



(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) 
1-0019938

(51)⁷ **A61K 8/31, 8/06, 8/37, 8/891, 8/894,**
A61Q 1/02, 1/10, 5/06, 1/04, A61K 5/58

(13) **B**

(21) 1-2015-01194

(22) 28.10.2013

(86) PCT/JP2013/079138 28.10.2013

(87) WO2014/069403 08.05.2014

(30) 2012-239040 30.10.2012 JP

(45) 25.10.2018 367

(43) 27.07.2015 328

(73) Shiseido Company, Ltd. (JP)

5-5, Ginza 7-chome, Chuo-ku, Tokyo 1040061, Japan

(72) IKEDA, Tomoko (JP)

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) **HỖN HỢP NHỮ TƯƠNG NƯỚC TRONG DẦU VÀ MỸ PHẨM CHỨA NÓ**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhũ tương nước trong dầu có độ ổn định cao và mang đến cảm giác tươi mát khi sử dụng và lớp phủ hoàn thiện bóng. Chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế khác biệt ở chỗ chứa: (a) từ 1 đến 20% khối lượng este của axit béo với rượu polyhydric và/hoặc hydrocacbon; (b) từ 3 đến 20% khối lượng dầu silicon không bay hơi trong suốt mà dầu này phân tách khi được trộn kết hợp với thành phần (a) ở nhiệt độ 25°C; (c) từ 0,1 đến 5% khối lượng kẽm dexyl trisiloxancacboxylat; và (d) nước.

HỖN HỢP NHỮ TƯƠNG NƯỚC TRONG DẦU VÀ MỸ PHẨM CHỨA NÓ

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề xuất chế phẩm nhũ tương nước trong dầu và cụ thể hơn, là sự cải thiện cảm giác khi sử dụng chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thông thường đã biết rằng, chế phẩm nhũ tương nước trong dầu sử dụng rộng rãi làm nền cho mỹ phẩm làm tăng cảm giác tươi mát khi sử dụng lượng nước trộn kết hợp tăng lên. Ngoài ra, độ nhớt gia tăng khi pha nước bên trong gia tăng và độ nhớt có xu hướng trở nên ổn định khi ở dạng chế phẩm. Mặt khác, cũng đã biết rằng, việc kết hợp một lượng nước lớn vào chế phẩm nhũ tương nước trong dầu là không dễ dàng và cần phải có kỹ xảo trong việc phối chế.

Ngoài ra, trong chế phẩm nhũ tương nước trong dầu, các tác nhân dầu khác nhau như dầu este, dầu silicon và dầu hydrocacbon được sử dụng tùy theo tác dụng mong muốn và thông thường, mỗi một đặc tính của các dầu này là khác nhau. Do đó, khi hai tác nhân dầu khác nhau được sử dụng kết hợp để thu được chế phẩm nhũ tương có các đặc tính riêng biệt, không dễ duy trì được độ ổn định của chế phẩm do sự phân tách giữa các tác nhân dầu. Sự kết hợp của các tác nhân dầu có thể được sử dụng phối hợp trong chế phẩm nhũ tương nước trong dầu bị hạn chế.

Vấn đề về độ ổn định và vấn đề tương tự nêu trên của chế phẩm nhũ tương nước trong dầu tương ứng liên quan đến pha nước và pha dầu thông thường đã được giải quyết bằng cách kết hợp các tác nhân dầu tương thích cao, hoặc bằng cách tạo gel hóa pha dầu mà đây là pha liên tục và ngăn chặn tính lỏng và sự phân tách của toàn bộ chế phẩm.

Tài liệu về tình trạng kỹ thuật

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Quốc tế chưa xét nghiệm số WO2010/113956

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Biết rằng, dầu silicon tạo ra độ bóng cho da ở dạng tác nhân dầu. Cũng biết rằng, dầu silicon có đặc điểm thuận lợi trong các mỹ phẩm mà, bằng cách kết hợp dầu silicon với tác nhân dầu không tương thích với dầu silicon và tốt hơn bám chặt lên da để thể hiện tác dụng của nó, dầu silicon thấm rỉ ra bề mặt lớp phủ và cải thiện độ bền trang điểm (ví dụ, tài liệu patent 1). Tuy nhiên, việc kết hợp các thành phần nêu trên thành chế phẩm nhũ tương nước trong dầu ổn định ở trạng thái gel (trạng thái kem) đã không đạt được do đây là một sự kết hợp đặc biệt giữa các tác nhân dầu.

Sáng chế được thực hiện theo quan điểm của tình trạng kỹ thuật thông thường nêu trên. Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhũ tương nước trong dầu có độ ổn định cao khi điều chế, mang lại cảm giác tươi mát khi sử dụng và lớp phủ hoàn thiện bóng và có độ bền trang điểm cao.

Phương tiện giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu tích cực để đạt được mục đích nêu trên. Kết quả, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, chế phẩm nhũ tương của thành phần dầu, chứa tác nhân dầu đặc trưng và dầu silicon và nước trong điều kiện trộn kết hợp kèm dexyl trisiloxanecarboxylat có độ ổn định cao khi điều chế, mang lại cảm giác tươi mát khi sử dụng và lớp phủ hoàn thiện bóng và có độ bền trang điểm kéo dài nhờ sự rỉ thấm của dầu silicon.

Vì vậy, theo một khía cạnh, sáng chế đề cập đến chế phẩm nhũ tương đặc trưng ở chỗ chứa:

(a) từ 1 đến 20% khối lượng este của axit béo với rượu polyhydric và/hoặc hydrocacbon;

(b) từ 3 đến 20% khối lượng dầu silicon không bay hơi trong suốt mà dầu này phân tách khi được trộn kết hợp với thành phần (a) ở nhiệt độ 25°C;

(c) từ 0,1 đến 5% khối lượng kẽm dexyl trisiloxancacboxylat; và

(d) nước.

