



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0048823
(51)^{2022.01} C08J 3/12; C08L 1/02; A61K 8/73; (13) B
A61Q 1/00

(21) 1-2023-04312 (22) 22/09/2021
(86) PCT/JP2021/034810 22/09/2021 (87) WO 2022/137679 30/06/2022
(30) 2020-213456 23/12/2020 JP
(45) 25/07/2025 448 (43) 27/11/2023 428A
(73) DAINICHISEIKA COLOR & CHEMICALS MFG. CO., LTD. (JP)
7-6, Nihonbashi Bakuro-cho, 1-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8383, Japan
(72) ABE Takashi (JP).
(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK
CO., LTD.)

(54) HẠT NHỰA, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HẠT NHỰA VÀ SẢN PHẨM ĐƯỢC
TẠO RA TỪ HẠT NHỰA NÀY

(21) 1-2023-04312

(57) Sáng chế đề cập đến hạt nhựa mà có thể tạo ra nhiều loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm có ấn tượng xúc giác mỹ mãn, như khả năng lan rộng trên da, cảm giác ẩm ướt và mềm mại và có độ ổn định cao nên ấn tượng xúc giác được giữ trong thời gian dài, mà có thể được thay thế đối với hạt nhựa được tạo thành từ vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ và có mức sinh khả dụng ưa thích. Sáng chế còn đề cập đến các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm, bằng cách sử dụng nhựa. Hạt nhựa thu được bằng cách xử lý bề mặt, bằng chất xử lý bề mặt dạng rắn, hạt lõi được tạo thành từ nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính, và có 50% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 50 μm hoặc nhỏ hơn, độ cầu nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,0, độ nhẵn bề mặt nằm trong khoảng từ 70 đến 100%, và độ kết tinh là 60% hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến sản phẩm thuộc loại bất kỳ trong số mỹ phẩm, chế phẩm da liễu, sơn, vật dụng tạo hình, màng, tác nhân phủ, và chế phẩm nhựa chứa hạt nhựa.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hạt nhựa được tạo thành từ nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính, phương pháp sản xuất hạt nhựa, và các sản phẩm như mỹ phẩm, được tạo ra từ hạt nhựa này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong quá khứ, hạt nhựa đã được sử dụng trong các lĩnh vực khác nhau, như chất làm mờ, chất làm trượt và chất chống bó cứng, từ các đặc tính thu được từ dạng hình cầu. Hơn nữa, các bột nhựa khác nhau (hạt nhựa), như viên nhựa đã được sử dụng để cải thiện các đặc tính, như khả năng lan rộng của mỹ phẩm để trang điểm. Tuy nhiên, các nguyên liệu tạo thành hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm được thay đổi từ nguyên liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ thành nguyên liệu tự nhiên do các vấn đề và tương tự, như ô nhiễm môi trường biển do vi chất dẻo gây ra trong những năm gần đây.

Ví dụ, xenluloza dạng bột hữu ích làm tác nhân tẩy rửa đã được đề xuất làm hạt nhựa hình cầu được tạo thành từ vật liệu tự nhiên (Tài liệu sáng chế 1). Hơn nữa, hạt mịn của dẫn xuất xenluloza (Tài liệu sáng chế 2) mà được sử dụng làm được phẩm chắn đoán và bột xenluloza hình cầu (Tài liệu sáng chế 3) mà được sử dụng cho mỹ phẩm đã được đề xuất. Hơn nữa, bột xenluloza composit mà ở đó cảm giác trên da đã được cải thiện và cũng được đề xuất (Tài liệu sáng chế 4 và 5).

Danh mục tài liệu được trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Đơn yêu cầu cấp patent Nhật bản số 2018-052909

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn quốc tế số WO 2009/123148

Tài liệu sáng chế 3: Đơn yêu cầu cấp patent Nhật bản số 2013-221000

Tài liệu sáng chế 4: Đơn yêu cầu cấp patent Nhật bản số 2003-146829

Tài liệu sáng chế 5: Đơn yêu cầu cấp patent Nhật bản số 2020-075878

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Tuy nhiên, xenluloza dạng bột và tương tự được đề xuất trong Tài liệu sáng chế 1 và 2 không có cỡ hạt thích hợp khi nguyên liệu được trộn vào mỹ phẩm để trang điểm hoặc chăm sóc da. Ngoài ra, đồng amoniac cần phải được sử dụng khi hạt mịn dẫn xuất xenluloza được đề xuất trong Tài liệu sáng chế 2 được sản xuất và do đó hạt mịn dẫn xuất xenluloza không cần phải được cho là phù hợp làm nguyên liệu cho mỹ phẩm mà ở đó các kim loại nặng được mong muốn giảm nhiều càng tốt. Hơn nữa, bột xenluloza và tương tự được đề xuất trong Tài liệu sáng chế 3 có tỷ lệ lớn giữa trục chính và trục nhỏ so với cỡ hạt, và khả năng lan toả trên da và ấn tượng xúc giác không thể nói là phù hợp khi bột xenluloza và tương tự được trộn vào mỹ phẩm, do đó bề mặt thô ráp cũng có cảm giác. Hơn nữa, trong bột xenluloza composit và tương tự được đề xuất trong các Tài liệu sáng chế 4 và 5, độ tròn của vật liệu gốc sẽ được xử lý ở mức thấp và do đó khi vật liệu gốc được xử lý là được xử lý bề mặt, cũng sẽ khó để thu được mỹ phẩm hoặc tương tự có khả năng lan toả mỹ mẫn trên da và ấn tượng xúc giác mỹ mẫn.

Liên quan đến bột xenluloza và tương tự, khả năng lan toả trên da không thể nói là thuận lợi cho lắm và ấn tượng xúc giác là nhẵn và khô thay vì mềm và ấn tượng xúc giác ẩm được cảm nhận trong hạt silicon, hạt ni-lông và tương tự, nếu được yêu cầu trên thị trường. Hơn nữa, trong mỹ phẩm được tạo ra bằng cách sử dụng bột xenluloza thông thường và tương tự, ấn tượng xúc giác không được duy trì trong khoảng thời gian kéo dài và do đó vẫn có nhu cầu để cải thiện về tính ổn định cho sản phẩm.

Sáng chế đã được hoàn thiện dựa trên các vấn đề kỹ thuật thông thường như vậy và mục đích của sáng chế là đề xuất: hạt nhựa mà có thể tạo ra các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm có ấn tượng xúc giác mỹ mẫn, như khả năng lan toả trên da, cảm giác ẩm và độ mềm mỹ mẫn và có độ ổn định ở mức cao sao cho ấn tượng xúc giác được duy trì trong thời gian kéo dài, mà có thể được thay thế cho các hạt nhựa được tạo thành từ vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ và có mức sinh khả dụng ưa thích; và các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm, bằng cách sử dụng hạt nhựa. Hơn nữa, mục đích khác của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất hạt nhựa mà có thể tạo ra các sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm có ấn tượng xúc giác mỹ mẫn, như khả năng lan toả trên da, cảm giác ẩm và độ mềm và có độ ổn định cao sao cho ấn tượng xúc giác

được duy trì trong thời gian kéo dài, mà có thể được thay thế cho hạt nhựa được tạo thành chủ yếu từ vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ và có mức sinh khả năng ưa thích.

Giải pháp cho vấn đề

Do đó, sáng chế đề xuất hạt nhựa được mô tả dưới đây.

[1] Hạt nhựa thu được bằng cách xử lý bề mặt, bằng chất xử lý bề mặt dạng rắn, hạt lõi được tạo thành từ nhựa bao gồm xenluloza làm thành phần chính, trong đó hạt nhựa có 50% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 50 μm hoặc nhỏ hơn, độ cầu nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,0, độ nhẵn bề mặt nằm trong khoảng từ 70 đến 100%, và độ kết tinh là 60% hoặc nhỏ hơn.

[2] Hạt nhựa theo mục [1], trong đó chất xử lý bề mặt là chất dạng tấm.

[3] Hạt nhựa theo mục [2], trong đó chất dạng tấm có tỷ lệ khung hình (đường kính lớn/đường kính nhỏ) bằng 2 hoặc lớn hơn và 10 hoặc nhỏ hơn.

[4] Hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó chất xử lý bề mặt là ít nhất một chất xử lý ưa lipit được chọn từ nhóm bao gồm chất xử lý dựa trên xà phòng kim loại, chất xử lý dựa trên axit amin, chất xử lý dựa trên phospholipit, chất xử lý dựa trên glycolipit, chất xử lý dựa trên phức hợp lipit, và chất xử lý dựa trên ceramit.

[5] Hạt nhựa theo mục [4], trong đó chất xử lý dựa trên xà phòng kim loại là muối kim loại của axit stearic.

[6] Hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], có tốc độ phân hủy sinh học trong 5 ngày, như đo được theo JIS K6950:2000 (ISO 14851:1999), là 10% hoặc lớn hơn.

[7] Hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6], có 90% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 40 μm hoặc nhỏ hơn.

[8] Hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7], có 10% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 0,1 μm hoặc lớn hơn.

[9] Hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [8], trong đó trị số CV của cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 đến 90%.

[10] Hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [9], trong đó hàm lượng xenluloza trong nhựa tạo thành hạt lõi nằm trong khoảng từ 50 đến 100% khối

lượng.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất hạt nhựa được mô tả dưới đây.

[11] Phương pháp sản xuất hạt nhựa có 50% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 50 μm hoặc nhỏ hơn, độ cầu nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,0, độ nhẵn bề mặt nằm trong khoảng từ 70 đến 100%, và độ kết tinh là 60% hoặc nhỏ hơn, phương pháp bao gồm các bước: trộn pha dầu chứa xenluloza este và dung môi hữu cơ mà hoà tan xenluloza este và có độ tan trong 100 g nước ở 25°C là từ 0,1 đến 50,0 g với pha nước bao gồm chất ổn định phân tán, theo đó tạo ra huyền phù chứa giọt dầu bao gồm xenluloza este và dung môi hữu cơ; bổ sung nước vào huyền phù, theo đó làm co rút giọt dầu và tạo thành hạt nhựa; xử lý hạt nhựa trong điều kiện axit hoặc điều kiện kiềm có độ pH = 13 hoặc thấp hơn, theo đó thuỷ phân ít nhất một phần của các liên kết este trong xenluloza este để thu được hạt lõi được tạo thành từ nhựa bao gồm xenluloza làm thành phần chính; và xử lý bề mặt hạt lõi bằng chất xử lý bề mặt.

[12] Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo mục [11], trong đó xenluloza este là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm xenluloza axetat, xenluloza propionat, xenluloza axetat propionat, xenluloza butyrat và xenluloza axetat butyrat.

[13] Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo mục [11] hoặc [12], trong đó chất ổn định phân tán là polyme hoà tan trong nước.

[14] Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [11] đến [13], trong đó 100 phần theo khối lượng của hạt lõi được xử lý bề mặt bằng từ 0,1 đến 30 phần theo khối lượng của chất xử lý bề mặt.

[15] Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [11] đến [14], trong đó chất xử lý bề mặt là chất dạng tấm.

[16] Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo mục [15], trong đó chất dạng tấm có tỷ lệ khung hình (trục lớn/trục nhỏ) là 10 hoặc nhỏ hơn.

