



(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)



1-0034570

(51)⁸ C08F 220/12; C08F 220/58; A61K 8/81; (13) B
A61Q 1/00

- (21) 1-2017-02691 (22) 27/10/2015
(86) PCT/JP2015/080236 27/10/2015 (87) WO2016/098456 23/06/2016
(30) 2014-257488 19/12/2014 JP
(45) 25/01/2023 418 (43) 25/10/2017 355A
(73) 1. SHISEIDO COMPANY, LTD. (JP)
5-5, Ginza 7-chome, Chuo-ku, Tokyo 1040061, Japan
2. GOO CHEMICAL CO., LTD. (JP)
58, Ijiri, Iseda-cho, Uji City, Kyoto 6110043, Japan
(72) UYAMA, Makoto (JP); MIYAZAWA, Kazuyuki (JP); WATANABE, Takumi (JP);
ABE, Mineo (JP); MATSUMURA, Masato (JP).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) COPOLYME, CHẤT TẠO GEL DẦU CHỨA COPOLYME, CHẾ PHẨM GEL DẦU CHỨA CHẤT TẠO GEL DẦU VÀ MỸ PHẨM CÓ LIÊN QUAN

(57) Sáng chế đề cập đến copolyme được sử dụng làm chất tạo gel dầu, với copolyme này, có thể điều chế được chế phẩm gel dầu ổn định.

Copolyme theo sáng chế được đặc trưng bằng việc chứa monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1) dưới đây và monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) dưới đây và/hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3) dưới đây.

Công thức chung (1):



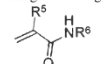
(1)

Công thức chung (2):



(2)

Công thức chung (3):



(3)

trong đó, R¹, R², R³, R⁴, R⁵ và R⁶ là như được xác định trong bản mô tả.

Sáng chế còn đề cập đến chất tạo gel dầu chứa copolyme, chế phẩm gel dầu chứa chất tạo gel dầu và mỹ phẩm có liên quan.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến copolyme, và cụ thể là, đề cập đến copolyme để tạo ra chế phẩm gel dầu ổn định, trong đó copolyme này đóng vai trò là chất tạo gel dầu.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thông thường, các chế phẩm gel dầu được sử dụng trong nhiều lĩnh vực, chẳng hạn như trong lĩnh vực mỹ phẩm và lĩnh vực thực phẩm, trong đó chất tạo gel dầu thường được sử dụng để tạo ra chế phẩm gel dầu như vậy mà chứa các dầu.

Ví dụ, các chất béo và các dầu chứa ít nhất 70% khối lượng triglycerit thu được từ hỗn hợp axit palmitic và axit behenic, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa mỗi axit là 30:70 đến 70:30, và trị số iot của nó là 10 hoặc nhỏ hơn, được sử dụng làm chất tạo gel dầu (Tài liệu patent 1).

Tuy nhiên, độ ổn định của chế phẩm gel dầu này và đặc biệt là độ ổn định nhiệt độ của các chế phẩm gel dầu nêu trên vẫn cần được cải thiện thêm nữa.

Tài liệu patent: Tài liệu patent 1: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản chưa được thẩm định số 2008-133358.

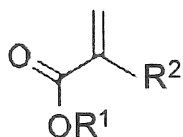
Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế được tạo ra xét trên lĩnh vực kỹ thuật thông thường đã được mô tả trên đây, và vấn đề cần được giải quyết là độ ổn định của chế phẩm gel dầu, và liệu copolyme mới có thể cải thiện các đặc tính ổn định này đơn giản chỉ bằng cách điều chỉnh tỷ phần của các monome tương ứng (để tạo thành copolyme).

Tác giả sáng chế và các cộng sự khi nghiên cứu kỹ lưỡng để giải quyết các vấn đề về độ ổn định nêu trên đã phát hiện ra rằng copolyme, chứa cả monome kỵ nước đặc trưng và monome ưa nước đặc trưng, đã đạt được, từ đó tạo ra chế phẩm gel dầu cực kỳ ổn định; và hoàn thành sáng chế một cách thành công.

Cụ thể là, copolyme theo sáng chế chứa monome kỵ nước có công thức hóa học chung (1) dưới đây và monome ưa nước có công thức chung (2) dưới đây hoặc công thức chung (3) dưới đây.

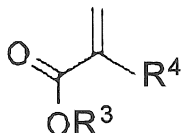
Công thức chung (1):



(1)

Trong công thức (1), R^1 là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, có 16 đến 22 nguyên tử cacbon. R^2 là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl.

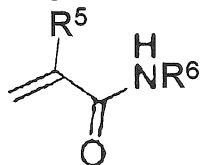
Công thức chung (2):



(2)

Trong công thức (2), R^3 được chọn từ nhóm bao gồm nguyên tử hydro, nhóm glyxeryl, nhóm hydroxyalkyl có chuỗi cacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và nhóm polypropylen glycol ($-(C_3H_6O)_nH$, trong đó n là số nguyên bằng từ 2 đến 10). R^4 là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl.

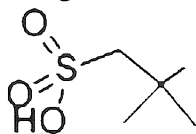
Công thức chung (3):



(3)

Trong công thức (3), R^5 là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl. R^6 là nhóm alkyl mạch thẳng, nhóm alkyl mạch nhánh; nhóm hydroxyalkyl, trong đó mỗi nhóm này có 1 đến 4 nguyên tử cacbon; hoặc là phần tử thế có công thức chung (4) dưới đây.

Công thức chung (4):



(4)

Liên quan đến copolyme nêu trên, tốt hơn là monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (1) là monome được chọn từ nhóm bao gồm xetyl (met)acrylat, stearyl (met)acrylat, và behenyl (met)acrylat.

Liên quan đến copolyme nêu trên, tốt hơn là monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (3) là monome được chọn từ nhóm bao gồm N-(2-hydroxyethyl)acrylamit, N-isopropylacrylamit, và axit 2-acrylamido-2-metylpropansulfonic.

Liên quan đến copolyme nêu trên, tốt hơn là monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) là monome được chọn từ nhóm bao gồm 2-hydroxyetyl acrylat,

glyxeryl metacrylat, 2-hydroxyetyl metacrylat, PPG-6 acrylat, 2-hydroxypropyl metacrylat, 2-hydroxy-2-metylpropyl metacrylat, và axit acrylic.

Liên quan đến copolyme nêu trên, tốt hơn là tổng số monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1) và một monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3) ít nhất là bằng 90% tổng số monome.

Liên quan đến copolyme nêu trên, tốt hơn là tỷ lệ mol giữa monome kỵ nước và monome ưa nước là từ 3:7 đến 8:2 (tỷ lệ mol).

Liên quan đến copolyme nêu trên, tốt hơn là monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3) là monome được chọn từ nhóm bao gồm N-(2-hydroxyetyl)acrylamit, 2-hydroxyetyl acrylat, và glyxeryl metacrylat.

Copolyme theo sáng chế được tạo ra từ monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1) nêu trên và ít nhất một monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3) nêu trên.

Chất tạo gel dầu theo sáng chế là copolyme nêu trên.

Chế phẩm gel dầu theo sáng chế được tạo thành từ chất tạo gel dầu nêu trên.

Mỹ phẩm dạng dầu theo sáng chế chứa chế phẩm gel dầu nêu trên.

Mỹ phẩm nước trong dầu dạng dầu theo sáng chế chứa chế phẩm gel dầu nêu trên.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, copolyme mới được đề xuất. Ngoài ra, chất tạo gel dầu để tạo ra chế phẩm gel dầu ổn định thu được đơn giản chỉ bằng cách điều chỉnh tỷ phần giữa monome kỵ nước và monome ưa nước của chất tạo gel dầu này.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là biểu đồ thể hiện số liệu của phép đo lưu biến (trong đó dầu là xetyl 2-ethylhexanoat).

