng máy trộn đã được gia nhiệt đến, từ khi bắt đầu đưa các chất rắn nêu trên vào máy trộn nêu trên. Việc gia nhiệt trước ít nhất một trong hai chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên đến nhiệt độ T_i như được định rõ ở trên, ưu tiên là cả hai chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên, cho phép trộn ở nhiệt độ đẳng nhiệt trong máy trộn nêu trên. Việc trộn được thực hiện bình thường trong pha rắn. Máy trộn nêu trên thuận lợi là có khuấy. Ưu tiên là, các điều kiện khuấy được chọn sao cho không có biến dạng đáng kể. Vì vậy, tốc độ khuấy chậm được ưu tiên. Theo hướng dẫn, có thể chỉ ra rằng trong trường hợp máy trộn lưỡi cày, các điều kiện khuấy thuận lợi là nằm trong dải giữa $0,2$ và $1,5$ m/giây ở cuối cánh gạt.

Máy trộn thuận lợi là được đặt trong môi trường tro thông qua việc thực thi quy trình theo sáng chế. Cụ thể là, các bước i) và ii) của quy trình theo sáng chế thuận lợi là được thực hiện trong môi trường tro, ưu tiên là trong nitor. Thuận lợi hơn là, các bước i) và ii) nêu trên được thực hiện trong môi trường nitor ướt hoặc nitor khô. Việc làm ướt luồng nitor thuận lợi là đạt được bằng cách sục nitor vào nước. Luồng khí tro, ưu tiên là nitor, thuận lợi là được gia nhiệt đến nhiệt độ bằng $T \pm 10^\circ\text{C}$, nhiệt độ T là nhiệt độ mà buồng máy trộn được gia nhiệt đến. Lượng nước có trong nitor điển hình là, ví dụ như, 1% đến 5% khối lượng so với khối lượng nitor, và ưu tiên là từ 2% đến 3% khối lượng so với khối lượng nitor. Thuật ngữ "nitor khô" nghĩa là luồng nitor có ít hơn $0,5$ g và ưu tiên là ít hơn $0,3$ g nước cho mỗi kg nitor.

Phương án được ưu tiên của bước ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế bao gồm việc tiến hành trộn nêu trên của các chất rắn nêu trên trong môi trường ẩm. Độ ẩm được tạo ra, ví dụ như, bằng luồng hơi khô, luồng nitơ ướt, hoặc bằng cách cung cấp nước lỏng vào máy trộn nêu trên.

Việc trộn các chất rắn ban đầu có tính chất cảm quan nêu trên phù hợp với bước ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế dẫn đến việc chuyển các chất rắn nêu trên thành hợp phần thơm nêu trên, hợp phần này được thu hồi phù hợp với bước iii) nêu trên của quy trình theo sáng chế. Bước ii) nêu trên được thực hiện trong thời gian đủ để có được sự biến đổi, ưu tiên là biến đổi hoàn toàn, các chất rắn thành hợp phần thơm nêu trên. Thời gian này là thay đổi và phụ thuộc chủ yếu vào các chất rắn ban đầu được dùng và vào khuấy trộn. Ví dụ như, đối với hỗn hợp của vanilin và etylvanilin, bước ii) nêu trên thuận lợi là được thực hiện trong thời gian từ 30 phút đến 2 giờ.

Hợp phần thơm nêu trên được thu hồi trước hoặc sau khi làm nguội. Làm nguội hợp phần nêu trên đạt được, thực hiện bên trong hoặc bên ngoài máy trộn nêu trên, được tiến hành ở nhiệt độ dưới 40°C và ưu tiên là dưới 35°C . Giới hạn dưới của nhiệt độ làm nguội thuận lợi là nhiệt độ phòng. Hợp phần nêu trên thuận lợi là để nguội một cách tự nhiên bên trong hoặc bên ngoài máy trộn nêu trên. Theo một phương án cụ thể, hợp phần được để nguội trong máy trộn nêu trên có khuấy trộn và trong môi trường trơ, hạ xuống đến nhiệt độ dưới 40°C và ưu tiên là hạ xuống đến nhiệt độ dưới 35°C .

Quy trình theo sáng chế thuận lợi là bao gồm việc đưa vào ít nhất một tá dược trong khi tiến hành bước ii) nêu trên và/hoặc việc trộn ít nhất một tá dược với hợp phần nêu trên được thu hồi sau bước iii) nêu trên. Tá dược nêu trên có thể được đưa vào, toàn bộ hoặc một phần, trong khi tiến hành bước ii) nêu trên và/hoặc được trộn, toàn bộ hoặc một phần, với hợp phần nêu trên được thu hồi sau bước iii) nêu trên. Nói cách khác, tổng lượng của (các) tá dược có thể được đưa vào trong khi tiến hành bước ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế hoặc tùy chọn có thể được thêm, ví dụ như bằng cách trộn khô, vào hợp phần nêu trên được thu hồi sau bước iii) nêu trên của quy trình theo sáng chế. Cũng có thể phân đoạn các lượng của (các) tá dược được dùng sao cho phần thứ nhất của (các) tá dược được đưa vào trong bước ii) nêu trên và phần còn

lại được thêm, ưu tiên là bằng cách trộn khô, vào hợp phần nêu trên được thu hồi sau khi thực hiện bước iii) nêu trên.

Ưu tiên là, tổng lượng (các) tá được đưa vào trong khi tiến hành bước ii) nêu trên. Đặc biệt hơn là, tổng lượng (các) tá được nêu trên được đưa, ưu tiên là ở nhiệt độ phòng, vào máy trộn nêu trên được gia nhiệt đến nhiệt độ T nêu trên. Thuận lợi là, trong bước thứ nhất, trộn các chất rắn nêu trên trong máy trộn nêu trên và sau đó đưa (các) tá được nêu trên vào đó, ưu tiên là có khuấy trộn.