[17] Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [11] đến [16], trong đó hạt lõi được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt bằng phương pháp trộn khô hoặc phương pháp cơ hoá học.

Hơn nữa, sáng chế còn đề xuất sản phẩm được mô tả dưới đây.

[18] Sản phẩm thuộc loại bất kỳ trong số mỹ phẩm, chế phẩm da liễu, sơn, vật

dụng tạo hình, màng, tác nhân phủ, và chế phẩm nhựa, mỗi loại chứa hạt nhựa, trong đó hạt nhựa là hạt nhựa theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [10].

Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế đề xuất: hạt nhựa mà có thể tạo ra các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm có ấn tượng xúc giác mỹ mãn, như khả năng lan toả trên da, cảm giác ẩm và độ mềm, và có độ ổn định cao sao cho ấn tượng xúc giác được duy trì trong thời gian kéo dài, mà có thể được thay thế cho hạt nhựa được tạo thành vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ; và các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm, bằng cách sử dụng hạt nhựa. Hơn nữa, sáng chế có thể đề xuất phương pháp sản xuất hạt nhựa mà có thể tạo ra các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm có ấn tượng xúc giác mỹ mãn, như khả năng lan toả trên da, cảm giác ẩm và độ mềm, và có độ ổn định cao sao cho ấn tượng xúc giác được duy trì trong thời gian kéo dài, mà có thể được thay thế cho hạt nhựa được tạo thành vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là ảnh hiển vi điện tử thể hiện trạng thái bề mặt của hạt nhựa được tạo ra trong ví dụ 1.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, các phương án của sáng chế sẽ được mô tả, nhưng sáng chế sẽ không chỉ giới hạn ở các phương án này. Cần phải lưu ý rằng các trị số về đặc tính vật lý khác nhau như được sử dụng trong bản mô tả này là các trị số ở nhiệt độ thường (25°C), nếu không có quy định khác.

Các tác giả sáng chế đã thực hiện các nghiên cứu khác nhau đối với hạt nhựa mà có thể tạo ra các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm có ấn tượng xúc giác mỹ mãn, như khả năng lan toả trên da, cảm giác ẩm và độ mềm, và có độ ổn định cao sao cho ấn tượng xúc giác được duy trì trong thời gian kéo dài, và được tạo thành từ vật liệu tự nhiên và đối với phương pháp sản xuất hạt nhựa. Kết quả là, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng bằng cách chấp nhận cấu thành dưới đây, hạt nhựa mà hầu như được tạo thành từ vật liệu tự nhiên và có thể tạo ra các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm tạo ra các đặc tính khác nhau được mô tả trên đây, có thể thu được. Tức là, hạt

nhựa của sáng chế thu được bằng cách xử lý bề mặt, bằng chất xử lý bề mặt, hạt lõi được tạo thành từ nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính, và có 50% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 50 μm hoặc nhỏ hơn, độ cầu nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,0, độ nhẵn bề mặt nằm trong khoảng từ 70 đến 100%, và độ kết tinh là 60% hoặc nhỏ hơn.

50% cỡ hạt tích lũy (cỡ trung bình; D_{50}) tính theo thể tích là hạt nhựa là 50 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nếu là 30 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa nếu từ 0,5 đến 28 μm , và đặc biệt tốt hơn nếu từ 1 đến 25 μm . Bằng cách thiết lập D_{50} đến khoảng được mô tả trên đây, độ trơn trượt và hiệu suất lấy nét mềm, mà cần phải có trong hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm và tương tự, có thể được thể hiện một cách hữu hiệu.

Tốt hơn, nếu 90% cỡ hạt tích lũy (D_{90}) tính theo thể tích là hạt nhựa 40 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa, nếu 30 μm hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn, nếu từ 5 đến 25 μm . Hơn nữa, 10% cỡ hạt tích lũy (D_{10}) tính theo thể tích là hạt nhựa 0,1 μm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa, nếu 0,5 μm hoặc lớn hơn, và vẫn tốt hơn nữa, nếu từ 1,5 đến 10 μm . Tiếp theo, trị số CV (hệ số biến thiên) của cỡ hạt của hạt nhựa tốt hơn nếu từ 10 đến 90%, tốt hơn nữa, nếu từ 15 đến 75%, và đặc biệt tốt hơn, nếu từ 20 đến 60%. Bằng cách thiết lập D_{90} , D_{10} , và trị số CV đến các khoảng nêu trên tương ứng, độ nhẵn mà không có cảm giác của vật thể lạ, mà cần phải có trong hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm và tương tự, có thể được thể hiện và mỹ phẩm mà có nếp nhăn như vậy được ngăn chặn.

Độ cầu của hạt nhựa nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,0, tốt hơn nếu từ 0,75 đến 1,0, tốt hơn nữa, nếu từ 0,8 đến 1,0, và đặc biệt tốt hơn, nếu từ 0,85 đến 1,0. Bằng cách thiết lập độ cầu đến khoảng được mô tả trên đây, khả năng lan toả trên da và ứng tượng xúc giác mỹ mãn, mà cần phải có trong hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm và tương tự, có thể được thể hiện một cách hiệu quả.

Độ cầu, mà là chỉ số xem liệu hạt nhựa có dạng hình hình cầu hoàn hảo hay không, có thể được đo và được tính toán theo quy trình được mô tả dưới đây. Thứ nhất, hình ảnh SEM của hạt nhựa, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM), được đưa vào phân tích hình ảnh để tính toán độ tròn C đối với mỗi hạt nhựa dựa vào công thức (1) sau đây. Tiếp theo, trị số trung bình theo số học của độ tròn C đối với 10 hạt nhựa hoặc nhiều hơn được chọn tùy ý được xác định là độ cầu.

$$C = (4\pi S_1)/(L^2) \cdots (1)$$

Trong công thức (1), S_1 là diện tích (diện tích nhô ra) của mỗi hạt nhựa trong ảnh chụp và L là chiều dài của phần nhô ra bên ngoài của hạt nhựa trong ảnh chụp. Khi trị số của độ tròn C gần đến 1, hình dạng của hạt gần với hình cầu hoàn hảo.

Độ nhẵn bề mặt của hạt nhựa nằm trong khoảng từ 70 đến 100%, tốt hơn nếu từ 80% đến 100%, và tốt hơn nữa, nếu từ 90 đến 100%. Bằng cách thiết lập độ nhẵn bề mặt đến khoảng nêu trên, ấn tượng xúc giác ưa thích và khả năng lan toả trên da, mà cần phải có trong hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm và tương tự, có thể được thể hiện một cách hữu hiệu.

Độ nhẵn bề mặt của hạt nhựa có thể được đo theo quy trình được mô tả dưới đây. Tức là, ảnh chụp SEM ($\times 5.000$) của hạt nhựa, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM), được quan sát để tính toán độ nhẵn M đối với mỗi hạt nhựa dựa vào công thức (2) sau đây. Tiếp theo, trị số trung bình theo số học của độ nhẵn M đối với 10 hạt nhựa hoặc nhiều hơn được chọn tùy ý được xác định là độ nhẵn bề mặt. Khi trị số độ nhẵn M gần bằng 100, bề mặt của hạt gần như là nhẵn.

$$M = (1 - (S_3)/(S_2)) \times 100 \dots (2)$$

Trong công thức (2), S_2 là diện tích (diện tích nhô ra) của mỗi hạt nhựa trong ảnh chụp và trong trường hợp mà ở đó hạt nhựa và vòng tròn xung quanh hạt nhựa bị chồng lấp, S_3 là, trong vùng được tạo thành bởi đường viền của hạt nhựa và đường viền của hình tròn, tổng các diện tích của các vùng mà tồn tại bên trong đường viền của vòng tròn chồng lấp và diện của các vùng mà tồn tại bên ngoài đường viền của vòng tròn chồng lấp.

Độ kết tinh hạt nhựa là 60% hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nếu là 50% hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa, nếu là 40% hoặc nhỏ hơn. Bằng cách thiết lập độ kết tinh trong khoảng nêu trên, độ ổn định mà cần phải có trong hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm và tương tự có thể được tăng cường và ấn tượng xúc giác và tính ưa nước có thể được cải thiện. Khi độ kết tinh hạt nhựa lớn hơn 60%, độ ổn định của sản phẩm, như mỹ phẩm, đôi khi có thể bị giảm. Cần phải biết rằng vì trong trường hợp mà ở đó xenluloza có độ kết tinh cao được xử lý bề mặt, tác dụng của liên kết hydro giữa chất xử lý bề mặt và xenluloza đôi khi yếu hơn liên kết trong trường hợp mà ở đó xenluloza có độ kết tinh thấp được xử lý bề mặt. Giới hạn dưới của độ kết tinh không bị giới hạn một cách đặc biệt nhưng có thể là 0,1% hoặc lớn hơn.

Độ kết tinh của hạt nhựa có thể được đo và được tính toán theo quy trình được mô tả dưới đây. Tức là, cường độ đỉnh (P) ở khoảng $2\theta = 12^\circ$ và cường độ đỉnh (PB) của đường cơ sở được xác định trong số các đỉnh nhiễu xạ xenluloza typ II của hạt nhựa, được đo bằng nhiễu xạ kế tia X. Tiếp theo, độ kết tinh C của hạt nhựa được tính toán dựa vào công thức (3) sau đây. Khi trị số của độ kết tinh C gần bằng 100, độ kết tinh của hạt nhựa cao hơn. Cần phải lưu ý rằng, theo phương pháp đo-tính toán này, độ kết tinh hạt nhựa (được đưa vào xử lý bề mặt) và độ kết tinh hạt lõi (trước khi xử lý bề mặt) hầu như có cùng trị số.

$$C = \{(P - PB)/PB\} \times 100 \dots (3)$$

Tốt hơn, nếu độ đóng rắn của hạt nhựa nằm trong khoảng từ 50 đến 100% theo thể tích, tốt hơn nữa, nếu từ 60 đến 100% theo thể tích, và đặc biệt tốt hơn, nếu từ 70 đến 100% theo thể tích. Bằng cách thiết lập độ đóng rắn trong khoảng nêu trên, độ ổn định mà cần phải có trong hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm và tương tự có thể được tăng cường hơn và độ trong suốt có thể được cải thiện. Khi độ đóng rắn của hạt nhựa nhỏ hơn 50% theo thể tích, sự tán xạ ánh sáng xảy ra do các vùng rỗng, do đó độ trong suốt cũng giảm. Ngoài ra, khi độ đóng rắn giảm, mức hấp thụ dầu và độ bền bị thay đổi hoặc hạt nhựa cũng trở nên không đồng nhất vì chất lỏng hoặc hạt xuyên vào trong các vùng rỗng. Vì lý do này, khi hạt nhựa có độ đóng rắn thấp được trộn vào sản phẩm, như mỹ phẩm, độ ổn định của sản phẩm đôi khi có thể bị giảm.

Độ đóng rắn của hạt nhựa có thể được đo và được tính toán theo quy trình được mô tả dưới đây. Thứ nhất, ảnh chụp SEM của các phần của hạt nhựa, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM), được đưa vào phân tích hình ảnh để tính toán thể tích của phần được nạp đầy nhựa đối với mỗi hạt nhựa. Tiếp theo, trị số trung bình của thể tích của các phần được nạp đầy với nhựa đối với 10 hạt nhựa hoặc nhiều hơn được chọn tùy ý được xác định là độ đóng rắn (% theo thể tích).