Trong chế phẩm nhũ tương nước trong dầu xác định ở trên, tốt hơn là thành phần (a) được chọn từ polyglyxeryl isostearat, glyxeryl monoisostearat, este của axit béo với pentaerytritol và ete isostearyl glyxeryl, trong đó số mol bổ sung của glyxerin nằm trong khoảng từ 4 đến 10 và số lượng gốc axit isostearic nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

Ngoài ra, trong chế phẩm nhũ tương nước trong dầu, tốt hơn còn chứa thêm chất hoạt động bề mặt silicon có giá trị HLB bằng hoặc thấp hơn 7.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề cập đến mỹ phẩm chứa chế phẩm nhũ tương nước trong dầu mô tả ở trên.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, có thể thu được chế phẩm nhũ tương nước trong dầu chứa hai loại thành phần dầu khác nhau, có độ ổn định cao, mang lại cảm giác tươi mát khi sử dụng và lớp phủ hoàn thiện bóng và có độ bền trang điểm tuyệt vời.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 thể hiện tình trạng hiện tại của mỗi một thành phần cấu thành trong chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế.

Fig. 2 thể hiện sự thay đổi về cấu trúc của chế phẩm sau khi áp dụng chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế lên trên da.

Fig. 3 thể hiện hình dáng bên ngoài của chế phẩm khi mỗi một tác nhân gel hóa được sử dụng làm thành phần (c) trong chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm nhũ tương theo sáng chế chứa: (a) este của axit béo với rượu polyhydric và/hoặc hydrocacbon, (b) dầu silicon không bay hơi trong suốt mà dầu này phân tách khi được trộn kết hợp với thành phần (a) ở nhiệt độ 25°C, (c) kẽm dexyl trisiloxanecarboxylat và (d) nước.

Trong phần sau đây, mỗi một thành phần được mô tả một cách chi tiết.

Thành phần (a)

Thành phần (a) là este của axit béo với rượu polyhydric và/hoặc hydrocacbon và là thành phần dầu mà nó phân tách không hòa tan khi được trộn kết hợp với thành phần (b) ở nhiệt độ thường (25°C). Theo sáng chế, thành phần (a) chuyển các chất liệu màu trở thành thành phần dầu bám dính khi áp dụng và nhanh chóng phân tách với thành phần (b), đây là thành phần dầu rỉ thấm. Do đó, tốt hơn là thành phần (a) có khả năng phân tán tốt hơn so với các chất liệu màu, có ái lực đối với da cao hơn và có độ bám dính vào da cao hơn so với thành phần (b).

Ví dụ về este của axit béo với rượu polyhydric như vậy bao gồm este của axit béo với glycerin như glyxeryl monopalmitat, glyxeryl monostearat, glyxeryl monoisostearat, glyxeryl monooleat, glyxeryl monolinoleat, glyxeryl monobehenat, glyxeryl monolaurat, glyxeryl dipalmitat, glyxeryl distearat, glyxeryl dioleat, glyxeryl dilinoleat, glyxeryl dibehenat, glyxeryl tristearat và glyxeryl trioleat; este của axit béo với polyglyxeryl như diglyxeryl monostearat, diglyxeryl monooleat, diglyxeryl dioleat, diglyxeryl monoisostearat, polyglyxeryl triisostearat, tetraglyxeryl monostearat, tetraglyxeryl monooleat, tetraglyxeryl tristearat, tetraglyxeryl pentastearat, tetraglyxeryl pentaoleat, hexaglyxeryl monolaurat, hexaglyxeryl monomyristat, hexaglyxeryl monostearat, hexaglyxeryl monooleat, hexaglyxeryl tristearat,

hexaglyxeryl tribehenat, hexaglyxeryl pentastearat, hexaglyxeryl pentaoleat, hexaglyxeryl polyrixinoleat, decaglyxeryl monolaurat, decaglyxeryl monomyristat, decaglyxeryl monostearat, decaglyxeryl monoisostearat, decaglyxeryl monooleat, decaglyxeryl monolinoleat, decaglyxeryl distearat, decaglyxeryl diisostearat, decaglyxeryl tristearat, decaglyxeryl trioleat, decaglyxeryl pentastearat, decaglyxeryl pentahydroxystearat, decaglyxeryl pentaistearat, decaglyxeryl pentaoleat, decaglyxeryl heptastearat, decaglyxeryl heptaoleat, decaglyxeryl decastearat, decaglyxeryl decaistearat và decaglyxeryl decaoleat; este của axit béo với pentaerytritol như pentaerytrityl tetra (behenat/benzoat/etylhexanoat), pentaerytrityl tetra (etylhexanoat/benzoat), dipentaerytrityl tripolyhydroxystearat, dipentaerytrityl hexa (hydroxystearat/stearat/rosinat), dipentaerytrityl (hydroxystearat/isostearat), dipentaerytrityl hexahydroxystearat, pentaerytrityl tetraetylhexanoat và pentaerytrityl tetraistearat; este của axit béo với sorbitan như este của axit béo với trimetylolpropan, sorbitan laurat, sorbitan palmitat, sorbitan stearat, sorbitan tristearat, sorbitan oleat, sorbitan trioleat, sorbitan behenat và sorbitan tribehenat; este của axit béo với sucroza như sucroza monolaurat, sucroza monomyristat, sucroza monopalmitat, sucroza monostearat, sucroza monobehenat, sucroza monooleat, sucroza dipalmitat và sucroza distearat; este của axit béo với propylen glycol như propylen glycol monolaurat, propylen glycol monopalmitat, propylen glycol monostearat và propylen glycol monooleat; và ete isostearyl glyxeryl.

Theo sáng chế, trong số các hợp chất nêu trên, đặc biệt tốt hơn là sử dụng polyglyxeryl isostearat, glyxeryl monoisostearat, este của axit béo với pentaerytritol và ete isostearyl glyxeryl làm thành phần (a), trong đó số mol bổ sung của glyxerin ở dạng rượu polyhydric nằm trong khoảng từ 4 đến 10 và số lượng gốc axit isostearic ở dạng axit béo nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

Polyglyxeryl isostearat mô tả ở trên tốt hơn là một loại mà axit isostearic được bổ sung vào polyglyxerin có số mol bổ sung trung bình nằm trong khoảng từ 4 đến 10 không xác định vị trí, và là polyglyxerin có số mol bổ sung trung bình bằng 5. Ngoài ra, tốt hơn nếu axit isostearic là một loại mà 2 đến 4 mol, tốt nhất là 3 mol, được bổ

sung trong một phân tử. Do đó, theo sáng chế, tốt nhất là sử dụng polyglyxeryl-5 triisostearat.