Phương thức được ưu tiên khác để đưa ít nhất một tá được vào hợp phần dạng bụi nêu trên bao gồm việc trộn, ít nhất là một phần, một hoặc nhiều (các) tá được với hợp phần nêu trên thu được sau bước iii) nêu trên của quy trình theo sáng chế. Gia công trộn nêu trên thuận lợi là được thực hiện sau khi làm nguội hợp phần nêu trên. Đặc biệt hơn là, trộn được thực hiện khô, ưu tiên là ở nhiệt độ phòng, trong máy trộn, ví dụ như máy trộn lưỡi cày, máy trộn cánh gạt hoặc máy trộn kiểu đai.

Sự lựa chọn (các) tá được nên tính đến các mục đích sử dụng của sản phẩm cuối cùng kết hợp với hợp phần nêu trên được điều chế theo quy trình theo sáng chế và do đó có đặc tính ăn được nếu nó được sử dụng trong lĩnh vực thực phẩm. Lượng (các) tá được có thể thay đổi nhiều và có thể điển hình là từ 0,1% đến 90% khối lượng hỗn hợp cuối. Thuận lợi là chọn giữa 20% và 70% theo khối lượng. Có thể chỉ ra làm ví dụ, là từ 5% đến 50% theo khối lượng của tá được có thể được thêm vào trong bước ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế, sau đó thêm tiếp 5% đến 50% theo khối lượng của tá được nêu trên vào hợp phần nêu trên, ưu tiên là đã được làm nguội, thu hồi được sau bước iii) nêu trên của quy trình theo sáng chế. Cũng có thể điều chỉnh kiểu đưa vào theo các tá được, tức là đưa tổng lượng của một tá được, ví dụ như, trong khi tiến hành bước ii) nêu trên và phân đoạn lượng thêm vào của tá được khác, hoặc ngược lại.

Cần nói rằng một số tá được có thể được thêm từng phần, tức là trong khi tiến hành bước ii) nêu trên và sau đó là sau khi thực hiện bước iii) nêu trên, hoặc rằng các tá được có bản chất khác nhau cũng có thể được đưa vào trong khi tiến hành bước ii) nêu trên và/hoặc sau khi thực hiện bước iii) nêu trên.

Ví dụ về các tá được có thể được dùng trong quy trình theo sáng chế được cho dưới đây, và được cho mà không có bất kỳ bản chất giới hạn nào. Ưu tiên hơn là, tá

được nêu trên được chọn từ các chất béo, các rượu béo, các loại đường, các polysacarit, silic oxit, vanilin và etylvanilin.

Kiểu thứ nhất của các tá dược là các chất béo. Các ví dụ có thể kể đến bao gồm các axit béo tùy chọn dưới dạng các muối hoặc các este.

Các axit béo được dùng là các axit béo no mạch dài thông thường, tức là có chiều dài mạch giữa 9 và 21 nguyên tử cacbon, ví dụ như capric axit, lauric axit, tridexylic axit, myristic axit, palmitic axit, stearic axit hoặc behenic axit. Có khả năng các axit nêu trên là dưới dạng đã tạo muối, và đặc biệt là có thể kể đến canxi hoặc magie stearat.

Các este của axit béo có thể kể đến cụ thể là bao gồm glyxeryl stearat, isopropyl palmitat, xetyl palmitat và isopropyl myristat. Đặc biệt hơn cũng có thể kể đến các este của axit béo mạch dài của glyxerol như glyxeryl monostearat, glyxeryl monopalmitostearat, glyxeryl palmitostearat, etylen glycol palmitostearat, polyglyxeryl palmitostearat, polyglycol 1500 và 6000 palmitostearat, glyxeryl monolinoleat; các este của axit béo mạch dài của glyxerol mono- hoặc diaxetyl hóa tùy chọn như các monoaxetyl hoặc diaxetyl monoglyxerit và hỗn hợp của chúng; các glyxerit bán tổng hợp.

Rượu béo mà chuỗi nguyên tử cacbon của nó là giữa khoảng 16 và 22 nguyên tử cacbon cũng có thể được thêm vào, ví dụ như myristyl alcohol, palmityl alcohol hoặc stearyl alcohol. Cũng có thể dùng các rượu béo polyoxyetylen hóa thu được từ ngưng tụ etylen oxit trong tỷ lệ từ 6 đến 20 mol etylen oxit cho một mol, các rượu béo mạch thẳng hoặc nhánh có chứa từ 10 đến 20 nguyên tử cacbon, ví dụ như coconut alcohol, tridecanol hoặc myristyl alcohol.

Trong số các chất béo, cũng có thể kể đến các sáp như sáp vi tinh thể, sáp trắng, sáp carnauba và parafin.

Các kiểu tá dược khác là các loại đường. Các ví dụ có thể kể đến bao gồm glucoza, sucroza, fructoza, galactoza, riboza, maltoza, sorbitol, manitol, xylitol, lactitol và maltitol. Các loại đường nghịch đảo như các si-rô glucoza (dưới dạng rắn) cũng thuận lợi để chọn làm tá dược, như các sucroglyxerit dẫn xuất từ các dầu béo như dầu dừa, dầu cọ, dầu cọ hydro hóa và dầu đậu nành hydro hóa. Các sucroeste của axit béo

như sucroza monopalmitat, sucroza monodistearat và sucroza distearat cũng thuận lợi để chọn làm tá dược.