Tốt hơn, nếu tốc độ phân huỷ sinh học trong 5 ngày của hạt nhựa bằng 10% hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa, nếu 20% hoặc nhiều hơn và đặc biệt tốt hơn, nếu 30% hoặc nhiều hơn. Hạt nhựa của sáng chế có tốc độ phân huỷ sinh học ở mức cao, như được mô tả trên đây và do đó có mức sinh khả dụng mỹ mãn. Vì lý do này, hạt nhựa của sáng chế hữu ích làm hạt nhựa để được trộn vào mỹ phẩm và tương tự mà ở đó việc thể hiện mức sinh khả dụng được yêu cầu. Cần phải lưu ý rằng bằng cách tạo ra hạt nhựa

theo theo phương pháp sản xuất mà sẽ được mô tả dưới đây, hạt nhựa có mức sinh khả dụng mỹ mãn hơn có thể thu được so với trong trường hợp mà ở đó hạt nhựa được tạo ra theo phương pháp sản xuất thông thường khác thay vì thực tế rằng hạt nhựa được tạo ra bằng cách sử dụng cùng một nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính. Lý do này không nhất thiết phải được giải thích rõ ràng hơn nữa.

Tốc độ phân huỷ sinh học trong 5 ngày của hạt nhựa được đo theo JIS K6950:2000 (ISO 14851:1999). Cụ thể hơn nữa, tốc độ phân huỷ sinh học trong 5 ngày của hạt nhựa được đo và được tính toán bằng cách thực hiện thử nghiệm trong các điều kiện (đo BOD bằng cách sử dụng thiết bị đo mức tiêu thụ oxy hệ thống khép kín) được thể hiện dưới đây.

Chất tiêm truyền: bùn phản ứng hiếu khí trong nhà máy xử lý nước thải chủ yếu xử lý nước thải sinh hoạt

Vật liệu tham chiếu: xenluloza dạng vi tinh thể

Nồng độ vật liệu thử nghiệm: 100 mg/L

Nồng độ vật liệu tham chiếu: 100 mg/L

Nồng độ chất tiêm truyền: 150 mg/L

Lượng dung dịch thử nghiệm: 300 mL

Nhiệt độ thử nghiệm: $25 \pm 1^\circ\text{C}$

Thời gian nuôi cấy: 30 ngày

Tốc độ phân huỷ sinh học của vật liệu thử nghiệm và vật liệu tham chiếu có thể được tính toán theo công thức sau.

Tốc độ phân huỷ sinh học (%) = $(\text{BODO} - \text{BODB}) / \text{ThOD} \times 100$

BODO (mg): nhu cầu oxy sinh hoá của vật liệu thử nghiệm

BODB (mg): nhu cầu oxy sinh hoá trung bình của vật liệu tham chiếu

ThOD (mg): nhu cầu oxy tối đa theo lý thuyết cần để oxy hoá vật liệu thử nghiệm

Hạt lõi được tạo thành bằng nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính. Nhựa để tạo thành hạt lõi có thể chứa dẫn xuất xenluloza, như xenluloza este, ngoài xenluloza. Hàm lượng của xenluloza trong nhựa để tạo thành hạt lõi tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 50 đến 100% khối lượng vì mức sinh khả dụng của hạt nhựa còn được cải thiện hơn nữa và tốt hơn nữa, nếu từ 60 đến 100% khối lượng, đặc biệt tốt hơn, nếu từ 70 đến

100% khối lượng, và tốt nhất nếu từ 90 đến 100% khối lượng. Xenluloza có thể được trộn vào nhựa để tạo hạt lõi trước hoặc có thể được tạo thành bằng cách cải biến hoá học (ví dụ thủy phân) dẫn xuất xenluloza, như xenluloza este.

Hạt lõi có thể chứa ít nhất một trong số sắc tố và thuốc nhuộm theo ứng dụng. Để thu được hạt lõi chứa sắc tố hoặc thuốc nhuộm, huyền phù có thể được tạo thành, ví dụ bằng cách sử dụng pha dầu còn chứa ít nhất một trong số sắc tố và thuốc nhuộm. Các ví dụ về sắc tố bao gồm các oxit kim loại, như titan dioxit, kẽm oxit, Bengala, sắt oxit màu vàng và sắt oxit màu đen và ngoài ra, Food Yellow No. 4, Food Red No. 202, và Food Blue No. 1, là các tên màu sắc được xác nhận của Nhật bản và muối than. Ngoài ra, các sắc tố giãn nở, như mica, bột talc, cao lanh và canxi carbonat, cũng có thể được sử dụng. Các ví dụ về thuốc nhuộm bao gồm Food Red No. 104, Food Yellow No. 5, và Food Blue No. 1.

Tốt hơn, nếu hạt lõi chứa: sắc tố; và ít nhất một trong số chất hoạt động bề mặt, chất phân tán và chất phân tán polyme. Ngoài ra, tốt hơn nếu sắc tố là sắc tố được xử lý bằng ít nhất một được chọn từ nhóm bao gồm silicon, axit béo, muối kim loại của axit béo, axit amin, muối kim loại của axit amin, chất béo và dầu và lipid.

Hạt lõi có thể chứa ít nhất một trong số tác nhân hấp thụ tia cực tím và tác nhân tán xạ tia cực tím theo ứng dụng. Để thu được hạt lõi chứa tác nhân hấp thụ tia cực tím hoặc tác nhân tán xạ tia cực tím, huyền phù có thể được tạo ra bằng cách sử dụng, ví dụ pha dầu còn chứa ít nhất một trong số tác nhân hấp thụ tia cực tím và tác nhân tán xạ tia cực tím. Các ví dụ về tác nhân hấp thụ tia cực tím và tương tự bao gồm titan dioxit hạt mịn, kẽm oxit hạt mịn, tác nhân hấp thụ tia cực tím dựa trên axit cinamic và tác nhân hấp thụ tia cực tím dựa trên dibenzoylmetan.

Hạt nhựa của sáng chế thu được bằng cách xử lý bề mặt, bằng chất xử lý bề mặt, hạt lõi được tạo thành từ nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính. Người ta đã cho rằng khi hạt lõi được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt, một số loại lớp phủ được tạo thành trên ít nhất một phần bề mặt của hạt lõi do kết dính, đỡ, liên kết hoặc tương tự của chất xử lý bề mặt. Tuy nhiên, hầu như sẽ khó hoặc không thể phân tích và kiểm tra trạng thái kết dính của chất xử lý bề mặt hoặc trạng thái (khoảng, lượng kết dính, độ dày hoặc tương tự) của lớp phủ được tạo thành do sự kết dính hoặc tương tự của chất xử lý bề mặt với hạt lõi.

Tác nhân xử lý đã biết thông thường có thể được sử dụng làm chất xử lý bề mặt. Các ví dụ về chất xử lý bề mặt bao gồm hydroxit kim loại, nhựa silicon, nhựa dựa trên siloxan, silic dioxit kỵ nước, axit béo, muối kim loại của axit béo, chất nền dựa trên axit amin, lipid phức hợp như phospholipit và glycolipit, chất hoạt động bề mặt, sáp, rượu bậc cao, bột talc, canxi carbonat, nhôm, titan dioxit và kẽm oxit. Khi các bề mặt của hạt lõi được xử lý bằng bất kỳ trong số chất xử lý bề mặt, việc xử lý như gia nhiệt, nướng, tạo liên kết ngang và polyme hoá, có thể được thực hiện, nếu cần.

Tốt hơn, nếu chất xử lý ưa lipid được sử dụng làm chất xử lý bề mặt. Bằng cách xử lý bề mặt hạt lõi bằng chất xử lý ưa lipid, hạt nhựa mà có thể tạo ra sản phẩm, như mỹ phẩm có tính ưa nước cao (tính đẩy nước) và có độ ổn định mỹ mẫn hơn, có thể được tạo ra. Các ví dụ về chất xử lý ưa lipid bao gồm tác nhân xử lý dựa trên xà phòng kim loại, tác nhân xử lý dựa trên axit amin, tác nhân xử lý dựa trên phospholipit, tác nhân xử lý dựa trên glycolipit, tác nhân xử lý dựa trên lipid phức hợp và tác nhân xử lý dựa trên ceramit. Trong số các tác nhân khác, tác nhân xử lý dựa trên xà phòng kim loại và tác nhân xử lý dựa trên axit amin là được ưu tiên. Các ví dụ về tác nhân xử lý dựa trên xà phòng kim loại bao gồm muối kim loại của axit stearic, muối kim loại của axit palmitic, muối kim loại của axit myristic, muối kim loại của axit lauric, muối kim loại của axit capric, muối kim loại của axit caprylic, muối kim loại của axit behenic, muối kim loại của axit oleic và muối kim loại của axit 12-hydroxystearic. Trong số các tác nhân khác, muối kim loại của axit stearic tốt hơn nếu được sử dụng. Tác dụng thu được bằng cách xử lý bề mặt hạt lõi bằng chất xử lý ưa lipid có thể được đánh giá, ví dụ bằng cách xác nhận tính thấm ướt của hạt nhựa đối với các loại vật liệu dựa trên mỹ phẩm khác nhau và tính đẩy nước của hạt nhựa.

Tiếp theo, phương pháp sản xuất hạt nhựa nêu trên sẽ được mô tả. Phương pháp sản xuất hạt nhựa của sáng chế là phương pháp sản xuất hạt nhựa nêu trên và bao gồm bước (bước tạo huyền phù) trộn pha dầu (chất lỏng thứ nhất) chứa xenluloza este và dung môi hữu cơ mà hoà tan xenluloza este bằng pha nước (chất lỏng thứ hai) chứa chất ổn định phân tán, theo đó tạo ra huyền phù chứa giọt dầu chứa xenluloza este và dung môi hữu cơ.

Ở bước tạo ra huyền phù, pha dầu chứa xenluloza este và dung môi hữu cơ mà hoà tan xenluloza este được trộn với pha nước chứa chất ổn định phân tán. Bằng cách

trộn và nếu cần, khuấy pha dầu và pha nước, có thể thu được huyền phù mà ở đó giọt dầu chứa xenluloza este và dung môi hữu cơ có thể được phân tán trong nước. Giọt dầu có mặt ở trạng thái được phân tán trong nước và do đó dung môi hữu cơ trong giọt dầu dần chuyển vào trong nước. Tiếp theo, giọt dầu rút lại kèm với việc chuyển dung môi hữu cơ, do đó xenluloza este được hoà tan trong dung môi hữu cơ dần kết tủa. Xenluloza este kết tủa trong khi giữ lại bề mặt nhẵn. Cuối cùng, xenluloza este kết tủa được cố định và hạt nhựa mà là các tiền chất cho hạt lõi hầu như ở dạng rắn và hạt nhựa được tạo thành. Xem liệu việc co rút giọt dầu có xảy ra hay không hoặc có thể được quyết định bằng cách phân tích hình ảnh quan sát được bằng cách sử dụng kính hiển vi quang học, kính hiển vi điện tử hoặc tương tự. Khi việc co rút của giọt dầu xảy ra, hạt lõi và hạt nhựa mà có tính cầu cao (độ cầu), mà hầu như ở dạng rắn, có bề mặt nhẵn và có cỡ hạt mong muốn có thể thu được theo cách này.