Polyglyxeryl isostearat có thể được tạo ra bằng các phương pháp tổng hợp đã biết khác nhau, nhưng phương pháp với sự phân bố hẹp về số mol bổ sung của glyxerin và chứa ít hợp chất vòng ở dạng tạp chất là được ưu tiên hơn.

Ví dụ, polyglyxeryl isostearat có thể được sản xuất bằng các phương pháp được mô tả trong patent Nhật Bản số 3487881 và công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật bản chưa xét nghiệm số 2006-111539 (este của axit béo với polyglyxerin thu được bằng quá trình este hóa của axit béo và polyglyxerin có trị số hydroxyl bằng 1200 hoặc thấp hơn và có 50% hoặc nhiều hơn 50% số nhóm hydroxyl bậc một so với toàn bộ số nhóm hydroxyl).

Đối với este của axit béo với pentaerytritol, tốt nhất là sử dụng pentaerytrityl tetra (behenat/benzoat/etylhexanoat) và dipentaerytrityl hexahydroxystearat trong số các ví dụ mô tả ở trên.

Đối với các sản phẩm thương mại của các hợp chất nêu trên, “SALACOS P-B822” sản xuất bởi The Nisshin Oillio Group, Ltd. và “COSMOL 168M” cũng được sản xuất bởi The Nisshin Oillio Group, Ltd. có thể được liệt kê ra và được ưu tiên sử dụng.

Ví dụ về hydrocacbon bao gồm các tác nhân dầu ở dạng nửa rắn hoặc dạng lỏng ở nhiệt độ thường (25°C) như parafin lỏng, isoparafin lỏng nặng, isoparafin lỏng, polybuten, polybuten hydro hóa, polyisobuten hydro hóa, polydexen hydro hóa, tetradexen, isohexadecan, isododecan, squalan, squalen, pristin, oligome alpha-olefin và Vaseline. Cụ thể, tốt hơn là sử dụng parafin lỏng và polyisobuten hydro hóa.

Lượng trộn kết hợp của thành phần (a) nằm trong khoảng từ 1 đến 20% khối lượng so với tổng lượng của chế phẩm nhũ tương và tốt hơn nằm trong khoảng từ 2 đến 15% khối lượng. Khi lượng trộn kết hợp của thành phần (a) quá nhiều hoặc quá ít, cảm giác tươi mát khi sử dụng và lớp phủ hoàn thiện bóng có thể tồi. Ngoài ra, khi

lượng trộn kết hợp quá nhiều, có xu hướng hình thành dính sau khi áp dụng.

Thành phần (b)

Thành phần (b) là dầu silicon có màu trong suốt, phân tách không hòa tan khi trộn kết hợp với thành phần (a) ở nhiệt độ 25°C và không bay hơi ở nhiệt độ 25°C. Sau khi áp dụng chế phẩm nhũ tương theo sáng chế lên da và tương tự, thành phần (b) phân tách với thành phần (a), tạo ra lớp bề mặt và đặc biệt là cải thiện độ bền trang điểm. Theo sáng chế, thành phần (b) mô tả ở trên tốt hơn biểu hiện trạng thái lỏng khi độ nhớt thấp hơn 500mPa.s ở nhiệt độ 25°C bởi thiết bị đo độ nhớt kiểu B.

Theo sáng chế, sự xuất hiện và không xuất hiện “phân tách” của thành phần (a) và thành phần (b) được xác định trong các điều kiện sau đây.

Điều kiện xác định

Các thành phần (a) và (b) sử dụng theo tỷ lệ (a) : (b) = 1 : 1 (tỷ lệ khối lượng), được gia nhiệt đến nhiệt độ 90°C và được trộn kết hợp bằng cách khuấy. Sau đó, chế phẩm được để yên ở nhiệt độ 25°C. Khi chế phẩm phân tách đồng đều rõ ranh giới thành hai lớp, chế phẩm được xác định là “đã phân tách”. Khi chế phẩm ở trạng thái trong mờ hoặc ở trạng thái trộn lẫn trong suốt không có ranh giới, chế phẩm được xác định là “không phân tách”. Ngoài ra, khi hai hoặc nhiều loại dầu silicon được sử dụng làm thành phần (b), sự xuất hiện và không xuất hiện phân tách khác nhau theo các tỷ lệ trộn kết hợp của các dầu này. Do đó, sự xuất hiện và không xuất hiện phân tách cần được khẳng định theo tỷ lệ trộn kết hợp của thành phần (b).

Ví dụ về dầu silicon là thành phần (b) mô tả ở trên bao gồm dimethylpolysiloxan; methylhydropolysiloxan; methylphenyl silicon như trimethylpentaphenyltrisiloxan, diphenyldimeticon, diphenylsiloxypheyltrimeticon, phenyltrimeticon và phenyldimeticon; và perflooctyletyl/diphenyldimetycon.

Các dầu silicon này có thể được sử dụng trong chế phẩm của một hoặc nhiều loại tùy theo dạng sử dụng của chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế. Ví

dụ, khi chế phẩm theo sáng chế được sử dụng trong các lớp lót, tốt hơn là sử dụng dimethylpolysiloxan và khi chế phẩm theo sáng chế được sử dụng trong sơn môi, tốt hơn là sử dụng diphenyldimeticon và trimethylpentaphenyltrisiloxan.

Lượng trộn kết hợp của thành phần (b) nằm trong khoảng từ 3 đến 20% khối lượng so với chế phẩm nhũ tương và tốt hơn nằm trong khoảng từ 5 đến 15% khối lượng. Nếu như lượng trộn kết hợp của thành phần (b) thấp hơn 3% khối lượng, sẽ không có độ bóng ở lớp hoàn thiện và độ bền của màng phủ sẽ thấp. Nếu như lượng trộn kết hợp của thành phần (b) cao hơn 20% khối lượng, độ ổn định của chế phẩm có xu hướng sẽ giảm xuống.