Fig.2 là biểu đồ thể hiện số liệu của phép đo lưu biến (trong đó dầu là polydexen được hydro hóa).

Fig.3 là biểu đồ thể hiện số liệu của phép đo lưu biến (ở các nhiệt độ khác nhau) (trong đó dầu là xetyl 2-ethylhexanoat).

Fig.4 là biểu đồ thể hiện số liệu của phép đo lưu biến (thay đổi ở các nhiệt độ khác

nhau) (trong đó đầu là polydexen được hydro hóa).

Mô tả chi tiết sáng chế

Copolymer theo sáng chế được tạo ra từ monome kỵ nước đặc trưng và monome ưa nước đặc trưng. Dưới đây, các monome tương ứng mà tạo ra copolymer sẽ được trình bày một cách chi tiết.

Monome kỵ nước là ít nhất một monome được biểu thị bằng công thức chung (1) dưới đây.

Công thức chung (1):



Trong công thức (1), R^1 là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, mỗi nhóm có 16 đến 22 nguyên tử cacbon.

Ví dụ về nhóm alkyl mạch thẳng, có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, gồm nhóm xetyl, nhóm stearyl, nhóm oleyl, và nhóm behenyl; và ví dụ về nhóm alkyl mạch nhánh, có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, gồm nhóm isostearyl.

Trong công thức (1), R^2 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl.

Monome kỵ nước này là alkyl este của axit (met)acrylic (C16 đến C22), cụ thể là este thu được từ axit acrylic hoặc axit metacrylic và rượu có nhóm hydrocarbon có 16 đến 22 nguyên tử cacbon.

Cụ thể là, ví dụ về các este này gồm xetyl acrylat, xetyl metacrylat, stearyl acrylat, stearyl metacrylat, isostearyl acrylat, isostearyl metacrylat, oleyl acrylat, oleyl metacrylat, behenyl acrylat, và behenyl metacrylat.

Monome ưa nước được sử dụng là ít nhất một monome được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3) dưới đây.

Công thức chung (2):



Trong công thức (2), R^3 là nguyên tử hydro, nhóm glyxeryl, nhóm hydroxyalkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm polypropylen glycol ($-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_n\text{H}$).

Ví dụ về các nhóm hydroxylalkyl gồm nhóm 2-hydroxyetyl, nhóm 2-hydroxypropyl, nhóm 2-hydroxyetyl-2-hydroxypropyl, nhóm 2-hydroxybutyl, nhóm 3-hydroxybutyl, và nhóm 4-hydroxybutyl.

Hơn nữa, “n”, biểu thị số mol cộng hợp của polypropylen glycol, là số nguyên bằng từ 2 đến 10.

Trong công thức (2), R^4 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl.

Đối với monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (3) dưới đây, tốt hơn là monome này được chọn đặc biệt từ nhóm bao gồm 2-hydroxyetyl acrylat (HEA), glyxeryl metacrylat (GLM), 2-hydroxyetyl metacrylat (HEMA), PPG-6 acrylat (AP-400), 2-hydroxypropyl metacrylat (HPMA), 2-hydroxy-2-metylpropyl metacrylat (HBMA), và axit acrylic (Aa).

Công thức chung (3):



Trong công thức (3), R^5 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl.

R^6 là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh hoặc nhóm hydroxyalkyl, mỗi nhóm này có 1 đến 4 nguyên tử cacbon; hoặc phần tử thế được biểu thị bằng công thức cấu tạo (4) dưới đây.

Công thức cấu tạo (4):



Ví dụ về các nhóm alkyl trong R^6 gồm nhóm etyl, nhóm propyl, nhóm isopropyl, và nhóm butyl.

Ví dụ về các nhóm hydroxylalkyl gồm nhóm 2-hydroxyetyl, nhóm 2-hydroxypropyl, nhóm 2-hydroxyetyl-2-hydroxypropyl, nhóm 2-hydroxybutyl, nhóm 3-hydroxybutyl, và nhóm 4-hydroxybutyl.

Monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (3) tốt hơn là monome được chọn đặc biệt từ nhóm bao gồm N-(2-hydroxyetyl)acrylamit (HEAA), N-isopropylacrylamit (NIPAM), và axit 2-acrylamido-2-metylpropansulfonic (AMPS).

Copolymer theo sáng chế là copolymer loại ngẫu nhiên hoặc copolymer khối; và copolymer loại ngẫu nhiên là được ưu tiên hơn vì copolymer ngẫu nhiên tổng hợp được dễ dàng hơn copolymer khối.

Copolymer theo sáng chế có thể được sản xuất bằng phương pháp dưới đây.

Cụ thể là, hỗn hợp của monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1), monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3), và etanol được cấp vào bình bốn cổ được trang bị bộ ngưng tụ hồi lưu, nhiệt kế, ống cấp khí nitơ, và máy khuấy (dụng cụ khuấy trộn), và được gia nhiệt trong khí quyển nitơ. Chất khơi mào phản ứng trùng hợp được bổ sung khi sự hồi lưu bắt đầu, và hỗn hợp phản ứng được hồi lưu trong vài giờ để tiến hành phản ứng trùng hợp. Sau đó, etanol được bổ sung tiếp để thu được copolymer sau khi bay hơi dung môi trong dung dịch.

Ví dụ về các chất khơi mào phản ứng trùng hợp gồm 2,2'-azobisisobutyronitril. Tốt hơn là sự hồi lưu được duy trì trong khoảng từ 3 đến 5 giờ sau khi bổ sung chất khơi mào phản ứng trùng hợp.

Copolymer theo sáng chế được sử dụng làm chất tạo gel dầu. Chế phẩm gel dầu ổn định thu được bằng cách trộn copolymer theo sáng chế.

Trong copolymer theo sáng chế, monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1) và monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3) tốt hơn là chiếm ít nhất 90% và tốt hơn nữa là 100% tổng số monome. Nếu monome kỵ nước và monome ưa nước này chiếm lượng dưới 90%, thì copolymer này không thể hoạt động được như là chất tạo gel dầu.

Ví dụ về các monome kỵ nước được phép chứa trong copolymer theo sáng chế ngoài các monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1) bao gồm methyl styren, styren, benzyl acrylat, benzyl metacrylat, phenyl acrylat, phenyl metacrylat, tris(trimethylsiloxy) silyl propyl metacrylat, 2-perflohexyl-2-ethyl acrylat, và 2-perflohexyl-2-ethyl metacrylat.

Ví dụ về các monome ưa nước được phép chứa trong copolymer theo sáng chế ngoài các monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3) bao gồm vinylpyrrolidon, vinylimidazol, metoxypolyetylen glycol acrylat, metoxypolyetylen glycol metacrylat, N,N-dimetylacrylamit, N,N-

diethylacrylamit, acroylmorpholin, N-(2-metacryloyloxyetyl)ethylene ure, và 2-metacryloyloxyetyl phosphorylcholin.

Trong copolyme theo sáng chế, tốt hơn là tỷ phần giữa monome kỵ nước và monome ưa nước, cụ thể là giữa monome kỵ nước với monome ưa nước tốt hơn là 3:7 đến 8:2 (tỷ lệ mol) và tốt hơn nữa là 4:6 đến 7:3 (tỷ lệ mol). Nếu phần trăm của monome ưa nước là quá cao, thì copolyme này có thể không hoạt động như là chất tạo gel dầu. Nếu phần trăm của monome kỵ nước là quá cao, thì copolyme này trở nên mờ đục khi được sử dụng làm chất tạo gel dầu, và gel này có khả năng trở thành chất rắn.