Xenluloza este được sử dụng, dẫn xuất xenluloza tự nhiên, đối với các sản phẩm, như mỹ phẩm. Đối với xenluloza este, ít nhất một chất được chọn từ este của axit hữu cơ xenluloza và este của axit xenluloza phosphoric tốt hơn nếu được sử dụng. Cụ thể hơn nữa, đối với xenluloza este, ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm xenluloza axetat, xenluloza propionat, xenluloza axetat propionat, xenluloza butyrat, và xenluloza axetat butyrat tốt hơn nếu được sử dụng.

Bằng cách thủy phân, trong điều kiện phù hợp, ít nhất một phần liên kết este trong xenluloza este có trong nhựa để tạo thành hạt nhựa, hạt lõi và hạt nhựa có độ cầu, độ nhẵn bề mặt và độ rắn mà thích hợp cho ứng dụng mỹ phẩm có thể thu được. Tức là, bằng cách điều khiển thích hợp các điều kiện trong quá trình thủy phân, các khiếm khuyết cũng có thể xảy ra trong quá trình tạo ra hạt lõi chứa nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính được ngăn chặn và hạt nhựa mà có thể được trộn thích hợp vào mỹ phẩm và tương tự có thể được tạo ra.

Đối với xenluloza este, xenluloza este mà ở đó hàm lượng của nhóm axyl, như nhóm axetyl, nhóm propionyl và nhóm butyroyl, là 60% khối lượng hoặc nhỏ hơn là được sử dụng ưu tiên. Trong số các nhóm khác, xenluloza axetat hoặc xenluloza axetat propionat mà ở đó hàm lượng của axyl là 60% khối lượng hoặc nhỏ hơn là được sử dụng ưu tiên. Ngoài ra, xenluloza este như độ nhớt của dung dịch axeton 6% khối lượng là 200 mPa.s hoặc nhỏ hơn là được sử dụng ưu tiên. Khi các xenluloza este được sử

dụng, khiếm khuyết và tương tự không có khả năng xảy ra theo sự phân bố cỡ hạt và ấn tượng xúc giác của hạt lõi thu được và hạt nhựa, và hạt nhựa mà có thể được trộn thích hợp vào mỹ phẩm và tương tự có thể thu được một cách dễ dàng.

Đối với dung môi hữu cơ (dung môi hữu cơ thứ nhất) chứa trong pha dầu, dung môi hữu cơ đã biết mà có thể hoà tan xenluloza este có thể được sử dụng. Đối với các ví dụ cụ thể về dung môi hữu cơ, các dung môi dựa trên este, như metyl format, etyl format, metyl axetat, etyl axetat, và butyl axetat; dung môi dựa trên keton, như axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton và xyclohexanon; các rượu như etanol và n-butanol; dung môi dựa trên ete như etyl xenlosolve, butyl xenlosolve, và etylen glycol dietyl ete; dung môi dựa trên ete glycol như dipropylen glycol monometyl ete; dung môi dựa trên este glycol như propylen glycol monometyl ete axetat; dung môi dựa trên clo như metylen clorua, cloroform và tetracloetan; nitrometan; propylen carbonat và tương tự có thể được sử dụng. Các dung môi hữu cơ này có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều dung môi hữu cơ có thể được sử dụng kết hợp.

Tốt hơn, nếu dung môi hữu cơ là dung môi dựa trên keton, dung môi dựa trên este, rượu, glycol, dung môi dựa trên ete, alkyl được halogen hoá hoặc alkyl được nitrat hoá. Trong số các chất này, dung môi hữu cơ là tốt hơn nữa, nếu là metyl etyl keton, etyl axetat, butanol, propylen glycol monobutyl ete, propyl axetat, hoặc propylen glycol monometyl ete axetat.

Dung môi hữu cơ trong giọt dầu chứa trong huyền phù dần chuyển thành pha nước. Tuy nhiên, khi độ tan trong nước của dung môi hữu cơ quá cao, dung môi hữu cơ cũng có thể chuyển nhanh từ giọt dầu vào pha nước, và do đó hạt nhựa mà được tạo thành bởi sự co rút của giọt dầu và mà là tiền chất đối với hạt lõi có thể không có dạng cầu hoàn hảo hoặc bề mặt nhẵn có thể không được tạo thành. Ngoài ra, khi độ tan trong nước của dung môi hữu cơ quá cao, pha nước có thể xuyên riêng phần vào trong giọt dầu, do đó hạt lõi dạng rắn và hạt nhựa có thể không được tạo thành. Mặt khác, khi độ tan trong nước của dung môi hữu cơ quá thấp, có xu hướng rằng tốc độ chuyển của dung môi hữu cơ từ giọt dầu vào pha nước bị giảm và lượng lớn pha nước cần phải được sử dụng, do đó hạt nhựa có thể gặp bất lợi khi xét đến chi phí sản xuất. Ngoài ra, khi độ tan trong nước của dung môi hữu cơ quá thấp, dung môi hữu cơ cũng có thể còn lại trong hạt nhựa. Vì lý do này, độ tan (độ tan trong nước) của dung môi hữu cơ đối với

100 g nước ở 25°C là từ 0,1 đến 50,0 g, tốt hơn nếu từ 0,5 đến 40,0 g, và tốt hơn nữa, nếu từ 1,0 đến 30,0 g.

Lượng chất lỏng của dung môi hữu cơ chứa trong pha dầu (chất lỏng thứ nhất) tốt hơn nếu gấp 2,0 lần hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa, nếu từ 2,5 đến 15,0 lần, tính theo lượng xenluloza este. Nếu lượng chất lỏng của dung môi hữu cơ trong pha dầu quá nhỏ, xenluloza este cũng kết tủa nhanh chóng khi dung môi hữu cơ trong giọt dầu chuyển vào pha nước. Vì lý do này, hạt lõi và hạt nhựa thu được có thể không có dạng dầu hoàn hảo hoặc bề mặt nhẵn cũng có thể không được tạo thành.

Pha nước mà được sử dụng trong bước tạo ra huyền phù ở dạng lỏng (chất lỏng thứ hai) mà ở đó chất ổn định phân tán được hoà tan trong nước, như nước khử ion. Đối với chất ổn định phân tán, polyme hoà tan trong nước, như xenluloza hoà tan trong nước, rượu polyvinyllic và natri polyacrylat; và các muối vô cơ như hydroxyapatit, canxi phosphat ba bazơ và canxi carbonat, có thể được sử dụng. Các chất ổn định phân tán có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều chất ổn định phân tán có thể được sử dụng kết hợp. Trong số các chất ổn định phân tán, polyme hoà tan trong nước, như xenluloza hoà tan trong nước, rượu polyvinyllic hoặc natri polyacrylat, được ưu tiên sử dụng.

Để ngăn chặn sự phá vỡ hoặc kết tụ của giọt dầu trong huyền phù trong quá trình vận chuyển, tốt hơn nếu loại và nồng độ của chất ổn định phân tán mà được sử dụng trong pha nước được thiết lập phù hợp. Hàm lượng của chất ổn định phân tán trong pha nước tốt hơn nếu là 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa, nếu từ 1 đến 20% khối lượng.

Tốt hơn, nếu pha nước còn chứa dung môi hữu cơ thứ hai. Dung môi hữu cơ (dung môi hữu cơ thứ nhất) trong pha dầu có thể chuyển nhanh chóng vào pha nước phụ thuộc vào loại. Do đó, bằng cách trộn pha nước chứa dung môi hữu cơ thứ hai với pha dầu, việc chuyển nhanh dung môi hữu cơ thứ nhất trong pha dầu vào pha nước có thể được ngăn chặn, sao cho hạt lõi và hạt nhựa có độ cầu cao hơn và có bề mặt nhẵn hơn có thể được tạo ra. Đối với dung môi hữu cơ thứ hai, bất kỳ trong số các dung môi hữu cơ nêu trên (dung môi hữu cơ thứ nhất) mà có thể được sử dụng trong pha dầu, bao gồm các dung môi hữu cơ thứ nhất được ưu tiên, có thể được sử dụng. Cần phải lưu ý rằng, dung môi hữu cơ thứ nhất và dung môi hữu cơ thứ hai có thể thuộc cùng một loại

hoặc thuộc các loại khác nhau.

Ở bước tạo ra huyền phù, huyền phù được tạo ra bằng cách trộn pha dầu và pha nước. Để trộn pha dầu và pha nước, pha dầu có thể được bổ sung vào pha nước kèm khuấy hoặc pha nước có thể được bổ sung vào pha dầu kèm khuấy. Cỡ hạt của giọt dầu được tạo thành được điều chỉnh phù hợp bằng cách sử dụng thiết bị nhũ hoá, như thiết bị phân tán hoặc thiết bị đồng hoá, nếu cần. Cỡ hạt của giọt dầu được tạo thành có thể được điều chỉnh dễ dàng, ví dụ bằng cách làm thay đổi số lần quay của thiết bị đồng nhất để điều chỉnh lực biến dạng. Kết quả là, cỡ hạt của hạt lõi và hạt nhựa thu được có thể được điều chỉnh thích hợp theo cách để nằm trong khoảng mong muốn.

Tốt hơn, nếu lượng chất lỏng của pha nước được thiết lập đến 3,0 lần hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa, nếu từ 0,2 đến 2,8 lần, tính theo lượng chất lỏng của pha dầu. Bằng cách thiết lập lượng chất lỏng của pha nước đến khoảng nêu trên, việc chuyển nhanh dung môi hữu cơ trong pha dầu vào pha nước có thể được ngăn chặn, sao cho hạt lõi và hạt nhựa có độ cầu cao hơn và có bề mặt nhẵn có thể được tạo ra.

Phương pháp sản xuất hạt nhựa của sáng chế còn bao gồm bước (bước co rút) bổ sung nước vào huyền phù, theo đó làm co rút giọt dầu và tạo thành hạt nhựa. Bằng cách bổ sung nước vào huyền phù, giọt dầu trong huyền phù có thể được co rút nhanh hơn và hạt nhựa mà là tiền chất đối với hạt lõi và hạt nhựa có thể được tạo thành. Lượng chất lỏng của nước được bổ sung vào huyền phù tốt hơn nếu là 0,5 lần hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa, nếu từ 1 đến 100 lần, tính theo lượng chất lỏng của huyền phù.

Ở bước co rút, tốt hơn nếu nước được bổ sung vào huyền phù trong thời gian khoảng 10 phút hoặc lâu hơn. Bằng cách bổ sung nước vào trong thời gian 10 phút hoặc lâu hơn, việc chuyển nhanh dung môi hữu cơ trong giọt dầu vào pha nước có thể được ngăn chặn, sao cho hạt nhựa, hạt lõi và hạt nhựa có độ cầu cao hơn và có bề mặt nhẵn hơn có thể được tạo ra. Cụ thể, tốt hơn nếu nước được bổ sung vào huyền phù trong 30 phút hoặc lâu hơn, tốt hơn nữa, nếu nước được bổ sung vào trong 45 phút hoặc lâu hơn và nước đặc biệt tốt hơn, nếu được bổ sung vào trong từ 60 đến 300 phút.