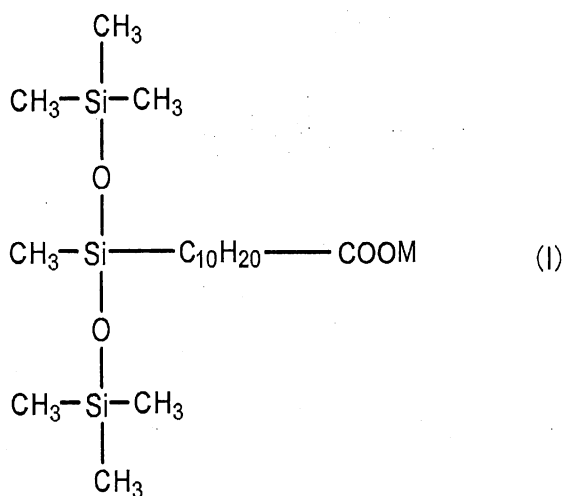
Thành phần (c)

Thành phần (c) là kẽm đexyl trisiloxancacboxylat, đây là muối kim loại (sà phòng kim loại) của silicon cải biến bằng cacboxy.

Phương pháp để thu được kẽm đexyl trisiloxancacboxylat sử dụng trong sáng chế không bị giới hạn cụ thể. Đối với phương pháp tổng hợp, tiến hành trộn kết hợp

(A) chế phẩm chứa hợp chất có công thức chung (I) sau,

[Công thức 1]



(Trong công thức, M là nguyên tử hydro hoặc nguyên tử kim loại hóa trị một)

(B) dung dịch nước chứa kẽm ion (Zn^{2+}), và

(C) dung dịch nước chứa ion hydroxit

có thể là một ví dụ.

Trong công thức chung (I) mô tả ở trên, M là nguyên tử hydro hoặc nguyên tử kim loại hóa trị một. Ví dụ về nguyên tử hóa trị một bao gồm Li, Na và K.

Thành phần (A) mô tả ở trên có thể thu được bằng phương pháp tổng hợp đã biết. Ví dụ như phương pháp bao gồm các bước: tiến hành phản ứng cộng giữa 1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan và dẫn xuất trimethylsilyl với axit cacboxylic có gốc tận cùng vinyl với sự có mặt của chất xúc tác platin, và tiến hành loại bỏ bảo vệ bằng quá trình rượu phân bằng cách bổ sung ít nhất 1 hoặc nhiều hơn 1mol rượu hóa trị một trên 1mol nhóm trimethyl là nhóm bảo vệ, nước hoặc chế phẩm của chúng để gia nhiệt. Ngoài ra, các sản phẩm thương mại có thể được sử dụng.

Ví dụ về thành phần (B) bao gồm dung dịch nước như kẽm clorua, kẽm sulphat, kẽm nitrat, kẽm phosphat, kẽm hydroxit và dung dịch nước tương tự. Ví dụ về thành phần (C) bao gồm dung dịch nước như natri hydroxit, kali hydroxit, canxi hydroxit, magie hydroxit, bari hydroxit, kẽm hydroxit, nhôm hydroxit, sắt hydroxit, đồng hydroxit và dung dịch nước tương tự.

Khi thành phần (A) nêu trên được bổ sung vào thành phần (B) (dung dịch nước), phần nhóm chức đặc hiệu, đây là phần hoạt tính, sẽ có đặc tính của anion và phần nhóm chức đặc hiệu tạo ra xà phòng kim loại bằng cách phản ứng với cation kim loại đa hóa trị được ion hóa từ thành phần (B). Kẽm dexyl trisiloxanacboxylat được tạo ra bằng cách trung hòa xà phòng kim loại này bằng thành phần (C).

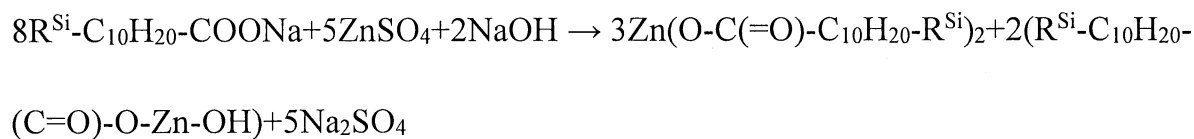
Ví dụ về tổng hợp kẽm dexyl trisiloxanacboxylat được mô tả dưới đây, tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn bởi ví dụ này.

Ví dụ tổng hợp 1

Chuẩn bị 1400g dung dịch natri hydroxit 1% (NaOH) vào trong bình thót cổ có trang bị bộ phận khuấy, nhiệt kế và ống làm lạnh và gia nhiệt đến nhiệt độ 70°C. Bổ sung 145,5g hợp chất α thu được bằng phương pháp tổng hợp mô tả dưới đây ở nhiệt độ 70°C vào chế phẩm và trộn kết hợp bằng cách khuấy trong thời gian 1 giờ trong khi duy trì nguyên nhiệt độ. Sau đó, bổ sung 231,6g dung dịch kẽm sulphat heptahydrat 25% ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) ở nhiệt độ 70°C vào chế phẩm, trộn kết hợp bằng cách khuấy thêm trong thời gian 1 giờ nữa và lắng tủa xà phòng kẽm. Bổ sung 65,1g dung dịch natri hydroxit 5% vào chế phẩm và trộn kết hợp bằng cách khuấy trong thời gian 1 giờ ở nhiệt độ 70°C. Sau khi khẳng định rằng, chế phẩm là trung tính (hoàn thành phản ứng trung hòa), làm lạnh chế phẩm và loại bỏ nước. Gia nhiệt sản phẩm thu được và hòa tan trong lượng nước trao đổi ion dư. Tiến hành tách nước 5 lần và rửa sạch kẽm hydroxit và sản phẩm phụ muối (Na_2SO_4).

Sau đó, sấy khô sản phẩm ở nhiệt độ 105°C trong điều kiện áp suất giảm và thu được chất rắn có màu từ trong suốt đến màu trắng. Kết quả phân tích, chất mô tả ở trên chứa chế phẩm muối phức có công thức " $\text{R}^{\text{Si}}\text{-C}_{10}\text{H}_{20}\text{-COO}^-(\text{Zn}^{2+})_{5/8}(\text{OH}^-)_{1/4}$ " ở dạng công thức thành phần trung bình, khi phân xuất phát từ hợp chất A được viết tắt là " $\text{R}^{\text{Si}}\text{-C}_{10}\text{H}_{20}\text{-COO}^-$ ".