Liên quan đến monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1), xetyl acrylat, stearyl acrylat, và behenyl acrylat tốt hơn là được sử dụng. Các copolyme thu được từ các monome kỵ nước này có tính chất tạo gel tuyệt vời và cực kỳ tương thích với dầu khi các copolyme này được sử dụng làm chất tạo gel dầu.

Liên quan đến monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3), N-(2-hydroxyetyl)acrylamit (HEAA), 2-hydroxyetyl acrylat (HEA), và glyxeryl metacrylat (GLM) tốt hơn là được sử dụng. Các copolyme chứa các monome ưa nước này có tính chất tạo gel tuyệt vời và cực kỳ tương thích với dầu khi các copolyme này được sử dụng làm chất tạo gel dầu.

Nếu copolyme theo sáng chế được sử dụng làm chất tạo gel dầu thì tính tương thích của nó với dầu silicon là kém, và do đó khó đạt được sự gel hóa. Do đó, tốt hơn là thành phần dầu là dầu hydrocarbon, dầu este, và rượu được sử dụng trong quá trình gel hóa dầu.

Tổng lượng dầu hydrocarbon, dầu este, và rượu này, tính trên tổng lượng dầu, tốt hơn là bằng 80% khối lượng hoặc cao hơn, và tốt hơn là bằng 85% khối lượng hoặc cao hơn.

Ví dụ về các dầu hydrocarbon nêu trên gồm parafin lỏng, tetraisobutan, polydexen được hydro hóa, olefin oligome, isododecan, isohehexadecan, squalan, và polyisobuten được hydro hóa.

Ví dụ về các dầu este nêu trên gồm xetyl 2-etylhexanoat, trietylhexanoin, 2-etylhexyl palmitat, neopentyl glycol dicaprat, triisostearin, diisostearyl malat, PPG-3 dipivalat, di2-etylhexyl succinat, 2-etylhexyl 2-etylhexanoat, polyglyxeryl-6 octacaprylat, và glyxeryl tri(caprylat/caprat).

Ví dụ về rượu nêu trên gồm rượu isostearyl và rượu oleyl.

Nếu chế phẩm gel dầu được điều chế thì việc điều chế dễ dàng được thực hiện khi copolyme theo sáng chế lần lượt được hòa tan trong dầu hydrocarbon, dầu este và rượu này, và sau đó copolyme này được trộn với các thành phần khác. Copolyme này có thể được gia nhiệt, nếu cần, trong quá trình hòa tan và trộn.

Nếu copolyme theo sáng chế được sử dụng làm chất tạo gel dầu, thì lượng trộn trong chế phẩm gel dầu tốt hơn là 2% khối lượng hoặc cao hơn, và tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc cao hơn. Nếu lượng trộn này là 2% khối lượng hoặc nhỏ hơn thì sự tạo gel có thể trở nên kém. Mặt khác, lượng trộn trong chế phẩm gel dầu tốt hơn là 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 8% khối lượng hoặc nhỏ hơn. Nếu lượng trộn này vượt quá 10% khối lượng thì tính tương thích của nó với dầu có thể trở nên kém.

Chất tạo gel dầu theo sáng chế có thể đạt được sự gel hóa với lượng sử dụng nhỏ, do đó không gây ra tính dính do chất tạo gel, và do đó chế phẩm gel dầu có thể thu được một cách thích hợp. Chế phẩm gel dầu này có thể được trộn một cách thích hợp vào các mỹ phẩm nền dầu và các mỹ phẩm nhũ tương loại nước trong dầu. Nếu dầu rắn hoặc bán rắn ở nhiệt độ thường, như sáp, được sử dụng để hóa rắn dầu thì có thể gây ra tính dính; tuy nhiên, nếu chế phẩm gel dầu theo sáng chế được trộn thì không gây ra tính dính.

Ví dụ về các mỹ phẩm dạng dầu gồm các mỹ phẩm gel dầu như mỹ phẩm chăm sóc da (ví dụ, huyết thanh làm đẹp (beauty serum) v.v.), mỹ phẩm trang điểm (ví dụ, son môi, son bóng (gross), v.v.), chất làm sạch da (ví dụ, chất tẩy trang, v.v.), và mỹ phẩm dùng cho tóc (ví dụ, mỹ phẩm chăm sóc tóc, v.v.) và các mỹ phẩm dạng dầu như mỹ phẩm trang điểm (ví dụ, chuốt mi (mascara), dưỡng mi (pre-mascara), v.v.), chất làm sạch da (ví dụ, chất tẩy trang, v.v.), mỹ phẩm dùng cho tóc (ví dụ, dầu dùng cho tóc, v.v.), và dầu chống nắng.

Ví dụ về các mỹ phẩm nước trong dầu gồm mỹ phẩm chăm sóc da (ví dụ, nước hoa hồng (lotion), nước hoa hồng dạng sữa (milky lotion), kem, huyết thanh làm đẹp (beauty serum), v.v.), mỹ phẩm trang điểm (ví dụ, mỹ phẩm nền (foundation), mỹ phẩm dùng trước khi trang điểm (pre-makeup), son môi, phấn má, phấn mắt, chuốt mi (mascara), dưỡng mi (pre-mascara), v.v.), chất làm sạch da (ví dụ, xà phòng tắm, sữa rửa mặt (facial wash), chất tẩy trang, v.v.), chất làm sạch tóc (ví dụ, dầu gội đầu, v.v.), mỹ phẩm dùng cho tóc (ví dụ, dầu xả (rinse), mỹ phẩm chăm sóc tóc, chất giúp mọc tóc

(hair growing agent), v.v.), mỹ phẩm chống nắng, và thuốc nhuộm tóc.

Trong mỹ phẩm nền dầu hoặc mỹ phẩm nhũ tương loại nước trong dầu, trong đó chế phẩm gel dầu theo sáng chế được trộn, các thành phần thường được sử dụng trong mỹ phẩm, như chất làm ẩm, chất hấp thụ UV, hương liệu, chất chống oxy hóa, chất bảo quản/diệt nấm, chất nhuộm phụ gia, chất nhuộm tạo màu, và nước có thể được trộn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả thêm trong các ví dụ sau. Tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Trừ khi được nêu rõ theo cách khác, lượng trộn của mỗi thành phần được biểu thị dưới dạng % khối lượng.

Trước khi minh họa các ví dụ này, các phương pháp kiểm tra đánh giá được sử dụng trong sáng chế được trình bày.

Tiêu chí đánh giá (1): Tính tương thích với dầu

Tính tương thích với dầu được quan sát bằng mắt khi copolyme được hòa tan trong các dầu khác nhau ở 85°C.

A: Tương thích

B: Thấy có sự kết tủa nhẹ.

C: Không tương thích.

Tiêu chí đánh giá (2): Khả năng tạo gel

Sau khi 5% copolyme được hòa tan trong các dầu khác nhau ở 85°C, hỗn hợp được làm nguội đến 35°C trong điều kiện khuấy trộn và sau đó trạng thái của hỗn hợp này được quan sát. Trạng thái không có tính lỏng trong phương pháp để nghiêng được xác định là gel.

A: Sự gel hóa diễn ra.

B: Sự gel hóa nhẹ diễn ra.

C: Không diễn ra sự gel hóa.

Tiêu chí đánh giá (3): Độ trong suốt

Độ trong suốt của mẫu được đánh giá bằng mắt.

Tiêu chí đánh giá (4): Độ nhớt

Mẫu được bảo quản ở nhiệt độ trong phòng (25°C) trong 1 giờ ngay sau khi sản xuất được đo bằng nhớt kế loại B (BL model, 12 vòng/phút).

Tiêu chí đánh giá (5): Cỡ hạt nhũ tương

Cỡ hạt trung bình của các hạt nhũ tương sau khi điều chế mẫu được đánh giá bằng cách quan sát bằng kính hiển vi.