Phương pháp sản xuất hạt nhựa của sáng chế còn bao gồm bước (bước thủy phân) xử lý hạt nhựa được tạo thành ở bước co rút nêu trên trong điều kiện axit hoặc điều kiện kiềm có độ pH = 13 hoặc thấp hơn, theo đó thủy phân ít nhất một phần liên kết este trong xenluloza este. Theo đó, hạt lõi là tiền chất đối với hạt nhựa mà được tạo

thành từ nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính, mà có độ cầu mong muốn, độ nhẵn bề mặt và độ hoà tan và mà có mức sinh khả dụng ưa thích có thể thu được.

Trong trường hợp mà ở đó hạt nhựa được xử lý trogn điều kiện kiềm, độ pH bằng 13 hoặc thấp hơn, tốt hơn nếu từ 8 đến 13. Khi độ pH cao hơn 13, xenluloza được tạo ra bằng cách thuỷ phân các liên kết este cũng sẽ kết tụ, do đó hạt lõi và hạt nhựa có các đặc tính mong muốn có thể thu được. Ngoài ra, trong trường hợp mà ở đó hạt nhựa được xử lý trong điều kiện axit, độ pH tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1,5 đến 6, tốt hơn nữa, nếu từ 1,8 đến 5,5.

Nhiệt độ trong quá trình thuỷ phân tốt hơn nếu được thiết lập đến 100°C hoặc thấp hơn. Tức là, ít nhất một phần liên kết este trong xenluloza este tốt hơn nếu được thuỷ phân bằng cách xử lý hạt nhựa trong điều kiện nhiệt độ 100°C hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa, nếu trong điều kiện nhiệt độ từ 0 đến 90°C, và đặc biệt tốt hơn, nếu ở từ 10 đến 80°C. Độ (độ tiến triển) thuỷ phân các liên kết este có thể được điều khiển bằng quang phổ hồng ngoại (IR) nếu cần. Quá trình làm trung hoà có thể được thực hiện bằng cách bổ sung axit hoặc kiềm sau khi kiểm tra độ (độ tiến triển) của quá trình thuỷ phân.

Sau khi thuỷ phân, các thành phần không cần thiết có thể được loại bỏ, ví dụ, bằng cách đưa các hạt lõi được tạo ra vào quá trình lọc và rửa. Tiếp theo, việc rửa được lặp lại nhiều lần nếu cần và sau đó làm khô và tiến hành xử lý phân huỷ và theo đó hạt lõi mà là tiền chất đối với hạt nhựa có thể thu được.

Phương pháp sản xuất hạt nhựa của sáng chế bao gồm bước (bước xử lý bề mặt) xử lý bề mặt, bằng chất xử lý bề mặt, hạt lõi thu được ở bước thuỷ phân nêu trên. Ở bước xử lý bề mặt, 100 phần theo khối lượng của hạt lõi tốt hơn nếu được xử lý bằng từ 0,1 đến 30 phần theo khối lượng, tốt hơn nữa, nếu từ 0,5 đến 20 phần theo khối lượng, và đặc biệt tốt hơn, nếu từ 1 đến 10 phần theo khối lượng, của chất xử lý bề mặt. Bằng cách thiết lập lượng chất xử lý bề mặt tính theo lượng hạt lõi, mà là đối tượng sẽ được xử lý, đến khoảng nêu trên, hạt nhựa có ấn tượng xúc giác mịn hơn, như khả năng lan toả trên da, cảm giác ẩm và độ mềm, mà cần phải có trong hạt nhựa sẽ được trộn vào mỹ phẩm và tương tự, và có độ ổn định cao hơn có thể được tạo ra.

Tốt hơn, nếu chất xử lý bề mặt là chất dạng tấm. "Chất dạng tấm" dùng để chỉ chất có tỷ lệ trục lớn với trục nhỏ (trục lớn/trục nhỏ) lớn hơn 1 và tỷ lệ của trục lớn với

độ dày (trục lớn/độ dày) là 2 hoặc lớn hơn. Chất dạng tấm có các đặc tính hoá học của nó do các bề mặt và vì có độ dày đã nêu, có thể xử lý bề mặt vật thể cần được xử lý theo cách ổn định vật lý và hoá học. Vì lý do này, bằng cách sử dụng chất dạng tấm làm chất xử lý bề mặt, các đặc tính mới có thể được tạo ra cho hạt lõi ổn định hơn. Cần phải lưu ý rằng tỷ lệ khung hình (trục lớn/trục nhỏ) của chất dạng tấm tốt hơn nếu bằng 2 hoặc lớn hơn và 10 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa, nếu bằng 8 hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn, nếu bằng 5 hoặc nhỏ hơn.

Khi hạt lõi có độ cầu cao và độ nhẵn bề mặt cao được xử lý bề mặt, các bề mặt của hạt lõi có thể được phủ theo cách mật độ dày và do đó độ ổn định vật lý và hiệu quả hoá học của hạt nhựa thu được có thể được tăng cường hơn. Hơn nữa, bằng cách xử lý bề mặt hạt lõi bằng chất dạng tấm, tác dụng cụ thể nêu trên có thể được tăng cường. Trái lại, hạt thu được bằng cách điều chỉnh trực tiếp hình dạng của xenluloza thành dạng cầu hoặc hạt được tái tạo bằng quy trình vitco có độ cầu thấp và độ nhẵn bề mặt thấp và do đó khi hạt này được xử lý bề mặt, ví dụ bằng quy trình khô, các phần lõm vào trên bề mặt của hạt có thể còn lại không được xử lý hoặc các đặc tính dính có thể bị giảm. Hơn nữa, với hạt thu được bằng cách điều chỉnh trực tiếp hình dạng của xenluloza thành dạng cầu hoặc hạt được tái tạo bằng quy trình vitco, liên kết hydro liên phân tử ở mức mạnh. Vì lý do này, cần phải biết rằng độ ổn định hấp phụ hoá học của chất xử lý bề mặt với hạt này có thể bị giảm và tác dụng xử lý bề mặt cũng bị giảm.

Theo phương pháp sản xuất hạt nhựa của sáng chế, hạt nhựa mà ở đó xenluloza este, mà được sử dụng làm vật liệu thô, được cố định, với liên kết hydro sẽ yếu, thành dạng cầu hoàn hảo được tạo thành và sau đó vị trí este của hạt nhựa được thuỷ phân tương đối chậm để thu được hạt lõi được tạo thành từ nhựa chứa xenluloza làm thành phần chính, và hạt lõi được xử lý bề mặt tiếp theo. Vì lý do này, cần phải biết rằng liên kết hydro giữa các phân tử xenluloza được ngăn chặn và do đó cần phải biết rằng lực liên kết hydro giữa các phân tử xenluloza và chất xử lý bề mặt có thể được tăng cường và tác dụng xử lý bề mặt có thể được cải thiện hơn nữa.

Cỡ gia tăng trung bình của chất dạng tấm mà được sử dụng làm chất xử lý bề mặt tốt hơn nếu bằng 5,0 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa, nếu bằng 1,0 μm hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, tốt hơn nếu độ dày trung bình của chất dạng tấm bằng 1,0 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa, nếu bằng 0,5 μm hoặc nhỏ hơn. Khi độ dày của chất dạng tấm mỏng hơn

hoặc khi cỡ đạt được của chất dạng tấm nhỏ hơn, bề mặt của hạt lõi có thể được phủ một cách dày hơn và do đó độ ổn định vật lý và tác dụng hoá học có thể được tăng cường hơn nữa. Cỡ đạt được trung bình của chất dạng tấm là trị số trung bình theo số học của các trị số thu được thông qua việc đo bằng thiết bị phân tích mức phân phối cỡ hạt. Tỷ lệ khung hình (trục lớn/trục nhỏ) của chất dạng tấm được tính toán bằng cách sử dụng các trị số trung bình theo số học của trục lớn và trục nhỏ của 10 chất dạng tấm hoặc nhiều hơn được chọn tùy ý trong ảnh chụp SEM ($\times 5.000$) của chất dạng tấm, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM). Độ dày của chất dạng tấm được tính toán dưới dạng trị số trung bình theo số học của độ dày của chất dạng tấm hoặc nhiều hơn được chọn tùy ý trong ảnh chụp SEM ($\times 5.000$) của các chất dạng tấm, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM).

Hạt nhựa có thể thu được bằng cách xử lý bề mặt hạt lõi khiến cho việc sử dụng kết dính, liên kết ion, liên kết cộng hoá trị hoặc tương tự của chất xử lý bề mặt. Các ví dụ cụ thể về việc xử lý bề mặt bao gồm trộn khô (xử lý khô), xử lý ướt, xử lý pha khí, xử lý phun khô và xử lý cơ hoá học. Việc xử lý cơ hoá học là một trong số các phương pháp để xử lý chất rắn với chất rắn và là việc xử lý khiến cho sử dụng hoạt tính bề mặt hoặc mang điện bề mặt của hạt bằng cách nghiền, cán, ma sát hoặc tương tự mà khiến cho cấu trúc và trạng thái liên kết của chất nền thay đổi. Trong số các phương pháp xử lý bề mặt nêu trên, việc xử lý trộn khô và xử lý cơ hoá học là được ưu tiên.

Hạt nhựa nêu trên là hạt nhựa mà có độ cầu ở mức cao (độ cầu), mà là dạng rắn, mà có bề mặt nhẵn và có mức sinh khả dụng mỹ mãn và thu được bằng cách sử dụng vật liệu tự nhiên làm thành phần chính. Vì lý do này, các loại sản phẩm khác nhau, như mỹ phẩm, chế phẩm da liễu, sơn, vật dụng tạo hình, màng, tác nhân phủ, và chế phẩm nhựa, mà có ấn tượng xúc giác mỹ mãn, như khả năng lan toả trên da, cảm giác ướt và độ mềm và mà có độ ổn định cao sao cho ấn tượng xúc giác được duy trì trong thời gian kéo dài, có thể được tạo ra mà không sử dụng hạt nhựa được tạo thành từ vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ bằng cách cho phép hạt nhựa nêu trên được chứa trong sản phẩm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách cụ thể hơn có dựa vào các ví dụ,

nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Cần phải lưu ý rằng "các phần" và "%" trong các ví dụ và ví dụ so sánh được tính theo khối lượng, nếu không có quy định khác.

Sản xuất Hạt nhựa

(Ví dụ 1)

Pha dầu được tạo ra bằng cách hoà tan 150 phần xenluloza axetat (tên thương mại "CA-398-6," được sản xuất bởi Eastman Chemical Company, tỷ lệ hàm lượng của nhóm axetyl: 39,8%) trong 1,350 phần etyl axetat (độ tan trong nước: 8 g/100 g). Ngoài ra, pha nước được tạo ra bằng cách hoà tan 100 phần rượu polyvinyllic trong 1,250 phần nước trao đổi ion. Bổ sung pha dầu vào và trộn với pha nước thu được và khuấy hỗn hợp thu được bằng cách sử dụng dụng cụ hoà tan ở 1.000 vòng/phút trong 3 phút. Khuấy tiếp hỗn hợp bằng cách sử dụng dụng cụ khuấy ở 2.000 vòng/phút trong 10 phút để thu được huyền phù mà ở đó giọt dầu được phân tán đồng nhất. Cỡ hạt trung bình theo thể tích của giọt dầu, như đo được thông qua sự quan sát bằng kính hiển vi quang học và phân tích hình ảnh, là 18 μm .