Công thức phản ứng trung hòa là như sau:

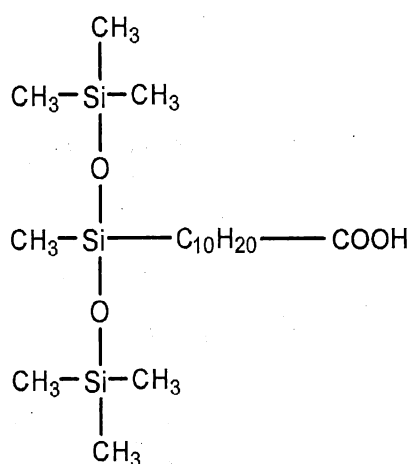


Phương pháp tổng hợp hợp chất α

Bổ sung 100g hợp chất 1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan và 0,02g dung dịch toluen của phức platin-1,3-divinyl-1,1,3,3-tetrametylđisiloxan vào bình thót cổ có trang bị bộ phận khuấy, bộ ngưng hồi lưu, phễu nhỏ giọt và nhiệt kế. Trong khi nhiệt độ được duy trì nằm trong khoảng từ 70 đến 100°C, bổ sung 105g trimetylsilyl undexylenat từng giọt vào trong bình thót cổ. Sau khi hoàn thành việc bổ sung từng giọt, làm già hóa chế phẩm ở nhiệt độ 100°C trong thời gian 2 giờ và sau đó, khẳng

định phản ứng hoàn thành bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí. Chúng cất các phần có điểm sôi thấp trong điều kiện áp suất giảm. Sau đó, bổ sung metanol và nước vào chế phẩm và làm già hóa chế phẩm trong thời gian 5 giờ trong điều kiện hồi lưu để loại bỏ bảo vệ. Sau đó, lại tiến hành loại bỏ các phần có điểm sôi thấp trong điều kiện áp suất giảm để thu được hợp chất α . Kết quả phân tích, hợp chất α được khẳng định có công thức cấu trúc hóa học thể hiện dưới đây.

[Công thức 2]



Lượng trộn kết hợp của thành phần (c) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng so với chế phẩm nhũ tương và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3% khối lượng. Nếu như lượng trộn kết hợp của thành phần (c) thấp hơn 0,1%, độ ổn định của chế phẩm có thể không đầy đủ và nếu như lượng trộn cao hơn 5% khối lượng, cảm giác khi sử dụng và tác dụng hoàn thiện của chế phẩm có thể kém.

Thành phần (d)

Thành phần (d), thành phần này là nước, là thành phần cấu thành pha nước bên trong của chế phẩm nhũ tương nước trong dầu và thành phần này có thể chứa thành phần nước mà có thể được trộn kết hợp với pha nước. Lượng trộn kết hợp của nước không bị giới hạn cụ thể, trừ khi lượng này nằm trong phạm vi mà tác dụng theo sáng chế không bị giảm. Khi chế phẩm ở trạng thái gel (trạng thái kem) để đạt được độ tươi mát tuyệt vời hơn, tỷ lệ pha nước bên trong tốt hơn là bằng hoặc cao hơn 40%

khối lượng so với thành phần, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 40 đến 90% và tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 45 đến 90% khối lượng. Lượng trộn kết hợp mô tả ở trên tương ứng với lượng trộn kết hợp của toàn bộ pha nước bên trong bao gồm nước và thành phần dạng nước tùy ý.

Ngoài ra, trong chế phẩm nhũ tương theo sáng chế, tốt hơn là chất hoạt động bề mặt silicon được trộn kết hợp làm chất nhũ hóa, đặc biệt là dimethyl polysiloxan mà hợp chất này đã đưa vào nhóm polyoxyalkylen hoặc nhóm polyglyxerol. Giá trị cân bằng ưa nước – ưa béo HLB (Hydrophile-Lipophile-Balance) của chất nhũ hóa mô tả ở trên là 7 hoặc thấp hơn.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt silicon như vậy bao gồm PEG-3 dimeticon, PEG-9 metylete dimeticon, PEG-10 dimeticon, PEG-9 polydimethylsiloxyletyl dimeticon, lauryl PEG-9 polydimethylsiloxyletyl dimeticon, PEG/PPG-20/22 butyl ete dimeticon, polyglyxeryl-3 disiloxan dimeticon, polyglyxeryl-3 polydimethylsiloxyletyl dimeticon, lauryl polyglyxeryl-3 polydimethylsiloxyletyl dimeticon và chất hoạt động bề mặt silicon tương tự. Theo sáng chế, PEG-10 dimeticon và lauryl PEG-9 polydimethylsiloxyletyl dimeticon là được ưu tiên và PEG-10 dimeticon còn được ưu tiên hơn nữa.

Lượng trộn kết hợp của chất nhũ hóa mô tả ở trên không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên, thông thường tốt hơn là sử dụng lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1,0% khối lượng.

Chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế thể hiện lớp phủ hoàn thiện bóng ở dạng tác nhân dầu và cải thiện độ bền của màng phủ, cụ thể là, độ bền trang điểm bằng cách tách thành 2 thành phần dầu không tương hợp, đó là thành phần (a) và thành phần (b), và bằng cách đó lần lượt tạo ra lớp bề mặt (lớp trong suốt) và lớp kết dính tương ứng khi chế phẩm được áp dụng lên da và bộ phận tương tự ở nhiệt độ thường (25°C). Mặc khác, mỗi một tác nhân dầu mô tả ở trên cần được phân tán đồng đều trong chế phẩm và được duy trì nguyên vẹn cho tới khi chế phẩm được áp dụng lên da để duy trì độ ổn định ở dạng chế phẩm nhũ tương nước trong dầu.

Ngoài ra, nhũ tương theo sáng chế có thể đạt được cảm giác tươi mát khi sử dụng tại thời điểm áp dụng bằng cách trộn kết hợp với nước, đây là thành phần (d), cùng với tác dụng của các thành phần dầu mô tả ở trên. Tuy nhiên, nếu như chỉ các thành phần (a) và (b), đây là các thành phần dầu và thành phần (d) duy nhất được nhũ tương, tính lỏng cao của nước có thể ngăn chặn sự phân tán ổn định của hai thành phần dầu và khiến cho các thành phần này tách riêng bên trong chế phẩm.