Ví dụ về các tá dược khác có thể kể ra bao gồm các polysacarit, và có thể kể ra, ngoài những chất khác, các sản phẩm và các hỗn hợp sau của chúng:

- tinh bột có nguồn gốc đặc biệt là từ lúa mì, ngô, lúa mạch, gạo, sắn hoặc khoai tây, ở dạng tự nhiên, đã gelatin hóa sơ bộ hoặc đã biến đổi và đặc biệt hơn là tinh bột ngô tự nhiên giàu amyloza, tinh bột ngô đã gelatin hóa sơ bộ, tinh bột ngô biến đổi, tinh bột ngô sếp đã biến đổi, tinh bột ngô sếp đã gelatin hóa sơ bộ và tinh bột ngô sếp đã biến đổi, đặc biệt là tinh bột OSSA/natri octenylsuccinat,

- các sản phẩm thủy phân tinh bột,

- các dextrin và maltodextrin thu được từ thủy phân tinh bột (ví dụ như tinh bột lúa mì hoặc ngô) hoặc tinh bột củ (tinh bột khoai tây), và cả các β -cyclodextrin,

- xenluloza, các ete của nó, đặc biệt là metyl xenluloza, etyl xenluloza, metyletyl xenluloza hoặc hydroxypropyl xenluloza; hoặc các este của chúng, đặc biệt là carboxymetyl xenluloza hoặc carboxyetyl xenluloza, tùy chọn dưới dạng natri,

- các chất gôm, như gôm kappa-carrageenan hoặc iota-carrageenan, pectin, gôm guar, gôm đậu keo gai và gôm xanthan, các alginat, gôm arabic, gôm acacia và aga-aga.

Maltodextrin có mức thủy phân, được đo theo "đương lượng dextroza" hoặc DE, nhỏ hơn 20, ưu tiên là giữa 5 và 19 và ưu tiên hơn là giữa 6 và 15 được ưu tiên chọn.

Các tá dược khác có thể kể ra bao gồm các bột, đặc biệt là bột lúa mì (tự nhiên hoặc đã gelatin hóa sơ bộ) ; tinh bột củ, đặc biệt hơn tinh bột khoai tây, tinh bột dong giềng, tinh bột ngô, bột ngô, bột cọ sagu hoặc bột sắn.

Tá dược cũng có thể được dùng là gelatin (ưu tiên là có cường độ gel được đo khi dùng gel kể là 100, 175 và 250 Bloom). Có thể có nguồn gốc từ xử lý axit da và xương lợn hoặc từ xử lý kiềm da và xương bò.

Để điều chỉnh cường độ thơm của hỗn hợp hoặc làm tăng vị của nó, việc dùng etylmaltol và/hoặc propenylguetol có thể được nghĩ đến. Sáng chế không loại trừ việc thêm lượng khác nữa của vanilin hoặc etylvanilin.

Việc lựa chọn các tá được được thực hiện, như đã nêu trên, như chức năng của mục đích sử dụng.

Hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế thu được từ sự biến đổi của ít nhất hai chất rắn ban đầu nêu trên được dùng trong quy trình nêu trên thành một hợp chất xác định. Hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế là hợp phần thơm, tức là có tính chất cảm quan. Hợp phần thơm nêu trên không nhất thiết bao gồm các nhân hoặc nhóm thơm theo nghĩa hóa học, tự nó có đủ tính chất cảm quan của nó đối với hợp phần nêu trên để được sử dụng như một hương liệu, đặc biệt là hương liệu thực phẩm, và/hoặc như một loại nước hoa.

Hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế là hợp phần dạng bụi, tức là dưới dạng bột. Bột nêu trên thu được sau quy trình điều chế theo sáng chế bao gồm các mảnh nhỏ và/hoặc các hạt, các hạt này có kích thước thường là lớn hơn kích thước của các mảnh nhỏ. Kích thước của các mảnh nhỏ và/hoặc các hạt nêu trên nằm trong dải, ví dụ như, giữa 200 μm và 10 000 μm và ưu tiên là giữa 500 μm và 1000 μm . Để kích thước của các mảnh nhỏ và các hạt tương thích với mục đích sử dụng, gia công nghiền có thể nghĩ đến. Việc nghiền được thực hiện sao cho kích thước mảnh nhỏ thể hiện bởi đường kính trung bình (d_{50}) nằm trong dải từ 200 μm đến 1000 μm và ưu tiên là giữa 500 μm và 800 μm . Đường kính trung bình được định nghĩa là sao cho 50% theo khối lượng của các mảnh nhỏ có đường kính lớn hơn hoặc nhỏ hơn đường kính trung bình. Gia công nghiền có thể được thực hiện trong các thiết bị nghiền tiêu chuẩn như nghiền cánh gạt, nghiền trục xoay hoặc nghiền búa.

Hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế cũng đặc trưng bởi điểm nóng chảy của nó, ký hiệu là T_m , khác với mỗi điểm nóng chảy của mỗi chất rắn ban đầu nêu trên được dùng trong quy trình theo sáng chế và thấp hơn điểm nóng chảy thấp nhất của các chất rắn được dùng trong quy trình theo sáng chế.

Ưu tiên là, hợp phần nêu trên có điểm nóng chảy T_m lớn hơn hoặc bằng 30°C và ưu tiên là lớn hơn hoặc bằng 40°C.

Ưu tiên là, hợp phần nêu trên được điều chế theo quy trình theo sáng chế là hợp phần dạng tinh thể. Thuận lợi là đặc trưng bởi phổ nhiễu xạ tia X mà bản thân nó có các vạch đối với góc 2θ khác với các vạch thể hiện trong mỗi phổ nhiễu xạ tia X

của các chất rắn ban đầu mà từ đó hợp phần nêu trên được điều chế theo quy trình theo sáng chế.

Ưu tiên là, hợp phần nêu trên được điều chế theo quy trình theo sáng chế là hợp phần có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin. Trong văn bản này, thuật ngữ "hợp phần có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin" có nghĩa là hợp phần có chứa ít nhất 80% theo khối lượng hỗn hợp của hợp chất vanilin/etylvanilin có tỷ lệ mol vanilin/etylvanilin là 2 và của vanilin: vanilin thể hiện thấp hơn 20% theo khối lượng của hỗn hợp nêu trên.

Các đặc tính của hợp chất vanilin/etylvanilin nêu trên ngay từ đầu đã là mục đích của đơn sáng chế WO 2010/046 239.