Thể phân tán hạt nhựa thu được bằng cách rót 42.000 phần nước trao đổi ion vào huyền phù thu được trong 90 phút trong khi huyền phù được khuấy bằng cách sử dụng dụng cụ khuấy ở 500 vòng/phút. Hạt nhựa được đưa vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion và khuấy. Hạt nhựa thu được thông qua quá trình lọc và rửa được phân tán trong 2.500 phần nước trao đổi ion. Thêm natri hydroxit vào để điều chỉnh độ pH của thể phân tán đến 13.0 hoặc thấp hơn và gia nhiệt thể phân tán đến 50°C để thực hiện phản ứng thủy phân. Sau khi phản ứng thủy phân kết thúc, làm trung hoà dung dịch phản ứng bằng axit clohydric. Cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion. Tiếp theo, cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó đưa vào xử lý khô và thiêu kết để thu được hạt lõi có cỡ trung bình (D_{50}) là 9 μm .

Trong máy trộn cỡ nhỏ, 50 g hạt lõi thu được và 1,5 g kẽm stearat (tên thương mại "SPZ-100F," được sản xuất bởi SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., bột dạng tấm, cỡ hạt trung bình là 0,4 μm , độ dày là 0,1 μm , tỷ lệ khung hình là 3) được đặt vào và trộn khô trong 3 phút để xử lý bề mặt hạt lõi bằng kẽm stearat, và thu được hạt nhựa theo cách này. Fig.1 thể hiện ảnh chụp kính hiển vi điện tử mà thể hiện trạng thái

bề mặt của hạt nhựa thu được.

(Ví dụ 2)

Hạt nhựa thu được theo cùng cách như trong ví dụ 1 nêu trên, ngoại trừ rằng 2,5 g magie stearat (tên thương mại "SPX-100F," được sản xuất bởi SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., bột dạng tấm, cỡ hạt được trung bình 0,7 μm , độ dày 0,1 μm , tỷ lệ khung hình 4) được sử dụng thay cho kẽm stearat.

(Ví dụ 3)

Hạt nhựa thu được theo cùng cách như trong ví dụ 1 nêu trên, ngoại trừ rằng 1,5 g kẽm myristat (bột dạng tấm, cỡ hạt được trung bình 0,6 μm , độ dày 0,1 μm , tỷ lệ khung hình 3) được tổng hợp bằng phương pháp thông thường được sử dụng thay cho kẽm stearat.

(Ví dụ tham chiếu 4)

Thêm 50 g hạt lõi được tạo ra trong ví dụ 1 vào 1.000 g nước trao đổi ion và sau đó đưa hỗn hợp thu được vào xử lý phân tán bằng thiết bị đồng nhất trong 10 phút để thu được thể huyền phù. Thêm 50g dung dịch natri laurat 5% vào thể phân tán thu được và khuấy đủ hỗn hợp thu được và sau đó thêm lượng dư magie clorua vào để xử lý bề mặt hạt lõi với magie laurat. Sau khi làm trung hoà, cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa. Hơn nữa, đưa sản phẩm vào làm khô và xử lý thiêu kết để thu được hạt nhựa.

(Ví dụ 5)

Pha dầu được tạo thành bằng cách hoà tan 200 phần xenluloza axetat propionat (tên thương mại "CAP-482-0.5," được sản xuất bởi Eastman Chemical Company, tổng tỷ lệ hàm lượng của nhóm axetyl và nhóm propionyl : 46,5%) trong 1.000 phần etyl axetat (độ tan trong nước: 8 g/100g). Ngoài ra, pha nước được tạo ra bằng cách hoà tan 100 phần rượu polyvinyllic trong 1.150 phần nước trao đổi ion. Thêm pha dầu vào và trộn với pha nước, và khuấy hỗn hợp thu được bằng cách sử dụng dụng cụ hoà tan ở 1.000 vòng/phút trong 3 phút. Khuấy tiếp hỗn hợp bằng cách sử dụng dụng cụ khuấy ở 1.800 vòng/phút trong 5 phút để thu được huyền phù mà ở đó giọt dầu được phân tán đồng nhất. Cỡ hạt trung bình theo thể tích của giọt dầu, như đo được thông qua sự quan sát bằng kính hiển vi quang học và phân tích hình ảnh, là 17 μm .

Thể phân tán hạt nhựa thu được bằng cách rót 22,550 phần nước trao đổi ion vào huyền phù thu được trong 90 phút trong khi huyền phù được khuấy bằng cách sử

dụng dụng cụ khuấy ở 500 vòng/phút. Hạt nhựa được đưa vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion và khuấy. Hạt nhựa được đưa vào quá trình lọc và rửa, và sau đó cho vào làm khô và xử lý thiêu kết để thu được hạt nhựa. Phân tán hạt nhựa thu được trong 5.000 phần nước trao đổi ion. Thêm natri hydroxit vào để điều chỉnh độ pH của thể phân tán đến 13,0 hoặc thấp hơn và gia nhiệt thể phân tán đến 45°C để thực hiện phản ứng thủy phân. Sau khi phản ứng thủy phân kết thúc, làm trung hoà dung dịch phản ứng bằng axit axetic. Cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion. Tiếp theo, cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó đưa vào xử lý khô và thiêu kết để thu được hạt lõi có cỡ trung bình (D_{50}) là 8 μm .

Trong máy trộn cỡ nhỏ, 100 g hạt lõi thu được và 7,0 g canxi stearat (tên thương mại "NISSAN ELECTOL MC-2," được sản xuất bởi NOF CORPORATION, bột dạng tấm, cỡ đạt được trung bình 2,0 μm , độ dày 0,1 μm , tỷ lệ khung hình 2) được đặt vào và trộn khô trong 3 phút để xử lý bề mặt hạt lõi bằng canxi stearat và thu được hạt nhựa theo cách này.

(Ví dụ 6)

Pha dầu được tạo ra bằng cách hoà tan 89 phần xenluloza axetat propionat (tên thương mại "CAP-504-0.2," được sản xuất bởi Eastman Chemical Company, tổng tỷ lệ hàm lượng của nhóm axetyl và nhóm propionyl: 43,0%) trong 1.000 phần 1-butanol (độ tan trong nước: 8 g/100 g). Thêm 10 phần hạt mịn titan oxit (tên thương mại "MT-100TV," được sản xuất bởi TAYCA CORPORATION), được xử lý bằng axit béo và 1 phần chất phân tán acrylic silicon (tên thương mại "KP-578," được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) vào pha dầu và trộn hỗn hợp thu được để làm phân tán hạt mịn titan oxit trong pha dầu. Ngoài ra, pha nước được tạo thành bằng cách hoà tan 60 phần axit polyacrylic trong 940 phần nước trao đổi ion. Thêm pha dầu vào và trộn với pha nước thu được, và khuấy hỗn hợp thu được bằng cách sử dụng dụng cụ hoà tan ở 1.000 vòng/phút trong 3 phút. Khuấy tiếp hỗn hợp bằng cách sử dụng dụng cụ khuấy ở 2.800 vòng/phút for 20 phút để thu được huyền phù mà ở đó giọt dầu được phân tán đồng nhất. Cỡ hạt trung bình theo thể tích của giọt dầu, như đo được thông qua sự quan sát bằng kính hiển vi quang học và phân tích hình ảnh, là 8 μm .

Thể phân tán hạt nhựa thu được bằng cách rót 68.000 phần nước trao đổi ion

vào huyền phù thu được trong 240 phút trong khi huyền phù được khuấy bằng cách sử dụng dụng cụ khuấy ở 500 vòng/phút. Hạt nhựa được đưa vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion và khuấy. Hạt nhựa được đưa vào quá trình lọc và rửa, và sau đó cho vào làm khô và xử lý thiêu kết để thu được hạt nhựa. Phân tán hạt nhựa thu được trong 5.000 phần nước trao đổi ion. Thêm natri hydroxit vào để điều chỉnh độ pH của thể phân tán đến 13,0 hoặc thấp hơn và gia nhiệt thể phân tán đến 55°C để thực hiện phản ứng thủy phân. Sau khi phản ứng thủy phân kết thúc, làm trung hoà dung dịch phản ứng bằng axit axetic. Cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion. Tiếp theo, cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó đưa vào xử lý khô và thiêu kết để thu được hạt lõi có cỡ trung bình (D_{50}) là 4 μm .

Trong máy trộn cỡ nhỏ, 50 g hạt lõi thu được và 5,5 g kẽm stearat (tên thương mại "SPZ-100F," được sản xuất bởi SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., bột dạng tấm, cỡ đạt được trung bình 0,4 μm , độ dày 0,1 μm , tỷ lệ khung hình 3) được đặt vào và trộn khô trong 3 phút để xử lý bề mặt hạt lõi bằng kẽm stearat, và thu được hạt nhựa theo cách này.

(Ví dụ so sánh 1)

Hạt mịn xenluloza (tên thương mại "CELLULOBEADS D-5," được sản xuất bởi DAITO KASEI KOGYO CO., LTD.) được sử dụng làm hạt nhựa của ví dụ so sánh 1.

(Ví dụ so sánh 2)

Hạt lõi (không được xử lý bề mặt) được tạo ra trong ví dụ 1 được sử dụng làm hạt nhựa của Ví dụ so sánh 2.

(Ví dụ so sánh 3)

Hạt lõi (không được xử lý bề mặt) được tạo ra trong ví dụ 5 được sử dụng làm hạt nhựa của Ví dụ so sánh 3.

(Ví dụ so sánh 4)

Pha dầu được tạo ra bằng cách hoà tan 100 phần xenluloza axetat propionat (tên thương mại "CAP-482-0.5," được sản xuất bởi Eastman Chemical Company, tổng tỷ lệ hàm lượng của nhóm axetyl và nhóm propionyl: 46,5%) trong 700 phần etyl axetat (độ tan trong nước: 8 g/100 g). Ngoài ra, an pha nước được tạo thành bằng cách hoà tan 40

phần rượu polyvinyllic trong 760 phần nước trao đổi ion. Thêm pha dầu vào và trộn với pha nước thu được, và khuấy hỗn hợp thu được bằng cách sử dụng dụng cụ hoà tan ở 1.000 vòng/phút trong 3 phút. Khuấy tiếp hỗn hợp bằng cách sử dụng dụng cụ khuấy ở 1,950 vòng/phút trong 8 phút để thu được huyền phù mà ở đó giọt dầu được phân tán đồng nhất. Cỡ hạt trung bình theo thể tích của giọt dầu, như đo được thông qua sự quan sát bằng kính hiển vi quang học và phân tích hình ảnh, là 20 μm .

Huyền phù chứa hạt nhựa thu được bằng cách rót 16.000 phần nước trao đổi ion vào huyền phù thu được trong 100 phút trong khi huyền phù được khuấy bằng cách sử dụng dụng cụ khuấy ở 500 vòng/phút. Hạt nhựa được đưa vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion và khuấy. Hạt nhựa thu được thông qua quá trình lọc và rửa được phân tán trong 3.000 phần nước trao đổi ion. Thêm natri hydroxit vào để điều chỉnh độ pH của thể phân tán đến 13,5 và gia nhiệt thể phân tán đến 65°C để thực hiện phản ứng thủy phân. Sau khi phản ứng thủy phân kết thúc, làm trung hoà dung dịch phản ứng bằng axit axetic. Cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó khử keo tụ trong nước trao đổi ion. Tiếp theo, cho sản phẩm vào quá trình lọc và rửa, và sau đó đưa vào xử lý khô và thiêu kết để thu được hạt lõi có cỡ trung bình (D_{50}) là 17,5 μm .