Do đó, các tác giả sáng chế đã quyết định sử dụng kẽm dexyl trisiloxanecarboxylat, đây là thành phần (c), để duy trì trạng thái mà 2 thành phần dầu mô tả ở trên và nước được phân tán một cách ổn định và đồng đều bên trong chế phẩm một cách riêng biệt.

Hình vẽ trên Fig.1 là sơ đồ thể hiện trạng thái hiện tại của các thành phần từ (a) đến (d) trong chế phẩm nhũ tương theo sáng chế. Khi chế phẩm theo sáng chế được điều chế, kẽm dexyl trisiloxanecarboxylat, đây là thành phần (c), sát nhập nước hoặc thành phần (a) (trong hình vẽ trên Fig.1, polyglyxeryl triisotearat) thành phần này được kết hợp với nước để tạo ra lớp mỏng và các thành phần này đưa vào hệ thống được phân tán tới pha liên tục của thành phần (b) ở dạng các hạt nhũ hóa (Fig.1 (A)).

Trong hệ mô tả ở trên, các hạt nhũ hóa (thành phần (d)) và lớp mỏng của thành phần (d) và thành phần (a)) được sát nhập bởi thành phần (c) hầu như không phân tách hoặc liên kết khi chúng nạp dày đặc trong pha liên tục và hầu như không dịch chuyển về phương diện vật lý. Do đó, chế phẩm nhũ tương theo sáng chế thể hiện rõ ràng hệ lớp đồng nhất ổn định có đặc tính của gel không chảy.

Hình vẽ trên Fig.1 (B) thể hiện trạng thái mà nước là thành phần (d) đã bay hơi ra khỏi cấu trúc trong Fig.1 (A). Khi nước bay hơi, các hạt nhũ hóa chứa thành phần (a) sẽ trở nên có thể dịch chuyển được và tính lỏng của chế phẩm được sinh ra. Do đó, thành phần (a) và (b), ban đầu là không tương thích, bắt đầu phân tách riêng biệt và tạo ra lớp kết dính và lớp bề mặt được mô tả ở trên. Thành phần (c) mà đã sát nhập nước được khẳng định là được chuyển sang lớp bề mặt với thành phần (b) sau khi bay hơi nước.

Hình vẽ trên Fig.2 thể hiện sự thay đổi của chế phẩm sau khi áp dụng chế phẩm nhũ tương theo sáng chế lên da.

Hình vẽ trên Fig.2 (A) là trạng thái khi chế phẩm nhũ tương theo sáng chế được áp dụng lên da 10, và thể hiện bản thân chế phẩm trước khi áp dụng. Tại điểm của hình vẽ trên Fig.1 (A), các thành phần từ (a) đến (d) cấu thành lớp đồng nhất 11 như trong hình vẽ trên Fig.1 (A).

Hình vẽ trên Fig.2 (B) là trạng thái của chế phẩm nhũ tương theo sáng chế trong thời gian áp dụng lên trên da. Trong chế phẩm mô tả ở trên, các hạt nhũ hóa được phân tán và phân ly nhờ sự biến dạng trượt của chế phẩm đang áp dụng (trải ra) lên trên da. Khi thành phần (d) bay hơi, thành phần (b) và thành phần (c) 13 phân tách ra khỏi thành phần (a) 12 được bám dính vào da và thành phần (b) và thành phần (c) 13 rỉ thấm lên bề mặt.

Hình vẽ trên Fig.2 (C) là trạng thái sau khi áp dụng chế phẩm nhũ tương theo sáng chế lên trên da. Thành phần (a) mô tả ở trên đã phân tách hoàn toàn với các thành phần (b) và (c), và tạo ra cấu trúc kép gồm lớp kết dính 14 và lớp trong suốt 15 tương ứng riêng biệt.

Lớp kết dính 15 chủ yếu chứa thành phần (b) tạo ra lớp phủ hoàn thiện bóng ở dạng tác nhân dầu và đồng thời, góp phần cải thiện độ bền trang điểm là lớp màng mỏng bề mặt bằng việc cố định vào thành phần (c).

Thành phần (a) cũng thể hiện hiệu ứng tạo bóng và hiệu ứng tương tự ở dạng tác nhân dầu. Ngoài ra, vì thành phần có đặc tính giữ các chất liệu màu, các chất liệu màu mô tả ở trên giữ nguyên trong lớp kết dính 14, lớp này được phủ lên bởi lớp trong suốt 15 mô tả ở trên. Do đó, khi các chất liệu màu được trộn kết hợp với chế phẩm theo sáng chế, sự di trú màu hầu như không xảy ra khi bề mặt áp dụng bị chạm vào.

Ngoài ra, vì lớp trong suốt 15 của bề mặt thúc đẩy sự tán sắc ánh sáng, tính trong suốt như làn da trần có thể được cung cấp cho bề mặt áp dụng khi sử dụng các lớp lót và tương tự.

Tùy thuộc vào sự kết hợp của các thành phần (a) và (b), chế phẩm có thể không phân tách thành hai lớp hoàn toàn như được thể hiện trong hình vẽ trên Fig.2 (C) sau khi áp dụng lên da. Như được thể hiện trong hình vẽ trên Fig.2 (B), màng của các thành phần (b) và (c) có thể được tạo ra một phần trên màng của thành phần (a). Trong trường hợp này, tác dụng của cấu trúc kép mô tả ở trên có thể đạt được một cách đầy đủ.

Phương pháp sản xuất chế phẩm nhũ tương theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên, theo quan điểm về điều chế có độ ổn định, tốt hơn là tạo ra chế phẩm có lớp đồng nhất mà các thành phần (a) và (b) không bị phân tách bên trong chế phẩm. Ví dụ về phương pháp sản xuất như vậy bao gồm phương pháp bao gồm bước trộn kết hợp các thành phần từ (a) đến (c) trong điều kiện gia nhiệt đến hoặc cao hơn 90°C, bổ sung thành phần (d) mà thành phần này được gia nhiệt đến hoặc cao hơn 90°C trong điều kiện khuấy nhũ tương và làm lạnh khi cần thiết để tạo ra chế phẩm nhũ tương có lớp đồng nhất.