Hợp chất nêu trên là dưới dạng bột trắng có điểm nóng chảy được đo bằng phân tích nhiệt vi phân là $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ khác với của vanilin và etylvanilin, tương ứng là $81^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ và $76^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Hợp chất này có phổ nhiễu xạ tia X riêng biệt và khác với vanilin và etylvanilin. Phổ của hợp chất vanilin và etylvanilin nêu trên đặc biệt là xuất hiện các vạch ở các góc $2\theta (^{\circ}) = 20,7 - 25,6 - 27,5 - 28,0$; Các vạch nêu trên không có ở phổ nhiễu xạ tia X của vanilin và của etylvanilin. Các đặc tính khác của hợp chất nêu trên nằm trong tính ổn định của nó: phổ nhiễu xạ tia X của nó không bị bất kỳ thay đổi đáng kể nào sau thời gian lưu trữ lâu. Sự thay đổi phổ của nó được giám sát như hàm số của thời gian lưu trữ ở nhiệt độ phòng: qua một thời gian lưu trữ dài (5 tháng), quan sát nghiêm ngặt cho thấy không có thay đổi trong phổ của hợp chất nêu trên. Đã quan sát thấy không thay đổi các vạch đặc trưng cho hợp chất vanilin/etylvanilin nêu trên với tỷ lệ mol vanilin/etylvanilin là 2. Đặc tính khác của hợp chất nêu trên là đó là hợp chất không hút ẩm hoặc hút ẩm rất ít, giống như vanilin và etylvanilin. Tính hút ẩm của hợp chất nêu trên được xác định bằng cách đo sự thay đổi về khối lượng của nó sau khi giữ trong 1 giờ ở 40°C trong không khí có độ ẩm tương đối 80%. Hợp chất nêu trên hấp phụ nước ít hơn 0,5% theo khối lượng, hàm lượng nước của nó ưu tiên là giữa 0,1% và 0,3% theo khối lượng. Hợp chất nêu trên giữ nguyên trạng thái rắn một cách hoàn hảo. Hơn nữa, hợp chất này có tính chất cảm quan tốt và có cường độ thơm cao, cao hơn rõ rệt so với vanilin.

Rất ưu tiên là, hợp phần thu được theo quy trình theo sáng chế chứa ít nhất 80% theo khối lượng và ưu tiên là ít nhất 90% theo khối lượng hỗn hợp của hợp chất

vanilin/etylvanilin và của vanilin. Hợp phần thu được có chứa ít hơn 20% theo khối lượng và ưu tiên là ít hơn 10% theo khối lượng các pha tinh thể khác của biểu đồ pha của vanilin/etylvanilin và tùy chọn của vanilin.

Hợp phần nêu trên được điều chế theo quy trình theo sáng chế và có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin có đặc tính dễ chảy dòng sao cho chỉ số vón cục sau 24 giờ giữ ở 40°C trong không khí có độ ẩm tương đối 80% dưới ứng suất tiêu chuẩn 2400 Pa nằm trong dải giữa 0,05 và 0,6.

Quy trình theo sáng chế thuận lợi là quy trình thay thế cho các quy trình đã biết và được dùng bởi người nộp đơn. Cụ thể là, việc thực hiện pha trộn các chất rắn ban đầu, ở dạng bột, trong các điều kiện đẳng nhiệt, tức là ở nhiệt độ không đổi, phù hợp với bước ii) nêu trên của quy trình theo sáng chế làm cho nó có thể cung cấp một quy trình đơn giản hóa trong đó việc gia nhiệt trước của ít nhất một trong hai chất rắn ban đầu nêu trên, ưu tiên là hai chất rắn ban đầu nêu trên, tránh được việc cài đặt chương trình trình nhiệt độ phức tạp trong máy trộn. Điều này dẫn đến rất nhiều lợi thế và đặc biệt là điều chỉnh nhiệt độ dễ dàng để giữ cho nhiệt độ của chất lỏng trao đổi nhiệt không đổi, không có bất kỳ nguy cơ nóng chảy nào của hỗn hợp trong khi tiến hành bước ii) nêu trên, và cải thiện năng suất do các chất rắn ban đầu được đưa vào tại nhiệt độ mong muốn ngay khi chúng được trộn lẫn. Hơn nữa, quy trình theo các sáng chế dẫn đến việc điều chế hợp phần mà thường trực tiếp có kích thước mảnh nhỏ mong muốn. Đặc biệt, khi thực hiện trong môi trường nitơ khô, quy trình theo các sáng chế dẫn đến việc điều chế hợp phần dưới dạng các mảnh nhỏ thường trực tiếp có kích thước mong muốn mà không cần phải nghiền.

Hơn nữa, hợp phần thơm được điều chế theo quy trình theo sáng chế, cụ thể là hợp phần có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin và etylvanilin, có tính chất chảy dòng được cải thiện và không vón cục trong lưu trữ.

Hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế có thể được dùng trong nhiều lĩnh vực áp dụng. Nó rất thuận lợi để dùng làm hương liệu trong lĩnh vực dinh dưỡng cho người và động vật, trong dược phẩm, và làm hương thơm trong các ngành chế tạo mỹ phẩm, nước hoa và chất tẩy rửa.

Lĩnh vực áp dụng được ưu tiên của hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế là lĩnh vực sản xuất bánh quy và bánh ngọt, và đặc biệt hơn là:

- bánh quy khô: bánh quy ngọt loại tiêu chuẩn, bánh quy giàu trà, bánh ngọt phẳng, bánh quy ăn nhẹ, bánh quy bơ giòn,

- bánh ngọt công nghiệp: bánh quy sâm-panh, bánh quy lưỡi mèo, bánh quy gai xốp, bánh xốp, bánh xốp bông lan bơ, bánh madelen, bánh pao, bánh ngọt, bánh ngọt hạnh nhân, bánh ga-tô.

Các yếu tố cơ bản có trong hỗn hợp dành cho các ngành công nghiệp nêu trên là protein (gluten) và tinh bột, thường được cung cấp bởi bột mì. Để chuẩn bị các loại bánh quy, bánh ngọt khác nhau, các thành phần như đường, muối, trứng, sữa, chất béo, các men hóa học tùy chọn (natri bicacbonat hoặc các men nhân tạo khác) hoặc các men sinh học và bột ngũ cốc khác nhau, v.v., được thêm vào bột.