Trong máy trộn cỡ nhỏ, 50 g hạt lõi thu được và 2,5 g magie stearat (tên thương mại "SPX-100F," được sản xuất bởi SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., bột dạng tấm, cỡ đạt được trung bình 0,7 μm , độ dày 0,1 μm , tỷ lệ khung hình 4) được đặt vào và trộn khô trong 3 phút để xử lý bề mặt hạt lõi bằng magie stearat và thu được hạt nhựa theo cách này.

<Đánh giá hạt nhựa>

(Cỡ hạt và hệ số biến thiên (trị số CV))

50% cỡ hạt tích lũy (D_{50}) tính theo thể tích, 10% cỡ hạt tích lũy (D_{10}) tính theo thể tích và 90% cỡ hạt tích lũy (D_{90}) tính theo thể tích là hạt nhựa đo được bằng cách sử dụng thiết bị đếm Coulter (được sản xuất bởi Beckman Coulter, Inc.), và hệ số biến thiên (trị số CV) của cỡ hạt được tính toán. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

(Độ cầu)

Ảnh chụp của hạt nhựa, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM), được đưa vào phân tích hình ảnh để tính toán độ tròn C đối với mỗi hạt nhựa dựa vào

công thức (1) sau. Tiếp theo, trị số trung bình theo số của độ tròn C đối với 10 hạt nhựa hoạt nhiều hơn được chọn tùy ý được xác định là độ cầu. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

$$C = (4\pi S_1)/(L^2) \dots (1)$$

Trong công thức (1), S_1 là diện tích (diện tích nhô ra) của mỗi hạt nhựa trong ảnh chụp và L là chiều dài của phần chu vi ngoài của hạt nhựa trong ảnh chụp. Khi trị số độ tròn C gần bằng 1, hình dạng của hạt gần với hình cầu hoàn hảo.

(Độ nhẵn bề mặt)

Ảnh chụp SEM ($\times 5.000$) hạt nhựa, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM), được quan sát để tính toán độ nhẵn M đối với mỗi hạt nhựa dựa vào công thức (2). Tiếp theo, trị số trung bình theo số của độ nhẵn M đối với 10 hạt nhựa hoặc nhiều hơn được chọn tùy ý được xác định là độ nhẵn bề mặt. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1. Khi trị số về độ nhẵn M gần bằng 100, bề mặt của hạt gần nhẵn.

$$M = (1 - (S_3)/(S_2)) \times 100 \dots (2)$$

Trong công thức (2), S_2 là diện tích (diện tích nhô ra) của mỗi hạt nhựa trong ảnh chụp và trong trường hợp mà ở đó hạt nhựa và hình tròn gần bằng hạt nhựa được xếp chồng, S_3 là, trong vùng được tạo thành bởi đường viền của hạt nhựa và đường viền của hình tròn, tổng các diện của khu vực mà có bên trong đường viền của hình tròn chồng lặp và diện tích của khu vực mà có bên ngoài đường viền của hình tròn xếp chồng.

(Độ kết tinh)

Cường độ đỉnh (P) ở khoảng $2\theta = 12^\circ$ và cường độ đỉnh (PB) của đường cơ bản được xác định trong số các đỉnh nhiễu xạ xenluloza typ II của hạt nhựa, đo được bằng nhiễu xạ kế tia X. Tiếp theo, độ kết tinh C của hạt nhựa được tính toán dựa vào công thức (3) sau đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1. Khi trị số về độ kết tinh C gần bằng 100, độ kết tinh hạt nhựa ở mức cao hơn.

$$C = \{(P - PB)/PB\} \times 100 \dots (3)$$

(Độ đóng rắn)

Ảnh chụp SEM của các phần của hạt nhựa, được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét qua (SEM), được đưa vào phân tích hình ảnh để tính toán thể tích của phần được nạp đầy nhựa đối với mỗi hạt nhựa. Tiếp theo, trị số trung bình của các thể tích của các

phần được nạp đầy nhựa đối với 10 hạt nhựa hoặc nhiều hơn được chọn tùy ý được xác định là độ đóng rắn (% theo thể tích). Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

(Hàm lượng xenluloza)

Hàm lượng của xenluloza trong nhựa tạo thành hạt nhựa được đo bằng quang phổ hấp thụ hồng ngoại. Cụ thể, mỗi hỗn hợp chứa xenluloza và xenluloza este ở tỷ lệ tùy ý được tạo thành để tạo ra đường cong định cỡ tính theo mật độ đỉnh của axit carboxylic ở khoảng 1750 cm^{-1} . Tiếp theo, hàm lượng xenluloza trong nhựa tạo thành hạt nhựa (hạt lõi) được tính toán bằng cách sử dụng đường cong định cỡ. Hàm lượng được tính toán của xenluloza được thể hiện trong bảng 1. Cần phải lưu ý rằng khi các đỉnh hấp thụ của chất xử lý bề mặt và các đỉnh hấp thụ của hỗn hợp được chồng lấp, tiến hành đo sau khi loại bỏ chất xử lý bề mặt.

Bảng 1

	D50 (μm)	Độ cầu	Độ kết tinh (%)	D90 (μm)	D10 (μm)	Trị số CV (%)	Độ nhẵn bề mặt (%)	Độ đóng rắn (%)	Hàm lượng (%) của xenluloza
Ví dụ 1	9,0	0,96	21,4	18,0	5,0	51	92	94	100
Ví dụ 2	9,0	0,96	21,4	18,0	5,0	51	92	94	100
Ví dụ 3	9,0	0,96	21,4	18,0	5,0	51	92	94	100
Ví dụ tham chiếu 4	9,0	0,96	21,4	18,0	5,0	51	92	94	100
Ví dụ 5	8,0	0,95	32,7	14,1	4,1	51	96	85	100
Ví dụ 6	4,0	0,98	32,1	7,2	2,2	48	97	97	89
Ví dụ so sánh 1	13,0	0,67	68,0	27,0	9,1	50	62	66	100
Ví dụ so sánh 2	9,0	0,96	21,4	18,0	5,0	51	92	94	100
Ví dụ so sánh 3	8,0	0,95	32,7	14,1	4,1	51	96	85	100
Ví dụ so sánh 4	17,5	0,50	64,1	46,4	8,4	70	51	88	100

(Ấn tượng xúc giác)

Việc đánh giá độ nhạy về ấn tượng xúc giác đối với hạt nhựa bằng thử nghiệm panen của mười người. Mỗi trong số "khả năng lan toả trên da", "cảm giác ẩm" và "độ mềm" được quyết định tổng số khi chạm vào hạt nhựa và đánh giá trên thang điểm từ 1

đến 5 theo tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây để đánh giá điểm số trung bình ở mười người.

Các kết quả được thể hiện trong bảng 2.

- 5: mỹ mãn
- 4: trên trung bình
- 3: trung bình
- 2: dưới trung bình
- 1: kém

(Tính đầy nước)

Tính ưa nước của hạt nhựa được tính toán theo tính đầy nước của hạt nhựa. Cụ thể, đặt 20 mL nước trao đổi ion vào trong ống thử nghiệm 50 mL và tiếp theo đặt 0,5 g hạt nhựa vào đó và sau đó khuấy nhẹ hỗn hợp thu được bằng thìa. Sau một ngày, hàm lượng trong ống thử nghiệm được quan sát và đánh giá tính đầy nước của hạt nhựa theo tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 2.

- 5: hạt nổi hoàn toàn.
- 4: số lượng ít hạt được kết lắng.
- 3: có hạt kết lắng.
- 2: hầu hết hạt được kết lắng
- 1: tất cả hạt được kết lắng.

(Tốc độ phân huỷ sinh học)

Tốc độ phân huỷ sinh học (sau 5 ngày) của hạt nhựa được đo và được tính toán theo JIS K6950:2000 (ISO 14851:1999). Các kết quả được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2

	Tính lan toả trên da	Cảm giác ẩm	Độ mềm	Tính đầy nước	Tốc độ phân huỷ sinh học (%)
Ví dụ 1	4,5	4,5	4,5	5	49
Ví dụ 2	4,4	4,4	4,4	5	48
Ví dụ 3	4,3	4,3	4,3	5	49
Ví dụ tham chiếu 4	4,0	4,1	3,9	4	49
Ví dụ 5	4,7	4,7	4,7	5	49

Ví dụ 6	4,5	4,5	4,5	5	49
Ví dụ so sánh 1	2,1	1,2	1,2	1	31
Ví dụ so sánh 2	2,5	1,2	1,2	1	48
Ví dụ so sánh 3	2,4	1,2	1,2	1	49
Ví dụ so sánh 4	2,3	2,4	2,3	2	45

<Sản phẩm mỹ phẩm>

(Mỹ phẩm-1)

Mỹ phẩm-1, ở dạng lỏng, được tạo ra theo phương pháp đã biết bằng cách trộn các thành phần mà thường được sử dụng làm vật liệu thô đối với mỹ phẩm theo lượng trộn được thể hiện trong bảng 3.

Bảng 3

Tên thành phần	Lượng trộn (phần)
Hạt nhựa	10,0
Propylen glycol	5,0
Bentonit	1,0
Trietanolamin	1,0
Axit stearic	3,0
Rượu stearyl	1,0
Parafin dạng lỏng	8,0
Isopropyl myristat	5,0
Vaselin	2,0
Monoglyxerit của axit stearic	2,0
POE (20) stearyl ete	1,0
Titan oxit	8,0
Cao lạnh	5,0
Sắt oxit	0,5
Chất khử trùng	0,5
Nước hoa	0,3
Nước tinh khiết	Còn lại

Tổng cộng	100,0
-----------	-------

(Mỹ phẩm-2)

Mỹ phẩm-2, có dạng sữa, được tạo ra theo phương pháp đã biết bằng cách trộn các thành phần mà thường được sử dụng làm vật liệu thô cho mỹ phẩm theo lượng trộn được thể hiện trong bảng 4.

Bảng 4

Tên thành phần	Lượng trộn (phần)
Hạt nhựa	2,0
Propylen glycol	5,0
Polyetylen glycol 1500	3,0
Carboxyvinyl polyme	0,1
Trietanol amin	1,0
Axit stearic	2,0
Rượu xetylic	1,5
Parafin dạng lỏng	10,0
Vaselin	3,0
Monoglyxerit của axit oleic	1,0
POE (20) sorbitan monoglyxerit	1,0
Chất khử trùng	0,2
Nước hoa	0,1
Nước tinh khiết	Còn lại
Tổng cộng	100,0

<Đánh giá mỹ phẩm-1>

(Ấn tượng xúc giác và khả năng lan toả trên da)

Việc đánh giá tính nhạy cảm về ấn tượng xúc giác và khả năng lan toả trên da đối với mỹ phẩm-1 bằng thử nghiệm panen của mười người được thực hiện. “Ấn tượng xúc giác” và “khả năng lan toả trên da” được quyết định và được đánh giá trên thang điểm từ 1 đến 5 theo tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây để tính toán điểm số

trung bình ở mười người. Các kết quả được thể hiện trong bảng 5.