Đầu tiên, phương pháp sản xuất copolyme theo sáng chế được thể hiện dưới đây.

Hỗn hợp của monome kỵ nước và monome ưa nước theo tỷ phần (tỷ lệ mol) được thể hiện trong mỗi ví dụ thử nghiệm (tổng khối lượng là 100 phần), và 250 phần khối lượng của etanol được rót vào bình bốn cổ dung tích 1L được lắp bộ ngưng tụ hồi lưu, nhiệt kế, ống cấp khí nitơ, và máy khuấy, và hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt trong khí quyển nitơ. Khi sự hồi lưu bắt đầu (ở khoảng 80°C), 1 phần trăm khối lượng của 2,2'-azobisisobutyronitril được bổ sung vào đó, và hỗn hợp phản ứng được hồi lưu tiếp trong 4 giờ để hoàn thiện phản ứng trùng hợp. Sau đó, dung môi được bay hơi ra khỏi dung dịch, và sau đó etanol được bổ sung vào để thu được copolyme (dưới dạng dung dịch nhựa), trong đó nồng độ của copolyme là 50% khối lượng, dưới dạng chất rắn.

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu tính chất tạo gel của các copolyme. Cụ thể là, các copolyme, trong đó mỗi monome kỵ nước và monome ưa nước trong bảng 1 dưới đây được sử dụng, được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên, và được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá (1) và (2) nêu trên. Xetyl 2-ethylhexanoat được sử dụng làm dầu. Kết quả được trình bày trong bảng 1.

Trong các bảng dưới đây, các tỷ lệ trộn của monome kỵ nước và monome ưa nước được biểu thị theo tỷ lệ mol.

Trong các bảng dưới đây, các monome kỵ nước và các monome ưa nước được thể hiện dưới dạng các chữ viết tắt.

Các chữ viết tắt dưới đây được biểu thị cho mỗi monome kỵ nước trong các bảng dưới đây.

SA: stearyl acrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (1), R^1 = nhóm stearyl, R^2 = hydro).

BEA: behenyl acrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (1), R^1 = nhóm behenyl, R^2 = hydro).

2EHA: 2-ethylhexyl acrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (1), R^1 = nhóm 2-ethylhexyl, R^2 = hydro).

LA: lauryl acrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (1), R^1 = nhóm lauryl, R^2 = hydro).

CA: xetyl acrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (1), R^1 = nhóm xetyl, R^2 = hydro).

Tên chính thức của các monome ưa nước trong các bảng là như sau.

HEAA: N-(2-hydroxyetyl)acrylamit (monome được biểu thị bằng công thức chung (3), R^5 = hydro, R^6 = nhóm hydroxyetyl).

Aa: axit acrylic (monome được biểu thị bằng công thức chung (2), R^3 = hydro, R^4 = hydro).

AMPS: axit 2-acrylamido-2-metylpropansulfonic (monome được biểu thị bằng công thức chung (3), R^5 = hydro, R^6 = phần tử thế được biểu thị bằng công thức cấu tạo (4)).

DAAM: diaxeton acrylamit (monome được biểu thị bằng công thức cấu tạo (5) dưới đây).

NIPAM: N-isopropylacrylamit (monome được biểu thị bằng công thức chung (3), R^5 = hydro, R^6 = nhóm 2-isopropyl).

HEMA: 2-hydroxyetyl metacrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (2), R^3 = nhóm 2-hydroxyetyl, R^4 = nhóm metyl).

HEA: 2-hydroxyetyl acrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (2), R^3 = nhóm 2-hydroxyetyl, R^4 = hydro).

GLM: glyxeryl metacrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (2), R^3 = nhóm glyxeryl, R^4 = nhóm metyl).

QA: N,N,N-trimetyl-N-(2-hydroxy-3-metacryloyloxypropyl)-amoni clorua (monome được biểu thị bằng công thức cấu tạo (6) dưới đây).

AE-400: PEG-10 acrylat (monome được biểu thị bằng công thức cấu tạo (7) dưới đây).

AP-400: PPG-6 acrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (2), R^3 = $-(C_3H_6O)_nH$ ($n = 6$), R^4 = hydro).

HPMA: 2-hydroxypropyl metacrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (2), R^3 = nhóm 2-hydroxypropyl, R^4 = nhóm metyl).

HBMA: 2-hydroxy-2-metylpropyl metacrylat (monome được biểu thị bằng công thức chung (2), R^3 = nhóm 2-hydroxy-2-metylpropyl, R^4 = nhóm metyl).

Công thức cấu tạo (5):

C=C(C)C(=O)N(C(C)(C)C)C(=O)C

dextrin palmitat, glyxeryl behenat/eicosadioat, hoặc sáp vi tinh thể) bằng các phương pháp đánh giá (1) và (2) nêu trên. Xetyl 2-etylhexanoat hoặc olefin oligome 30 được sử dụng làm dầu. Kết quả được trình bày trong bảng 2.

Đối với các chất tạo gel dầu đã biết công khai, các sản phẩm dưới đây được sử dụng để nghiên cứu.

Anhydrit silixic được dimetyl silyl hóa: AEROSIL R972 (được sản xuất từ NIPPON AEROSIL CO., LTD.).

Dextrin palmitat: Rheopearl KL (được sản xuất từ Chiba Flour Milling Co., Ltd.).

Glyxeryl (behenat/eicosadioat): NOMCORT HK-G (được sản xuất từ The Nisshin OilliO Group, Ltd.).

Sáp vi tinh thể: PARMIC 160 (được sản xuất từ NIKKO RICA CORPORATION).

Ngoài ra, sau khi đánh giá bằng phương pháp đánh giá (2) nêu trên, việc đo lưu biến đối với mỗi mẫu cũng được thực hiện. Nghĩa là, mô đun trữ G' và mô đun tổn hao G'' được đo bằng dụng cụ đo nhót đàn hồi loại hình nón/đĩa MCR302 (sản xuất bởi Anton Paar Germany GmbH) bằng cách sử dụng đĩa PP25 (bán kính: 0,5mm) làm công cụ đo. Các điều kiện đo là $\gamma = 0,05$ đến 500% và $f = 1$ Hz, và nhiệt độ đo là 20°C.

Để làm dầu, polydexen được hydro hóa cũng như xetyl 2-etylhexanoat được sử dụng trong quá trình đo. Các kết quả được thể hiện trên Fig.1 và Fig.2, tương ứng.

Ngoài ra, phương pháp đo lưu biến được thực hiện bằng cách thay đổi nhiệt độ đối với mẫu của ví dụ thử nghiệm 1-2, glyxeryl behenat/eicosadioat, và sáp vi tinh thể. Thiết bị đo là dụng cụ nêu trên, các điều kiện đo là $\gamma = 1\%$ và $f = 1$ Hz, và nhiệt độ đo là 0 đến 60°C.

Việc đo được thực hiện bằng cách sử dụng xetyl 2-etylhexanoat hoặc polydexen được hydro hóa làm dầu. Các kết quả được thể hiện trên Fig.3 và Fig.4, tương ứng.

Bảng 2

		Ví dụ thử thử nghiệm 1-2	Anhydrit silixic được dimetyl silyl hóa	Dextrin palmitat	Glyxeryl (behenat/ eicosanedioat)	Sáp vi tinh thể
Tiêu chí đánh giá (1) : Tính tương thích với dầu	Xetyl 2- etylhexanoa t	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2) : Khả năng tạo gel		A	C	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (1) : Tính tương thích với dầu	Olefin oligome 30	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2) : Khả năng tạo gel		A	C	C	A	A

Theo bảng 2, tất cả các chất tạo gel dầu đều hòa tan trong xetyl 2-etylhexanoat và olefin oligome ở 85°C; tuy nhiên, một số trong số các chất này không tạo gel phụ thuộc vào sự kết hợp.