Sự kết hợp của các hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế được thực hiện trong quá trình sản xuất, như một chức năng của sản phẩm mong muốn, và được thực hiện theo các tiêu chuẩn kỹ thuật của lĩnh vực đang được xem xét (xem, đặc biệt là J.L. Kiger and J.C. Kiger - *Techniques Modernes de la Biscuiterie, Pâtisserie-Boulangerie industrielles et artisanales*, Dunod, Paris, 1968, Volume 2, pp. 231 et seq.). Ưu tiên là, hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế được đưa vào chất béo kết hợp vào chuẩn bị bột nhào. Như một hướng dẫn, được chỉ ra rằng hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế được đưa vào với lượng từ 0,005 đến 0,2 g mỗi kg bột nhào. Hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế là hoàn toàn phù hợp để sử dụng trong lĩnh vực bánh kẹo sôcôla, không phân biệt hình thức thực hiện: thanh sôcôla, bao sôcôla, nhồi sôcôla. Nó có thể được đưa vào khi hoàn thiện sôcôla, tức là pha trộn bột nhào ca cao với các thành phần khác nhau, đặc biệt là các hương liệu, hoặc sau khi hoàn thiện sôcôla, bằng cách sử dụng nó trong bơ ca cao. Trong lĩnh vực ứng dụng này, hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế được sử dụng tùy theo loại sôcôla, trong tỷ lệ từ 0,0005 g đến 0,1 g cho mỗi 1 kg thành phẩm: hàm lượng cao nhất được tìm thấy trong sôcôla để bao.

Sử dụng khác của hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế là sản xuất bánh kẹo ngọt của bất kỳ loại nào: kẹo bọc đường, caramen, kẹo nuga, nước ngọt đun sôi, kẹo mềm và các loại tương tự.

Lượng hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế được đưa vào các sản phẩm có chứa nó phụ thuộc vào hương vị mong muốn được cảm nhận nhiều hoặc

ít. Do đó, liều sử dụng có thể dao động giữa 0,001% và 0,2% theo khối lượng của sản phẩm, trong đó hợp phần nêu trên có mặt. Các hàm lượng của hợp phần nêu trên được sử dụng nói chung là thấp, vào cỡ 0,02 g trong mỗi 1 kg thành phẩm.

Hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế là thích hợp cho sử dụng trong ngành công nghiệp sữa và đặc biệt hơn trong các loại sữa, món ăn phụ, sữa chua, kem và crem có hương vị và gel hóa.

Hương liệu được thực hiện bằng cách thêm đơn giản hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế, vào một trong các giai đoạn trộn cần thiết trong quy trình sản xuất các sản phẩm có chứa hợp phần nêu trên.

Trong trường hợp mà các hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế là hợp phần có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin/etylvanilin, ứng dụng khác của các hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế trong lĩnh vực thực phẩm là việc điều chế đường mang hương vị vani, tức là tẩm đường bằng hợp phần nêu trên, với hàm lượng khoảng 7 g cho 1 kg thành phẩm.

Hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế cũng có thể được đưa vào các đồ uống khác nhau, và có thể kể đến, ngoài những điều khác, các đồ uống hương lựu và sôcôla. Đặc biệt là, nó có thể được sử dụng trong các chế phẩm đồ uống dùng ngay được phân phối bởi máy phân phối đồ uống tự động, các đồ uống bột có hương vị hoặc bột sôcôla, hoặc tùy chọn trong các chế phẩm dùng ngay dạng bột để làm các món tráng miệng các loại, bánh flan, bánh bột nhào hoặc bánh kẹp, sau khi pha loãng với nước hoặc sữa.

Trong thực tế thường sử dụng vanillin biến tính bơ. Để làm việc này, hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế, khi hợp phần nêu trên là hợp phần có chứa chủ yếu là hợp chất dựa trên vanilin/etylvanilin, có thể được dùng theo tỷ lệ 6 g cho mỗi tấn bơ.

Lĩnh vực ứng dụng khác của hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế là dinh dưỡng động vật, đặc biệt là cho việc chuẩn bị thức ăn cho bê và đồ ăn cho lợn. Hàm lượng khuyến cáo là khoảng 0,2 g cho mỗi kg thức ăn được pha thêm hương vị.

Hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế có thể tìm thấy các ứng dụng khác, chẳng hạn như chất che mùi cho ngành công nghiệp dược phẩm (che mùi thuốc chữa bệnh) hoặc cho các sản phẩm công nghiệp khác (chẳng hạn như gôm, chất dẻo, cao su, v.v.).

Điều này hoàn toàn phù hợp trong các lĩnh vực hoàn toàn khác nhau như các ngành công nghiệp sản xuất mỹ phẩm và nước hoa hoặc chất tẩy rửa.

Nó có thể được sử dụng trong các mỹ phẩm như các loại kem, sữa, phấn đánh mặt và các sản phẩm khác và kể cả, như các thành phần thơm, trong các hợp phần thơm và các chất và các sản phẩm tạo hương thơm. Thuật ngữ "hợp phần thơm" biểu thị hỗn hợp của các thành phần khác nhau như dung môi, các chất hỗ trợ dạng rắn, lỏng, các chất ổn định, các hợp chất có mùi khác nhau, v.v., được kết hợp vào đó các hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế, được sử dụng để tạo cho các loại thành phần khác nhau có hương thơm mong muốn. Các thành phần chính của nước hoa cấu thành các ví dụ được ưu tiên của các hợp phần thơm mà trong đó các hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế thuận lợi là có thể được sử dụng trong hàm lượng từ 0,1% đến 2,5% theo khối lượng. Các thành phần chính này của nước hoa có thể đáp ứng cho việc pha chế rất nhiều sản phẩm có hương thơm, ví dụ Eaux de toilette, nước hoa, kem cạo râu, các sản phẩm trang điểm và vệ sinh như sữa tắm bồn hoặc vòi sen, các sản phẩm khử mùi hoặc chống mồ hôi, cho dù ở dạng thanh hoặc kem, phấn hoặc bột có bản chất bất kỳ, các sản phẩm cho tóc như dầu gội đầu và các sản phẩm chăm sóc tóc loại bất kỳ. Ví dụ khác của việc sử dụng hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế là lĩnh vực sản xuất xà phòng. Nó có thể được sử dụng trong hàm lượng từ 0,3% đến 0,75% tổng khối lượng được làm thơm. Nói chung, nó được kết hợp trong ứng dụng này với benjoin resinoit và natri hyposulfit (2%).

Hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế có thể tìm thấy nhiều ứng dụng khác, đặc biệt là trong chất khử mùi không khí xung quanh hoặc sản phẩm bảo trì bất kỳ.

Các đặc tính hóa lý của các hợp phần được điều chế theo quy trình của sáng chế được xác định theo các phương pháp sau đây:

1. Điểm nóng chảy hoặc nhiệt độ nóng chảy

Điểm nóng chảy hoặc nhiệt độ nóng chảy của hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế được đo bằng phân tích nhiệt vi phân.

Phép đo này được thực hiện khi dùng máy phân tích vi phân Mettler DSC822e trong các điều kiện sau:

- chuẩn bị mẫu ở nhiệt độ phòng: cân và đặt vào hộp đựng mẫu,
- hộp đựng mẫu: vỏ nhôm gấp nếp,
- kích thước mẫu: 5 đến 10 mg (đặc biệt là 8,4 mg trong các ví dụ dưới đây),
- tốc độ tăng nhiệt độ : 2-10°C/phút,
- dải khảo sát: 10 – 90°C.

Mẫu hợp phần đặt trong vỏ được cân, và được gấp nếp rồi sau đó đặt vào máy.

Chương trình nhiệt độ được bắt đầu và biên dạng nóng chảy thu được trên ảnh ghi nhiệt.

Điểm nóng chảy được xác định từ ảnh ghi nhiệt tạo được dưới các điều kiện vận hành định trước.

Nhiệt độ bắt đầu được ghi: nhiệt độ ứng với độ dốc cực đại của đỉnh nóng chảy.

2. Phổ nhiễu xạ tia X

Phổ nhiễu xạ tia X của hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế được xác định khi dùng máy PANalytical X'Pert Pro MPD trang bị đầu dò X' Celerator, trong các điều kiện sau:

- Vị trí đầu [°2Th.] : 1,5124
- Vị trí cuối [°2Th.] : 49,9794
- Độ lớn bước [°2Th.] : 0,0170
- Thời gian bước quét [giây]: 41,0051
- Vật liệu Anot : Cu
- K-Alpha1 [Å]: 1,54060

- Thiết lập máy phát: 30 mA, 40 kV

3. Đặc tính dễ chảy dòng và chỉ số vón cục. Đặc tính này được khảo sát đặc biệt trong trường hợp hợp phần dựa trên hỗn hợp vanilin/etylvanilin.

Hợp phần được điều chế theo quy trình theo sáng chế có đặc tính vón cục ít hơn trong lưu trữ, điều này được chứng minh bằng cách xác định chỉ số dễ chảy dòng của bột.

Tính dễ chảy dòng của bột là khái niệm kỹ thuật đã biết rõ đối với người có kỹ năng trong kỹ thuật. Để biết chi tiết hơn, có thể tham khảo, đặc biệt là đến xuất bản phẩm "Standard shear testing technique for particulate solids using the Jenike shear cell", xuất bản bởi "The Institution of Chemical Engineers", 1989 (ISBN: 0 85295 232 5).

Đo chỉ số dễ chảy dòng được thực hiện theo cách sau.

Tính dễ chảy dòng của bột được đo bằng cách dịch chuyển mẫu trong một ngăn hình khuyên (bán bởi D. Schulze, Germany).

Dịch chuyển ban đầu của bột được thực hiện dưới ứng suất tiêu chuẩn là 5200 Pa.

Các điểm dịch chuyển cần thiết cho đồ thị quỹ tích đối với dòng chảy của mẫu thu được trong 4 ứng suất tiêu chuẩn thấp hơn ứng suất dịch chuyển ban đầu, điển hình là 480 Pa, 850 Pa, 2050 Pa và 3020 Pa.

Từ các đường tròn Mohr trong biểu đồ "ứng suất dịch chuyển là hàm số của ứng suất tiêu chuẩn", hai ứng suất đặc trưng cho mẫu được xác định trên quỹ tích dòng chảy:

- ứng suất tiêu chuẩn theo hướng chính; được cho bởi đầu cuối của đường tròn Mohr lớn đi qua điểm dịch chuyển ban đầu,

- lực dính kết; được cho bởi đầu cuối của đường tròn Mohr nhỏ, là tiếp tuyến với quỹ tích dòng chảy và đi qua gốc.

Tỷ lệ giữa ứng suất tiêu chuẩn theo hướng chính và lực dính kết là một số không thứ nguyên được gọi là "i, chỉ số dễ chảy dòng".

Các phép đo này được thực hiện ngay sau khi đổ đầy ngăn hình khuyên, và do đó thu được ngay chỉ số dễ chảy dòng.

Loại các phép đo khác được thực hiện với ngăn được lưu giữ trong 24 giờ ở 40°C và độ ẩm tương đối 80% dưới ứng suất tiêu chuẩn 2400 Pa.

Nhờ đó thu được chỉ số vón cục.

Các ví dụ minh họa sáng chế được cho dưới đây, không mang tính giới hạn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1:

2100 g vanilin (VA) bột và 900 g etylvanilin (EVA) bột được gia nhiệt ở 60°C qua đêm trong lò. Tỷ lệ khối lượng VA/EVA là 70/30. Độ ẩm của các bột này là 0,1% theo khối lượng.