Ngoài ra, theo sáng chế, ngoài các thành phần mô tả ở trên, thành phần mà thông thường được sử dụng trong mỹ phẩm, chế phẩm dùng ngoài da và tương tự như tác nhân dầu khác với các loại mô tả ở trên, sáp, chất hoạt động bề mặt, nguyên liệu màu, bột, hợp chất polyme, chất tạo ẩm, nước hoa, chất chống oxy hóa, chất bảo quản, thành phần làm đẹp và tương tự có thể được trộn kết hợp trong phạm vi mà hiệu quả của sáng chế không bị suy giảm.

Chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế có thể được sử dụng làm tác nhân nền cho một phạm vi sử dụng rộng như mỹ phẩm, chế phẩm dùng ngoài da và tương tự và cụ thể, biểu hiện cảm giác khi sử dụng thích hợp làm mỹ phẩm.

Trên hết, việc áp dụng đối với mỹ phẩm mà được sử dụng bằng cách áp dụng lên da bên ngoài như chất làm trắng, nước xúc dạng sữa, kem, chất đắp, lớp lót, nền trang điểm, Son môi, son làm bóng môi, phấn mắt, chất kẻ mắt, chất bôi mí mắt, thuốc nhuộm tóc, thuốc xử lý tóc, tạo dạng tóc, chất ủ tóc và chất tương tự là được ưu tiên sử dụng và đặc biệt được ưu tiên là sử dụng dụng trong lớp lót.

Các thành phần từ (a) đến (d) mô tả ở trên có thể được sử dụng ở dạng một chế phẩm nhũ tương chứa tất cả các thành phần từ (a) đến (d), hoặc nó có thể được sử dụng bằng cách điều chế riêng biệt các thành phần cấu thành lớp bề mặt ở bề mặt được áp dụng và thành phần cấu thành lớp trong suốt ở bề mặt được áp dụng. Theo cách sử dụng như vậy, chế phẩm chứa các thành phần (a) và (d) mà cấu thành lớp bề mặt được xem là tác nhân thứ nhất và chế phẩm chứa các thành phần (b) và (c) mà cấu thành lớp trong suốt được xem là tác nhân thứ hai và tốt hơn là áp dụng tác nhân thứ hai mô tả ở trên lên bề mặt áp dụng sau khi áp dụng tác nhân thứ nhất mô tả ở trên lên trên da. Khi sử dụng đa tác nhân mô tả ở trên, tương tự như trường hợp mà nó được sử dụng ở dạng một chế phẩm nhũ tương, lớp màng phủ có cấu trúc kép gồm lớp kết dính và lớp trong suốt như được thể hiện trong hình vẽ trên Fig.2 (C) có thể thu được.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được giải thích một cách chi tiết hơn kết hợp tham chiếu các ví dụ, tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ này. Trừ khi được quy định theo cách khác, lượng trộn kết hợp là tính theo % khối lượng.

Trước khi minh họa các ví dụ, phương pháp đánh giá chế phẩm cho mỗi một thử nghiệm sẽ được giải thích.

Độ ổn định của chế phẩm

Trạng thái của mỗi một chế phẩm sau khi bảo quản giữ yên trong thời gian 1 tuần trong một bể tĩnh nhiệt thiết đặt nhiệt độ tại 50°C được đánh giá theo các tiêu chuẩn đánh giá mô tả dưới đây.

Các tiêu chuẩn đánh giá

○: Không quan sát thấy có sự phân tách thành phần và trạng thái lớp đồng nhất được duy trì.

○△: Sự phân tách thành phần hầu như không được quan sát thấy và trạng thái

lớp đồng nhất hầu như vẫn được duy trì.

△: Sự phân tách thành phần chút ít được quan sát thấy.

×: Sự phân tách thành phần đáng kể được quan sát thấy.

Cảm giác tươi mát khi sử dụng

Thử nghiệm về tính khả dụng thực tiễn bởi 10 chuyên gia chuyên nghiệp được tiến hành thực hiện. Mỗi một chế phẩm được ghi điểm trên cơ sở thang điểm ghi mô tả dưới đây liên quan đến cảm giác tươi mát khi sử dụng và các giá trị điểm ghi trung bình theo tính toán được đánh giá bằng các tiêu chuẩn đánh giá mô tả dưới đây làm các giá trị đánh giá.

Điểm ghi

5 điểm: Tuyệt vời

4 điểm: Tốt

3 điểm: Trung bình

2 điểm: Kém

1 điểm: Rất kém

Các tiêu chuẩn đánh giá

○: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 4,0 điểm hoặc cao hơn và 5,0 điểm hoặc thấp hơn.

△: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 2,5 điểm hoặc cao hơn và thấp hơn 4,0 điểm.

×: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 1,0 điểm hoặc cao hơn và thấp hơn 2,5 điểm.

Lớp phủ hoàn thiện bóng

Thử nghiệm về tính khả dụng thực tiễn bởi 10 chuyên gia chuyên nghiệp được tiến hành thực hiện. Mỗi một chế phẩm được ghi điểm trên cơ sở thang điểm ghi mô tả dưới đây liên quan đến lớp phủ hoàn thiện bóng và các giá trị điểm ghi trung bình theo tính toán được đánh giá bằng các tiêu chuẩn đánh giá mô tả dưới đây làm các giá trị đánh giá.

Điểm ghi

5 điểm: Tuyệt vời

4 điểm: Tốt

3 điểm: Trung bình

2 điểm: Kém

1 điểm: Rất kém

Các tiêu chuẩn đánh giá

○: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 4,0 điểm hoặc cao hơn và 5,0 điểm hoặc thấp hơn.

△: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 2,5 điểm hoặc cao hơn và thấp hơn 4,0 điểm.

×: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 1,0 điểm hoặc cao hơn và thấp hơn 2,5 điểm.

Độ bền trang điểm cao

Thử nghiệm về tính khả dụng thực tiễn bởi 10 chuyên gia chuyên nghiệp được tiến hành thực hiện. Mỗi một chế phẩm được ghi điểm trên cơ sở thang điểm ghi mô tả

dưới đây liên quan đến độ bền trang điểm cao và các giá trị điểm ghi trung bình theo tính toán được đánh giá bằng các tiêu chuẩn đánh giá mô tả dưới đây làm giá trị đánh giá.