Mẫu theo ví dụ thử nghiệm 1-2, glyxeryl behenat/eicosadioat, và sáp vi tinh thể có thể tạo thành gel với dầu bất kỳ.

Theo Fig.1 và Fig.2, các mẫu theo ví dụ thử nghiệm 1-2 là mạnh nhất theo sức căng, và có vùng tuyến tính rõ rệt.

Mặt khác, các ví dụ khác có G' cao về phía sức căng thấp hơn; tuy nhiên, chúng yếu đi khi sức căng tăng lên, và hầu như không có vùng tuyến tính.

Theo Fig.3 và Fig.4, các mẫu theo ví dụ thử nghiệm 1-2 là ổn định cho đến gần 60°C đối với cả hai dầu.

Nếu xetyl 2-etylhexanoat được sử dụng, thì glyxeryl behenat/eicosadioat, và sáp vi tinh thể sẽ ở trong vùng giảm, và chúng không ổn định bất kể nhiệt độ.

Nếu polydexen được hydro hóa được sử dụng, thì sáp vi tinh thể sẽ ở trong vùng giảm, và nó không ổn định bất kể nhiệt độ.

Do đó, chế phẩm gel dầu thu được từ copolyme theo sáng chế có sức căng và độ ổn định nhiệt độ tốt nhất.

Tiếp theo, các loại monome kỵ nước cấu thành copolyme được nghiên cứu. Cụ thể là, các copolyme, trong đó monome kỵ nước và monome ưa nước được thể hiện trong bảng 3 dưới đây được sử dụng, được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên, và chúng được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá (1) và (2) nêu trên. Xetyl 2-ethylhexanoat được sử dụng làm dầu. Kết quả được trình bày trong bảng 3.

Bảng 3

Ví dụ thử nghiệm	2-1	2-2	2-3	2-4	1-2
Monome kỵ nước	2EHA 50	LA 60	CA 60	SA 60	BEA 60
Monome ưa nước	HEAA 50	HEAA 40	HEAA 40	HEAA 40	HEAA 40
Trọng lượng phân tử trung bình (Mw)	31.400	31.100	16.200	15.300	-
Tiêu chí đánh giá (1) : Tính tương thích với dầu	B	B	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2) : Khả năng tạo gel	C	C	A	A	A

Theo bảng 3, đã thấy rằng nếu este alkyl của axit (met)acrylic (C8 đến C12) được sử dụng làm monome kỵ nước (ví dụ thử nghiệm 2-1 và 2-2), thì chúng không có tác dụng làm chất tạo gel dầu.

Mặt khác, copolyme trong đó este alkyl của axit (met)acrylic (C16 đến C22) được sử dụng làm monome kỵ nước là chất tạo gel dầu tuyệt vời.

Tiếp theo, các loại monome ưa nước cấu thành copolyme được nghiên cứu. Cụ thể là, các copolyme, trong đó monome kỵ nước và monome ưa nước được thể hiện trong bảng 4 và bảng 5 dưới đây được sử dụng, được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên, và chúng được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá (1) và (2) nêu trên. Xetyl 2-ethylhexanoat được sử dụng làm dầu. Kết quả được thể hiện trong các bảng 4 và 5.

Bảng 4

Ví dụ thử nghiệm	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7	3-8
Monome kỵ nước	SA 35	SA 50	SA 40	SA 50	SA 60	SA 40	SA 50	SA 60
Monome ưa nước	Aa 65	AMPS 50	DAAM 60	DAAM 50	DAAM 40	NIPAM 60	NIPAM 50	NIPAM 40
Trọng lượng phân tử trung bình (Mw)	36.700	-	36.300	16.400	21.100	34.600	37.700	29.700
Tiêu chí đánh giá (1): Tính tương thích với dầu	B	B	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2): Khả năng tạo gel	A	A	C	C	C	A	B	B

Bảng 5

Ví dụ thử nghiệm	4-1	4-2	4-3	4-4	4-5	4-6	4-7	4-8
Monome kỵ nước	BEA 60	BEA 60	BEA 60	BEA 60	BEA 60	BEA 60	BEA 60	BEA 60
Monome ưa nước	HEMA 40	HEA 40	GLM 40	QA 40	AE-400 40	AP-400 40	HPMA 40	HBMA 40
Trọng lượng phân tử trung bình (Mw)	50.100	16.200	29.300	-	-	29.200	53.200	56.700
Tiêu chí đánh giá (1): Tính tương thích với dầu	A	A	A	C	B	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2): Khả năng tạo gel	B	A	A	C	C	B	B	B

Theo bảng 4 và bảng 5, đã thấy rằng ngay cả khi este alkyl của axit (met)acrylic (C16 đến C22) được sử dụng làm monome kỵ nước cấu thành nên copolyme, thì một số trong số các copolyme này cũng không có tác dụng làm chất tạo gel dầu, phụ thuộc vào loại monome ưa nước.

Do đó, copolyme theo sáng chế cần chứa monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức chung (1) và monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) hoặc được biểu thị bằng công thức chung (3).

Copolyme này theo sáng chế là chất tạo gel dầu, với copolyme này, chế phẩm gel

dầu có thể được điều chế, và tính tương thích với dầu cũng rất tốt. Hơn nữa, nếu tính tương thích với dầu và khả năng tạo gel được xem xét, thì tốt hơn là sử dụng N-(2-hydroxyethyl)acrylamit (HEAA), 2-hydroxyethyl acrylat (HEA), hoặc glyxeryl metacrylat (GLM) làm monome ưa nước.

Tiếp theo, tỷ phần (tỷ lệ mol) của monome kỵ nước và monome ưa nước mà tạo thành copolyme được nghiên cứu. Cụ thể là, các copolyme, trong đó monome kỵ nước và monome ưa nước được thể hiện trong bảng 6 dưới đây được sử dụng, được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên, và chúng được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá (1) đến (3) nêu trên. Xetyl 2-etylhexanoat được sử dụng làm dầu. Ngoài ra, các trị số HLB (chỉ số cân bằng ưa nước-ưa béo) của các copolyme này cũng được tính toán. Kết quả được trình bày trong bảng 6.

Bảng 6

Ví dụ thử nghiệm	5-1	2-4	5-2	5-3	5-4	5-5	5-6	5-7
Monome kỵ nước	SA 40	SA 60	BEA 20	BEA 30	BEA 40	BEA 50	BEA 70	BEA 80
Monome ưa nước	HEAA 60	HEAA 40	HEAA 80	HEAA 70	HEAA 60	HEAA 50	HEAA 30	HEAA 20
monome kỵ nước : monome ưa nước	4 : 6	6 : 4	2 : 8	3 : 7	4 : 6	5 : 5	7 : 3	8 : 2
HLB	8,9	5,3	14,0	10,4	7,8	6,0	3,5	2,6
Tiêu chí đánh giá (1) : Tính tương thích với dầu	A	A	C	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2) : Khả năng tạo gel	A	A	C	B	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (3) : Mức độ trong suốt	trong mờ	trong mờ	-	trong suốt	trong mờ	trong mờ	trong mờ	trong mờ ~ mờ đục

Theo bảng 6, nếu tỷ phần của monome ưa nước (và HLB của copolyme) là rất cao thì sự gel hóa không diễn ra.

Hơn nữa, nếu tỷ phần của monome kỵ nước là rất cao thì nó trở nên mờ đục. Ngoài

ra, các tính chất gel trở nên đặc.