Máy trộn lưỡi cày được trang bị thùng 15 lit gia nhiệt qua vỏ được gia nhiệt trước đến 51°C. Vỏ được nạp đầy nước duy trì nhiệt độ ổn định ở 52°C.

Tuần hoàn nitơ ướt được thiết lập trong máy trộn ở tốc độ luồng khí là 200 l/giờ. Độ ẩm của luồng nitơ được bảo đảm bằng cách sục nó qua nước được duy trì ở 40°C nhằm thu được 25 g nước cho mỗi kg nitơ. Đường ống nạp giữa bể nước và máy trộn được duy trì ở 45°C nhằm tránh mọi sự ngưng tụ trong các đường ống.

Sau khi gia nhiệt trước máy trộn đến 51°C, vanilin đã gia nhiệt trước được đưa vào máy trộn nêu trên và sau đó etylvanilin đã gia nhiệt được đưa vào đó. Trục khuấy máy trộn được bật ở tốc độ 100 vòng/phút, tức là tốc độ ở cuối cánh gạt là 1,25 m/giây trong 5 phút. Sau đó giảm khuấy đến tốc độ 40 vòng/phút (tức là tốc độ 0,5 m/giây ở cuối cánh gạt) và được duy trì trong 1 giờ. Gia nhiệt nước nạp trong vỏ sau đó được ngừng lại và, bằng cách để nguội tự nhiên, nhiệt độ của sản phẩm được đưa đến 35°C. Khuấy máy trộn và tuần hoàn nitơ được dừng lại và máy trộn được trút ra. Sau đó sản phẩm được thu hồi.

Sản phẩm được sàng qua lỗ sàng 1 mm; lượng lọt qua sàng (các mảnh nhỏ có kích thước nhỏ hơn 1 mm) chiếm 56% theo khối lượng của tổng khối lượng. Hạt trên cỡ 1 mm (các hạt có kích thước lớn hơn 1 mm) được nghiền khi dùng máy nghiền Quadro Comill có trang bị lưới sàng 1 mm. Sau đó kết hợp hai phần lại và hỗn hợp được trộn đều để cho hợp phần dạng bụi có tính chất cảm quan.

Điểm nóng chảy của hợp phần thu được được xác định bằng phân tích nhiệt vi phân như được mô tả ở trên. Ảnh ghi nhiệt thu được có đỉnh chính ứng với hợp chất vanilin/etylvanilin. Điểm nóng chảy (Tonset), ứng với độ dốc cực đại của đỉnh, là 59,5°C.

Phổ nhiễu xạ tia X của hợp phần có các vạch đặc trưng ở các góc $2\theta = 20,7 - 25,6 - 27,5 - 28,0$ như được minh họa trong Fig. 1 và khác với phổ của vanilin và của etylvanilin.

Chỉ số dễ chảy dòng và chỉ số vón cục, được đo như được mô tả ở trên khi dùng ngăn hình khuyên, tương ứng là 9,6 và 0,14.

Ví dụ 2:

2000 g hợp phần, thu được trong ví dụ 1, sau khi sàng được trộn với 3000 g Glucidex[®] IT12 (maltodextrin) được bán bởi Roquette. Việc trộn được thực hiện ở nhiệt độ phòng trong máy trộn lưỡi cày trong thời gian 5 phút. Chỉ số dễ chảy dòng và chỉ số vón cục, được đo như được mô tả ở trên khi dùng ngăn hình khuyên, tương ứng là 15 và 0,56. Phổ nhiễu xạ tia X của hợp phần bởi vậy thu được là hỗn hợp với tá được dựa trên maltodextrin có các vạch đặc trưng ở các góc $2\theta = 20,7 - 25,6 - 27,5 - 28,0$.

Ví dụ 3:

1400 g vanilin (VA) bột và 600 g etylvanilin (EVA) bột được gia nhiệt ở 60°C qua đêm trong lò. Tỷ lệ khối lượng VA/EVA là 70/30. Độ ẩm của các bột này là 0,1% theo khối lượng.

Máy trộn lưỡi cày được trang bị thùng 15 lit gia nhiệt qua vỏ được gia nhiệt trước đến 52°C. Vỏ được nạp đầy nước duy trì nhiệt độ ổn định ở 52°C. Máy trộn được đặt trong môi trường tro cung cấp bằng cách phun nitơ khô (40 l/giờ). Sau khi gia nhiệt trước máy trộn đến 52°C, vanilin đã gia nhiệt trước được đưa vào máy trộn nêu trên và sau đó etylvanilin đã gia nhiệt trước được đưa vào đó. Trục khuấy máy trộn được bật ở tốc độ 100 vòng/phút, tức là tốc độ ở cuối cánh gạt là 1,25 m/giây trong 5 phút. Sau đó giảm khuấy đến tốc độ 40 vòng/phút và được duy trì trong 1 giờ.

3 kg Glucidex[®] IT12 được bán bởi Roquette (maltodextrin) sau đó được thêm, ở nhiệt độ phòng, vào máy trộn có chứa hỗn hợp VA-EVA trong đó, tiến hành biến đổi

ở 52°C, để thu được hợp phần mong muốn. Nhiệt độ vỏ được duy trì ở $T = 52^{\circ}\text{C}$ và hỗn hợp được khuấy trộn ở 100 vòng/phút trong 5 phút. Sau đó ngừng gia nhiệt nước nạp trong vỏ, và ngừng khuấy máy trộn và tuần hoàn nitơ. Máy trộn được trút ra và sản phẩm sau đó được thu hồi và làm nguội tự nhiên trong không khí.

Kích thước mảnh nhỏ của sản phẩm được kiểm tra bằng sàng: Kích thước các mảnh nhỏ (tương đương với đường kính) tạo thành sản phẩm theo đó thu được là nhỏ hơn 1 mm. Không cần nghiền. Điểm nóng chảy của sản phẩm thu được được xác định bằng phân tích nhiệt vi phân như được mô tả ở trên. Ảnh ghi nhiệt thu được có đỉnh chính ứng với hợp chất vanilin/etylvanilin. Điểm nóng chảy (Tonset), ứng với độ dốc cực đại của đỉnh, là 58,5°C.