- 5: mỹ mãn
- 4: trên trung bình
- 3: trung bình
- 2: dưới trung bình
- 1: kém

(Tính ổn định)

Đặt 4,0 g mỹ phẩm-1 vào chai thủy tinh bít kín 30 mL và tiến hành thử nghiệm gia tốc theo cách mà chai thủy tinh được bít kín và được lưu trữ trong khoang ổn định nhiệt được thiết lập ở 50°C trong 7 ngày, và sau đó nhiệt độ được thiết lập trở lại nhiệt độ trong phòng. Việc đánh giá tính nhạy đối với “ấn tượng xúc giác” đối với mỹ phẩm-1 trước và sau khi thử nghiệm được tăng tốc bởi thử nghiệm panen của mười người được thực hiện. “Ấn tượng xúc giác” được đánh giá dựa trên “ấn tượng xúc giác” trước khi thử nghiệm được tăng tốc làm tiêu chuẩn đối với thang điểm từ 1 đến 5 theo các tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây để tính toán điểm số trung bình trong mười người. Các kết quả được thể hiện trong bảng 5 dưới đây.

- 5: sự thay đổi không cảm nhận được.
- 4: sự thay đổi đôi khi cảm nhận được.
- 3: sự thay đổi được cảm nhận.
- 2: đôi khi sự thay đổi mạnh được cảm nhận.
- 1: sự thay đổi mạnh được cảm nhận.

Bảng 5

Mỹ phẩm-1	Hạt nhựa	Ấn tượng xúc giác	Độ lan toả trên da	Độ ổn định
Ví dụ A1	Ví dụ 1	4,7	4,7	4,8
Ví dụ A2	Ví dụ 2	4,8	4,8	4,8
Ví dụ A3	Ví dụ 3	4,6	4,7	4,8
Ví dụ tham chiếu 4	Ví dụ tham chiếu 4	4,1	4,0	4,1
Ví dụ 5	Ví dụ 5	4,6	4,6	4,6
Ví dụ 6	Ví dụ 6	4,4	4,5	4,6
Ví dụ so sánh A1	Ví dụ so sánh 1	1,7	1,7	1,5

Ví dụ so sánh A2	Ví dụ so sánh 2	2,1	1,9	1,6
Ví dụ so sánh A3	Ví dụ so sánh 3	2,0	1,8	1,6
Ví dụ so sánh A4	Ví dụ so sánh 4	2,3	2,2	2,4

Đánh giá mỹ phẩm-2

(Ấn tượng xúc giác và tính lan toả trên da)

Việc đánh giá tính nhạy về ấn tượng xúc giác và khả năng lan toả trên da đối với mỹ phẩm-2 theo thử nghiệm panen của mười người được thực hiện. “Ấn tượng xúc giác” và “khả năng lan toả trên da” được quyết định và đánh giá trên thang điểm từ 1 đến 5 theo các tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây để tính toán điểm số trung bình trong mười người. Các kết quả được thể hiện trong bảng 6.

5: mỹ mãn

4: trên mức trung bình

3: trung bình

2: dưới trung bình

1: kém

(Tính ổn định)

Trong chai thủy tinh bịt kín 30 mL, đặt 4,0 g mỹ phẩm-2 vào và tiến hành thử nghiệm tăng tốc theo cách mà chai thủy tinh được bịt kín và được lưu trữ trong khoang ổn định nhiệt được thiết lập ở 50°C trong 7 ngày, và sau đó nhiệt độ được thiết lập lại đến nhiệt độ trong phòng. Việc đánh giá tính nhạy về “ấn tượng xúc giác” đối với mỹ phẩm-2 trước và sau khi thử nghiệm tăng tốc theo thử nghiệm panen của mười người được thực hiện. “Ấn tượng xúc giác” được đánh giá dựa trên “ấn tượng xúc giác” trước khi thử nghiệm tăng tốc làm tiêu chuẩn trên thang điểm từ 1 đến 5 theo các tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây để tính toán điểm số trung bình trong mười người. Các kết quả được thể hiện trong bảng 6.

5: sự thay đổi không cảm nhận được.

4: sự thay đổi đôi khi cảm nhận được.

3: sự thay đổi được cảm nhận.

2: đôi khi sự thay đổi mạnh được cảm nhận.

1: sự thay đổi mạnh được cảm nhận.

Bảng 6

Mỹ phẩm-2	Hạt nhựa	Ấn tượng xúc giác	Độ lan toả trên da	Độ ổn định
Ví dụ B1	Ví dụ 1	4,6	4,8	4,8
Ví dụ B2	Ví dụ 2	4,7	4,8	4,8
Ví dụ B3	Ví dụ 3	4,6	4,8	4,8
Ví dụ tham chiếu 4	Ví dụ tham chiếu 4	4,0	4,1	4,0
Ví dụ B5	Ví dụ 5	4,8	4,8	4,6
Ví dụ B6	Ví dụ 6	4,6	4,5	4,6
Ví dụ so sánh B1	Ví dụ so sánh 1	1,7	1,6	1,5
Ví dụ so sánh B2	Ví dụ so sánh 2	2,1	2,4	2,1
Ví dụ so sánh B3	Ví dụ so sánh 3	2,0	2,3	2,2
Ví dụ so sánh B4	Ví dụ so sánh 4	2,0	2,6	2,4

Như được thể hiện trong các bảng 5 và 6, cần phải hiểu rằng các mỹ phẩm có tính lan toả mỹ mãn trên da và cảm giác ẩm và có độ mềm và tính ổn định cao, có thể được tạo ra bằng cách sử dụng hạt nhựa của các ví dụ. Hơn nữa, cần phải biết rằng, các đặc tính như ấn tượng xúc giác mỹ mãn và khả năng lan toả mỹ mãn, cũng có thể được tạo ra không chỉ đối với mỹ phẩm mà còn cả đối với các loại sản phẩm khác nhau, như chế phẩm da liễu, sơn, vật dụng tạo hình, màng, tác nhân phủ, và chế phẩm nhựa, bằng cách sử dụng hạt nhựa của các ví dụ.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Hạt nhựa của sáng chế có các đặc tính bằng hoặc tốt hơn đối với các đặc tính của hạt nhựa được tạo thành từ vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ. Vì lý do này, bằng cách sử dụng hạt nhựa của sáng chế, các sản phẩm như mỹ phẩm có tính lan toả mỹ mãn trên da và cảm giác ẩm mỹ mãn, có độ mềm và độ ổn định cao và có mức sinh khả dụng ưa thích, có thể được tạo ra mà không phải sử dụng hạt nhựa được tạo thành từ vật liệu tổng hợp có nguồn gốc từ dầu mỏ. Do đó, hạt nhựa của sáng chế là hữu ích làm vật liệu cấu thành cho các loại sản phẩm khác nhau, như ví dụ mỹ phẩm, chế phẩm da liễu, sơn, vật dụng tạo hình, màng, tác nhân phủ, và chế phẩm nhựa.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hạt nhựa thu được bằng cách xử lý bề mặt, bằng chất xử lý bề mặt dạng rắn, hạt lõi được tạo thành từ nhựa bao gồm xenluloza làm thành phần chính, trong đó hạt nhựa có 50% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 50 μm hoặc nhỏ hơn, độ cầu nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,0, độ nhẵn bề mặt nằm trong khoảng từ 70 đến 100%, và độ kết tinh là 60% hoặc nhỏ hơn.
2. Hạt nhựa theo điểm 1, trong đó chất xử lý bề mặt là chất dạng tấm.
3. Hạt nhựa theo điểm 2, trong đó chất dạng tấm có tỷ lệ khung hình (đường kính lớn/đường kính nhỏ) hơn hơn hoặc bằng 2 và nhỏ hơn hoặc bằng 10.
4. Hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chất xử lý bề mặt là ít nhất một chất xử lý ưa lipid được chọn từ nhóm bao gồm chất xử lý dựa trên xà phòng kim loại, chất xử lý dựa trên axit amin, chất xử lý dựa trên phospholipit, chất xử lý dựa trên glycolipit, chất xử lý dựa trên phức hợp lipid, và chất xử lý dựa trên ceramit.
5. Hạt nhựa theo điểm 4, trong đó chất xử lý dựa trên xà phòng kim loại là muối kim loại của axit stearic.
6. Hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, có tỷ lệ độ phân hủy sinh học trong 5 ngày, như đo được theo JIS K6950:2000 (ISO 14851:1999), là 10% hoặc lớn hơn.
7. Hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, có 90% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 40 μm hoặc nhỏ hơn.
8. Hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, có 10% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 0,1 μm hoặc lớn hơn.

9. Hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó trị số CV của cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 đến 90%.

10. Hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó hàm lượng xenluloza trong nhựa tạo thành hạt lõi nằm trong khoảng từ 50 đến 100% khối lượng.

11. Phương pháp sản xuất hạt nhựa có 50% cỡ hạt tích lũy tính theo thể tích là 50 μm hoặc nhỏ hơn, độ cầu nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,0, độ nhẵn bề mặt nằm trong khoảng từ 70 đến 100%, và độ kết tinh là 60% hoặc nhỏ hơn, phương pháp này bao gồm các bước:

trộn pha dầu chứa xenluloza este và dung môi hữu cơ mà hoà tan xenluloza este và có độ tan trong 100 g nước ở 25°C từ 0,1 đến 50,0 g với pha nước bao gồm chất ổn định phân tán, theo đó tạo ra huyền phù chứa giọt dầu bao gồm xenluloza este và dung môi hữu cơ;

bổ sung nước vào huyền phù, theo đó làm co rút giọt dầu và tạo thành hạt nhựa;

xử lý hạt nhựa trong điều kiện axit hoặc điều kiện kiềm có độ pH = 13 hoặc thấp hơn, theo đó thuỷ phân ít nhất một phần liên kết este trong xenluloza este để thu được hạt lõi được tạo thành từ nhựa bao gồm xenluloza làm thành phần chính; và

xử lý bề mặt hạt lõi bằng chất xử lý bề mặt.

12. Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo điểm 11, trong đó xenluloza este là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm xenluloza axetat, xenluloza propionat, xenluloza axetat propionat, xenluloza butyrat và xenluloza axetat butyrat.

13. Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo điểm 11 hoặc 12, trong đó chất ổn định phân tán là polyme hoà tan trong nước.

14. Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 11 đến 13, trong đó 100 phần theo khối lượng của hạt lõi được xử lý bề mặt bằng từ 0,1 đến 30 phần theo khối lượng của chất xử lý bề mặt.

15. Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 11 đến 14, trong đó chất xử lý bề mặt là chất dạng tấm.
16. Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo điểm 15, trong đó chất dạng tấm có tỷ lệ khung hình (trục lớn/trục nhỏ) là 10 hoặc nhỏ hơn.
17. Phương pháp sản xuất hạt nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 11 đến 16, trong đó hạt lõi được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt bằng phương pháp trộn khô hoặc phương pháp cơ hoá học.
18. Sản phẩm thuộc loại bất kỳ trong số mỹ phẩm, chế phẩm da liễu, sơn, vật dụng tạo hình, màng, chất phủ và chế phẩm nhựa, mỗi loại chứa hạt nhựa, trong đó hạt nhựa này là hạt nhựa như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10.

Fig.1