Do đó, nếu copolyme theo sáng chế được sử dụng làm chất tạo gel dầu, thì tỷ phần của monome kỵ nước và monome ưa nước, cụ thể là giữa monome kỵ nước với monome ưa nước tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3:7 đến 8:2 (tỷ lệ mol). Ngoài ra, HLB của copolyme tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 10.

Tiếp theo, lượng trộn của copolyme trong dầu khi nó được sử dụng làm chất tạo gel dầu được nghiên cứu. Cụ thể là, các gel dầu được thể hiện trong bảng 7 dưới đây, trong đó chất tạo gel dầu được trộn vào, được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên, và chúng được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá (1) đến (3) nêu trên. Xetyl 2-ethylhexanoat được sử dụng làm dầu. Kết quả được thể hiện trên bảng 7 (lượng trộn được thể hiện dưới dạng % khối lượng).

SA 50/HEAA 50 là copolyme gồm stearyl acrylat với N-(2-hydroxyetyl)acrylamit = 50:50 (tỷ lệ mol). BEA 60/HEAA 40 là copolyme gồm behenyl acrylat với N-(2-hydroxyetyl)acrylamit = 60:40 (tỷ lệ mol).

Bảng 7

Ví dụ thử nghiệm	6-1	6-2	6-3	1-1	6-4	6-5	6-6	6-7	6-8	1-2	6-9
SA 50/HEAA 50	1	2	3	5	8	10	-	-	-	-	-
BEA 60/HEAA 40	-	-	-	-	-	-	1	2	3	5	10
Xetyl 2-ethylhexanoat	99	98	97	95	92	90	99	98	97	95	90
Tiêu chí đánh giá (1): Tính tương thích với dầu	A	A	A	A	A	B	A	A	A	A	B
Tiêu chí đánh giá (2): Khả năng tạo gel	C	C	A	A	A	A	C	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (3): Độ trong suốt	Tron g mờ	Trong mờ	Tron g mờ	-	Trong suốt	Tron g mờ	Trong mờ	Tron g mờ	Trong mờ	Tron g mờ	Trong mờ

Theo bảng 7, nếu lượng trộn của chất tạo gel dầu là quá nhỏ thì tính chất tạo gel sẽ kém, và nếu lượng trộn của chất tạo gel dầu là quá lớn thì tính tương thích với dầu sẽ kém.

Do đó, nếu copolyme theo sáng chế được sử dụng làm chất tạo gel dầu, thì lượng

trộn của chất tạo gel dầu trong chế phẩm tốt hơn là 2% khối lượng hoặc cao hơn, và tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc cao hơn. Lượng trộn của chất tạo gel dầu trong chế phẩm tốt hơn là 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 8% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Tiếp theo, các tác giả sáng chế đã nghiên cứu các loại dầu khi copolyme theo sáng chế được sử dụng làm chất tạo gel dầu. Cụ thể là, các gel dầu được thể hiện trong bảng 8 dưới đây, trong đó chất tạo gel dầu được trộn vào, được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên, và chúng được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá (1) và (2) nêu trên. Kết quả được thể hiện trên bảng 8 (lượng trộn được thể hiện dưới dạng % khối lượng).

Bảng 8

Ví dụ thử nghiệm		7-1	7-2	7-3	1-2	7-4	7-5	7-6	7-7	7-8
BEA 60/HEAA 40		5	5	5	5	5	5	5	5	5
Dầu hydrocarbon	Parafin lỏng	95	—	—	—	—	—	—	—	—
	Tetraisobutan	—	95	—	—	—	—	—	—	—
	Polydexen được hydro hóa	—	—	95	—	—	—	—	—	—
Dầu este	Xetyl 2-ethylhexanoat	—	—	—	95	—	—	—	—	—
	Triethylhexanoin	—	—	—	—	95	—	—	—	—
Rượu	Rượu isostearyl	—	—	—	—	—	95	—	—	—
Dầu silicon	Metylphenylpolysiloxan	—	—	—	—	—	—	95	—	—
	Dimethylpolysiloxan	—	—	—	—	—	—	—	95	—
	Xyclometicon	—	—	—	—	—	—	—	—	95
Tiêu chí đánh giá (1) : Tính tương thích với dầu		A	A	A	A	A	A	A	C	C
Tiêu chí đánh giá (2) : Tính chất tạo gel		A	A	A	A	A	A	C	C	C

Theo bảng 8, ngay cả khi dầu este khác, dầu hydrocarbon, hoặc rượu được sử dụng làm dầu thay vì xetyl 2-ethylhexanoat, gel dầu vẫn có thể thu được.

Tuy nhiên, nếu dầu silicon được sử dụng thì không thể thu được gel dầu.

Do đó, nếu copolyme theo sáng chế được sử dụng làm chất tạo gel dầu thì tốt hơn là dầu hydrocarbon, dầu este, hoặc rượu được chứa làm dầu. Ngoài ra, tốt hơn là dầu silicon không được chứa làm dầu.

Tiếp theo, mỹ phẩm nhũ tương loại nước trong dầu trong đó chế phẩm gel dầu theo sáng chế, được sản xuất bằng copolyme thu được bằng phương pháp sản xuất nêu

trên, được nghiên cứu. Cụ thể là, mỹ phẩm nhũ tương nước trong dầu được thể hiện trong bảng 9 dưới đây được sản xuất bằng phương pháp sản xuất được nêu dưới đây, và chúng được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá (4) và (5) nêu trên. Kết quả được trình bày trong bảng 9.

BEA 60/GLM 40 là copolyme gồm behenyl acrylat với glyceryl metacrylat = 60:40 (tỷ lệ mol).

Trong bảng 9, loại có cỡ hạt nhũ tương là 15 μ m hoặc nhỏ hơn được đánh giá là A (chấp nhận được) trong tiêu chí đánh giá chung, và loại có cỡ hạt nhũ tương lớn hơn 15 μ m được đánh giá là N/A (không chấp nhận được) trong tiêu chí đánh giá chung.

(Phương pháp sản xuất)

Sau khi các nguyên liệu (1) đến (5) được hòa tan ở 90°C, hỗn hợp được làm nguội bằng nước đá xuống 25°C, và thu được chế phẩm gel dầu. Sau đó, nguyên liệu (6) được cho vào và trộn bằng máy trộn phân tán (4000 vòng/phút), và thu được mỹ phẩm nhũ tương loại nước trong dầu.

Bảng 9

Ví dụ thử nghiệm	8-1	8-2	8-3
(1) Xetyl 2-ethylhexanoat	45	45	45
(2) Parafin lỏng	40	40	40
(3) Dextrin palmitat	5	-	-
(4) BEA 60/HEAA 40	-	5	-
(5) BEA 60/GLM 40	-	-	5
(6) Nước được trao đổi ion	10	10	10
Tiêu chí đánh giá (4) : Độ nhớt (mPa·s)	5300	10200	12900
Tiêu chí đánh giá (5) : Cỡ hạt nhũ tương (μ m)	~75	~10	~12,5
Tiêu chí đánh giá chung	N/A	A	A

Theo bảng 9, có thể tạo ra mỹ phẩm nhũ tương loại nước trong dầu, trong đó copolyme theo sáng chế được trộn, với các cỡ hạt nhũ tương nhỏ hơn so với cỡ hạt nhũ tương của mỹ phẩm mà trong đó chế phẩm gel dầu, chứa chất tạo gel dầu đã được biết công khai dextrin palmitat, được trộn.

Phân dưới đây liệt kê các ví dụ phối chế mỹ phẩm nền dầu hoặc mỹ phẩm nhũ tương loại nước trong dầu, trong đó chế phẩm gel dầu thu được bằng cách sử dụng copolyme theo sáng chế được trộn vào mỹ phẩm. Phạm vi của sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ phối chế này.