Phổ nhiễu xạ tia X của các mảnh nhỏ có các vạch đặc trưng ở các góc $2\theta = 20,7 - 25,6 - 27,5 - 28,0$. Chỉ số dễ chảy dòng và chỉ số vón cục, được đo như được mô tả ở trên khi dùng ngăn hình khuyên, tương ứng là 13 và 0,58.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình điều chế hợp phần thơm dạng bụi có điểm nóng chảy T_m , bao gồm:

i) đưa vào máy trộn, mà buồng của nó đã được gia nhiệt trước đến nhiệt độ T thấp hơn T_m , ít nhất hai chất rắn ban đầu dạng bụi có tính chất cảm quan, các chất rắn nêu trên được đưa tách biệt vào máy trộn nêu trên,

ii) trộn trong máy trộn nêu trên, khi không có mặt của bất kỳ pha lỏng ngoài nào, các chất rắn nêu trên ở nhiệt độ T thấp hơn nhiệt độ T_m , ít nhất một trong các chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên được đưa vào máy trộn nêu trên ở nhiệt độ T_i sao cho việc trộn được tiến hành trong các điều kiện đẳng nhiệt ở nhiệt độ được đặt ở nhiệt độ T nêu trên, và

iii) thu hồi hợp phần thơm dạng bụi nêu trên.

2. Quy trình điều chế theo điểm 1, trong đó chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên có điểm nóng chảy lớn hơn hoặc bằng 40°C .

3. Quy trình điều chế theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó các chất rắn nêu trên được chọn từ các aldehyt thơm, các keton thơm, các axit thơm, các este thơm, các ete thơm, các phenol, các dị vòng chứa oxy, các dị vòng chứa nitơ, các dị vòng chứa lưu huỳnh và nitơ, các hợp chất chứa lưu huỳnh, các terpen và xạ hương.

4. Quy trình điều chế theo một trong các điểm 1 đến 3, trong đó mỗi chất rắn ban đầu nêu trên là được chọn từ cùng họ hóa chất được chọn từ các họ bao gồm các aldehyt thơm, các keton thơm, các axit thơm, các este thơm, các ete thơm, các phenol, các dị vòng chứa oxy, các dị vòng chứa nitơ, các dị vòng chứa lưu huỳnh và nitơ, các hợp chất chứa lưu huỳnh, các terpen và xạ hương.

5. Quy trình điều chế theo điểm 4, trong đó mỗi chất rắn nêu trên nằm trong họ các aldehyt thơm.

6. Quy trình điều chế theo điểm 5, trong đó một trong các chất rắn ban đầu là vanilin và chất rắn ban đầu khác là etylvanilin.

7. Quy trình điều chế theo một trong các điểm 1 đến 3, trong đó mỗi chất rắn ban đầu nêu trên nằm trong một họ hóa chất khác được chọn từ các họ bao gồm các aldehyt thơm, các keton thơm, các axit thơm, các este thơm, các ete thơm, các phenol, các dị

vòng chứa oxy, các dị vòng chứa nitơ, các dị vòng chứa lưu huỳnh và nitơ, các hợp chất chứa lưu huỳnh, các terpen và xạ hương.

8. Quy trình điều chế theo điểm 7, trong đó ít nhất một trong các chất rắn ban đầu nằm trong họ các aldehyt thơm, các ete thơm hoặc các dị vòng chứa oxy.

9. Quy trình điều chế theo điểm 7 hoặc điểm 8, trong đó một trong các chất rắn ban đầu nằm trong họ các aldehyt thơm và chất rắn ban đầu khác nằm trong họ các ete thơm.

10. Quy trình điều chế theo điểm 7 hoặc điểm 8, trong đó một trong các chất rắn ban đầu là được chọn từ các ete thơm và chất rắn ban đầu khác được chọn từ các dị vòng chứa oxy.

11. Quy trình điều chế theo điểm 6, trong đó buồng máy trộn nêu trên được gia nhiệt đến nhiệt độ T nằm trong khoảng từ 48 đến 53°C.

12. Quy trình điều chế theo một trong các điểm 1 đến 11, trong đó hai chất rắn ban đầu dạng bụi nêu trên được đưa vào ở nhiệt độ T_i , nhiệt độ T_i nêu trên được chọn sao cho $T - 20^\circ\text{C} \leq T_i \leq T + 20^\circ\text{C}$.

13. Quy trình điều chế theo điểm 6, điểm 11 hoặc điểm 12, trong đó vanilin và etylvanilin được gia nhiệt trước đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 65°C.

14. Quy trình điều chế theo một trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó các bước i) và ii) nêu trên được thực hiện trong môi trường nitơ ướt hoặc nitơ khô.

15. Quy trình điều chế theo một trong số các điểm từ 1 đến 14, trong đó quy trình này bao gồm việc đưa vào ít nhất một tá dược trong khi tiến hành bước ii) nêu trên và/hoặc việc trộn ít nhất một tá dược với hợp phần nêu trên được thu hồi sau bước iii) nêu trên.

16. Quy trình điều chế theo điểm 15, sao cho tổng lượng (các) tá dược nêu trên được đưa ở nhiệt độ phòng vào máy trộn nêu trên được gia nhiệt đến nhiệt độ T nêu trên.

17. Quy trình điều chế theo điểm 15 hoặc điểm 16, sao cho tá dược nêu trên là được chọn từ các chất béo, các rượu béo, các loại đường, các polysacarit, silic oxit, vanilin và etylvanilin.

18. Quy trình điều chế theo một trong số các điểm từ 1 đến 17, trong đó hợp phần thơm nêu trên có điểm nóng chảy T_m lớn hơn hoặc bằng 30°C.