[Ví dụ phối chế 1: chế phẩm son bóng]

Thành phần trộn	% khối lượng
(1) Diisostearyl malat	39,9
(2) BEA 60/HEAA 40	6,0
(3) Lecithin hydro hóa	0,1
(4) Dầu thầu dầu	5,0
(5) Parafin lỏng	5,0
(6) Isoparafin nặng dạng lỏng	40,0
(7) 4-tert-butyl-4'-metoxydibenzoylmetan	0,5
(8) Canxi stearat	0,5
(9) Mica vàng tổng hợp được phủ titan oxit	1,0
(10) Bột thủy tinh được phủ titan oxit	1,0
(11) Dipropylen glycol	1,0

<Phương pháp sản xuất>

1: Các thành phần (1) đến (3) được hòa tan ở 95°C và được trộn.

2: Các thành phần (4) đến (11) được hòa tan ở 85°C và được trộn.

3: 2 được bổ sung từ từ vào 1 và được trộn bằng cách khuấy.

Độ nhớt của chế phẩm son bóng thu được là 85.100 mPa·s (ở 30°C) và độ ổn định là tuyệt vời.

[Ví dụ phối chế 2: chế phẩm son bóng]

Thành phần trộn	% khối lượng
(1) Diisostearyl malat	39,9
(2) BEA 60/GLM 40	6,0
(3) Lecithin hydro hóa	0,1
(4) Dầu thầu dầu	5,0
(5) Parafin lỏng	5,0
(6) Isoparafin nặng dạng lỏng	40,0
(7) 4-tert-butyl-4'-metoxydibenzoylmetan	0,5
(8) Canxi stearat	0,5
(9) Mica vàng tổng hợp được phủ titan oxit	1,0
(10) Bột thủy tinh được phủ titan oxit	1,0

(11) Dipropylen glycol 1,0

<Phương pháp sản xuất>

1: Các thành phần (1) đến (3) được hòa tan ở 95°C và được trộn.

2: Các thành phần (4) đến (11) được hòa tan ở 85°C và được trộn.

3: 2 được bổ sung từ từ vào 1 và được trộn bằng cách khuấy.

Độ nhớt của chế phẩm son bóng thu được là 69.200 mPa·s (ở 30°C) và độ ổn định là tuyệt vời.

[Ví dụ phối chế 3: Chế phẩm dưỡng mi (pre-mascara)]

Thành phần trộn	% khối lượng
(1) Isoparafin nhẹ	41,46
(2) Sáp vi tinh thể	20,00
(3) Dầu hạt mắc ca	0,01
(4) Dầu hướng dương	0,01
(5) Axit isostearic	2,50
(6) Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	2,00
(7) dl-alpha-tocopherol axetat	0,02
(8) BEA 60/GLM 40	10,00
(9) Decametylcyclopentasiloxan	8,00
(10) Trimetylsiloxysilicat	10,00
(11) Mica được phủ titan oxit	3,00
(12) Bột nylon	3,00

<Phương pháp sản xuất>

1: Các thành phần (1) đến (8) được hòa tan ở 95°C và được trộn.

2: Các thành phần (9) đến (12) được trộn ở 85°C và được phân tán.

3: 2 được bổ sung từ từ vào 1 và được trộn bằng cách khuấy.

Độ cứng của chế phẩm dưỡng mi thu được là 32 (ở 30°C) và độ ổn định là tuyệt vời.

[Ví dụ phối chế 4: Chế phẩm kem]

Thành phần trộn	% khối lượng
(1) Polydexen được hydro hóa	60,000
(2) Vazolin	1,000

(3) Axit isostearic	0,100
(4) Polyme kiểu mắt lưới metylsiloxan	1,000
(5) BEA 60/HEAA 40	6,000
(6) Nước tinh khiết	15,437
(7) Axit trinatri etylendiamintetraaxetic	0,100
(8) Axit xitric	0,020
(9) Natri xitrat	0,080
(10) Natri pyrosulfit	0,003
(11) Natri metaphosphat	0,010
(12) Arbutin	3,000
(13) Axit tranexamic	1,000
(14) Glyxerin đặc	3,000
(15) Dipropylen glycol	3,000
(16) Polyetylen glycol 1000	1,000
(17) Etanol	5,000
(18) Metyl paraben	0,150
(19) Natri carboxymetylxenluloza	0,100

<Phương pháp sản xuất>

1: Các thành phần (1) đến (5) được trộn ở 95°C và được phân tán.

2: Các thành phần (6) đến (19) được trộn ở 70°C và được phân tán.

3: 2 được bổ sung từ từ vào 1 và được trộn bằng cách khuấy.

Độ nhớt của chế phẩm kem W/O thu được là 27.000 mPa·s (ở 30°C) và độ ổn định là tuyệt vời.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Copolyme thu được từ hỗn hợp bao gồm:

monome kỵ nước có công thức chung (1):

[Công thức chung (1)]



trong đó, R^1 là ít nhất một nhóm alkyl được chọn từ nhóm gồm nhóm alkyl mạch thẳng và nhóm alkyl mạch nhánh, có từ 16 đến 22 nguyên tử cacbon; và R^2 là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm gồm nguyên tử hydro và metyl; và

monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) dưới đây;

[Công thức chung (2)]



trong đó R^3 là nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm glyxeryl và nhóm polypropylen glycol được minh họa dưới dạng $-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_n\text{H}$, trong đó n là số nguyên bằng từ 2 đến 10, R^4 là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm gồm nguyên tử hydro và metyl.

2. Copolyme thu được từ hỗn hợp chỉ bao gồm:

monome kỵ nước có công thức chung (1):

[Công thức chung (1)]



trong đó, R^1 là ít nhất một nhóm alkyl được chọn từ nhóm gồm nhóm alkyl mạch thẳng và nhóm alkyl mạch nhánh, có từ 16 đến 22 nguyên tử cacbon; và R^2 là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm gồm nguyên tử hydro và metyl; và monome ưa nước được biểu thị bằng công thức chung (2) dưới đây;

[Công thức chung (2)]



trong đó R^3 là nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm glyxeryl và nhóm

polypropylen glycol được minh họa dưới dạng $-(C_3H_6O)_nH$, trong đó n là số nguyên bằng từ 2 đến 10, R^4 là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm gồm nguyên tử hydro và metyl.

3. Copolyme theo điểm 1 hoặc 2, trong đó monome kỵ nước có công thức chung (1) đã nêu là monome được chọn từ nhóm bao gồm xetyl (met)acrylat, stearyl (met)acrylat, và behenyl (met)acrylat.

4. Copolyme theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3, trong đó monome ưa nước có công thức chung (2) đã nêu là monome được chọn từ nhóm gồm glyxeryl metacrylat và PPG-6 acrylat.

5. Copolyme theo điểm 4, trong đó monome ưa nước có công thức chung (2) đã nêu là glyxeryl metacrylat.

6. Copolyme theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1, từ 3 đến 5, trong đó monome kỵ nước có công thức chung (1) đã nêu và monome ưa nước ít nhất có công thức chung (2) đã nêu chiếm ít nhất là 90% tổng số monome.

7. Copolyme theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó tỷ lệ mol giữa monome kỵ nước đã nêu và monome ưa nước đã nêu là nằm trong khoảng từ 3/7 đến 8/2.

8. Chất tạo gel dầu chứa: copolyme đã nêu theo điểm 6 hoặc 7.

9. Chế phẩm gel dầu chứa: chất tạo gel dầu theo điểm 8.

10. Mỹ phẩm dạng dầu chứa: chế phẩm gel dầu theo điểm 9.

11. Mỹ phẩm dạng nước trong dầu chứa: chế phẩm gel dầu theo điểm 9.

FIG.1

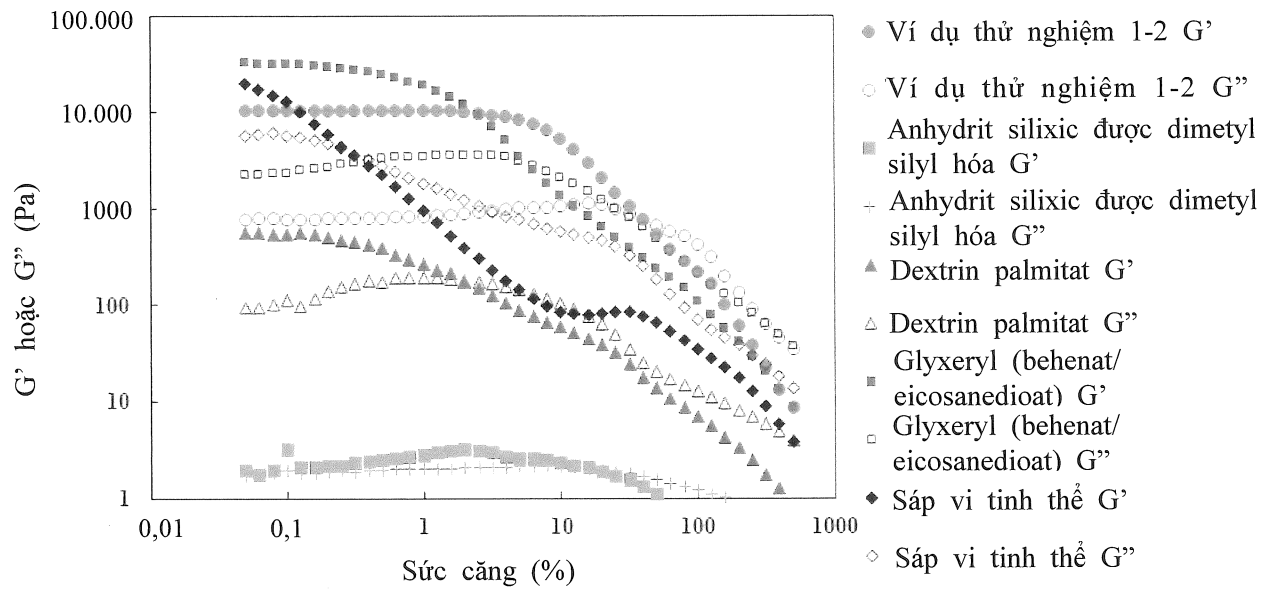


FIG.2

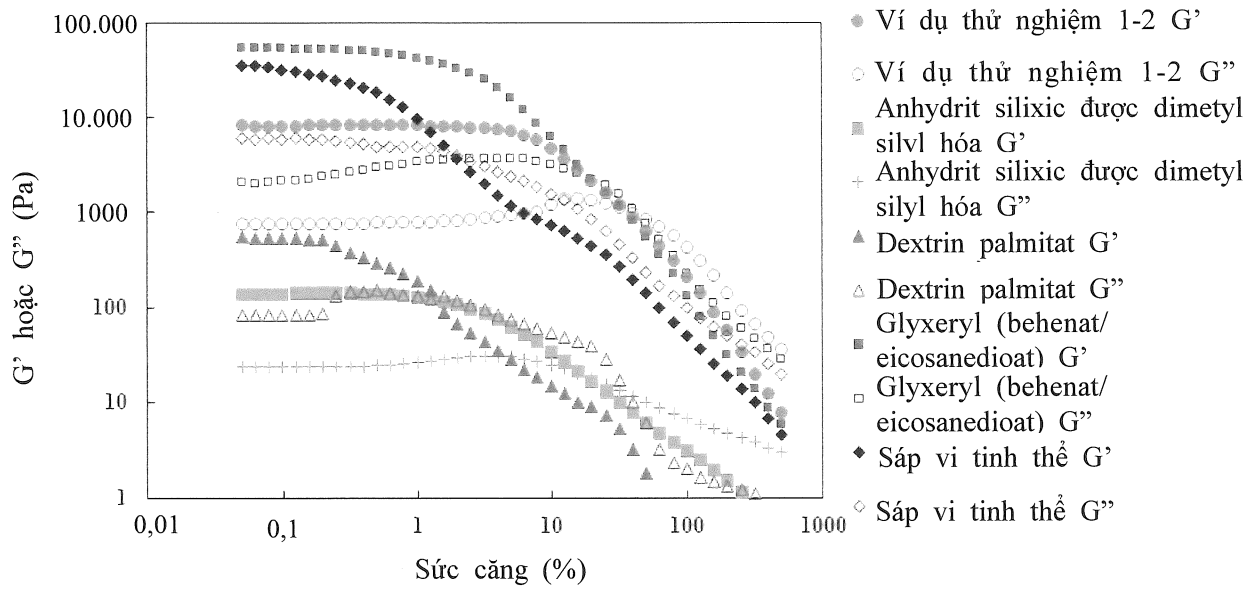


FIG.3

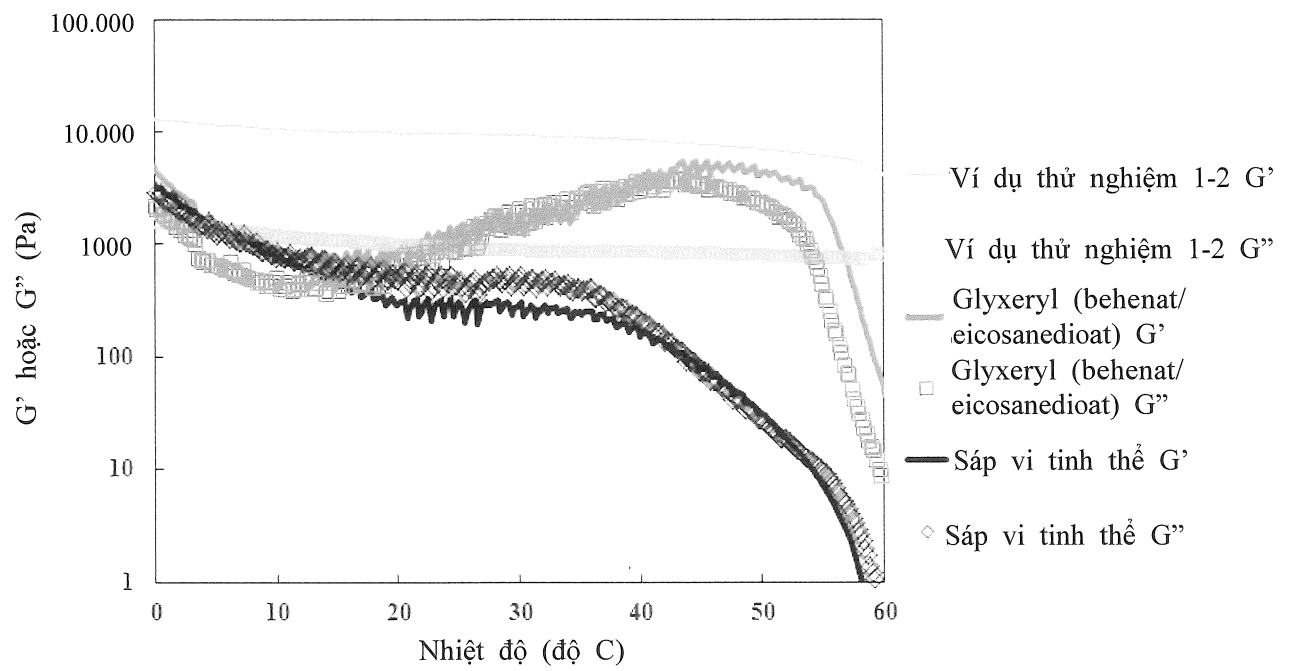


FIG.4