Điểm ghi

5 điểm: Tuyệt vời

4 điểm: Tốt

3 điểm: Trung bình

2 điểm: Kém

1 điểm: Rất kém

Các tiêu chuẩn đánh giá

○: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 4,0 điểm hoặc cao hơn và 5,0 điểm hoặc thấp hơn.

△: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 2,5 điểm hoặc cao hơn và thấp hơn 4,0 điểm.

×: Giá trị đánh giá (giá trị trung bình) là 1,0 điểm hoặc cao hơn và thấp hơn 2,5 điểm.

Chế phẩm của mỗi một ví dụ thử nghiệm được điều chế theo công thức phối chế thể hiện trong bảng 1 dưới đây và việc trộn kết hợp thành phần (a) và thành phần (b) được khảo sát trên cơ sở các đánh giá mô tả ở trên về độ ổn định, cảm giác tươi mát khi sử dụng, lớp phủ hoàn thiện bóng và độ bền trang điểm tuyệt vời. Kết quả được thể hiện trong bảng 1 dưới đây.

[Bảng 1]

	Ví dụ thử nghiệm						
	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7
Thành phần (a)							
Polyglyxeryl-5 triisostearat	3	--	--	--	--	3	13
Glyxeryl monoisostearat	--	3	--	--	--	--	--
Pentaerytrityl tetra (behenat/benzoat/etylhexanoat) (*1)							
	--	--	3	--	--	--	--
Dipentaerytrityl hexahydroxystearat (*2)							
	--	--	--	3	--	--	--
Polyisobuten hydro hóa	--	--	--	--	1	--	--
Parafin lỏng	--	--	--	--	2	--	--
Thành phần (b)							
Dimeticon (*3)	10	10	10	10	10	--	--
Polyglyxeryl-2 triisostearat (*4)							
	--	--	--	--	--	10	--
Thành phần (c)							
Kẽm dexyl trisiloxancacboxylat	1	1	1	1	1	1	1
Thành phần (d)							
Nước trao đổi ion	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng

Lauryl PEG-9 polydimethylsiloxyletyl dimeticon (*5)

	1	1	1	1	1	1	1
Sáp vi tinh thể	2	2	2	2	2	2	2
Etylhexyl metoxyxinamat	3	3	3	3	3	3	3
Hồ nguyên liệu tạo màu lớp lót	17	17	17	17	17	17	17
Độ ổn định thành phần (50°C)	○	○	○	○	○	○	○
Cảm giác tươi mát khi sử dụng	○	○	○	○	○	○	○
Lớp phủ hoàn thiện bóng	○	○	○	○	○	○	○
Độ bền trang điểm tuyệt vời	○	○	○	○	○	×	×

※1: SALACOS PB822 (sản xuất bởi The Nisshin OilliO Group, Ltd.)

※2: COSMOL 168M (sản xuất bởi The Nisshin OilliO Group, Ltd.)

※3: KF-96A-6cs (sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

※4: COSMOL 43V (sản xuất bởi The Nisshin OilliO Group, Ltd.)

※5: KF-6038 (sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

Phương pháp sản xuất

Các thành phần khác với thành phần (b) và (d) được bổ sung vào thành phần (a) và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Chế phẩm được trộn kết hợp với thành phần (b) trong điều kiện gia nhiệt. Thành phần (d) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm thu được trong điều kiện gia nhiệt và

khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương nước trong dầu (lớp lót).

Như được thể hiện trong bảng 1, trong công thức phối chế của các ví dụ thử nghiệm từ 1-1 đến 1-5 sử dụng các este của axit béo với rượu polyhydric hoặc hydrocacbon khác nhau làm thành phần (a), chế phẩm nhũ tương dạng kem ổn định có cảm giác tươi mát khi sử dụng thu được. Ngoài ra, bề mặt áp dụng được phân tách thành 2 lớp, do đó thể hiện lớp phủ hoàn thiện bóng và có độ bền trang điểm tuyệt vời.

Mặt khác, ví dụ thử nghiệm 1-6 trộn kết hợp polyglyxeryl-2 triisostearat mà nó là thành phần dầu hoàn toàn tương thích với thành phần (a), làm thành phần (b) trở nên đồng nhất ở dạng chế phẩm có độ tươi mát bằng việc trộn kết hợp với nước. Tuy nhiên, vì thành phần dầu không phân tách thành 2 lớp sau khi áp dụng và lớp bề mặt bằng dầu silicon không được tạo ra, nên độ bền trang điểm kém.

Ngoài ra, trong ví dụ thử nghiệm 1-7 không trộn kết hợp thành phần (b), tương tự như ví dụ thử nghiệm 1-6, chế phẩm trở nên đồng nhất ở dạng chế phẩm và độ tươi mát ở dạng chế phẩm nhũ tương nước trong dầu được công nhận. Tuy nhiên, vì lớp bề mặt phân tách không tồn tại, nên độ bền trang điểm kém.

Từ mô tả ở trên, theo sáng chế, tốt nhất sử dụng este của axit béo với rượu polyhydric hoặc hydrocacbon làm thành phần (a) và dầu silicon không bay hơi trong suốt mà dầu này phân tách khi được trộn kết hợp với thành phần (a) ở nhiệt độ 25°C làm thành phần (b).

Bảng công thức phối chế thể hiện trong bảng 2 dưới đây, chế phẩm nhũ tương của các ví dụ thử nghiệm từ 2-1 đến 2-5 chứa các tác nhân gel hóa khác nhau được điều chế và độ ổn định của các chế phẩm này được đánh giá thông qua hình dáng bên ngoài của mỗi một chế phẩm sau khi bảo quản. Ảnh chụp hình dáng bên ngoài của chế phẩm trong các ví dụ thử nghiệm từ 2-1 đến 2-5 sau khi bảo quản trong thời gian 5 ngày trong điều kiện môi trường nhiệt độ 50°C được thể hiện trong hình vẽ trên các Fig từ 3A đến 3E.

[Bảng 2]

(Thành phần)	(% khối lượng)
--------------	----------------

Thành phần (a)

Polyglyxeryl-5 triisostearat	3
------------------------------	---

Thành phần (b)

Dimeticon (*3)	10
----------------	----

Thành phần (c)

Mỗi một tác nhân gel hóa dưới đây	1
-----------------------------------	---

Thành phần (d)

Nước trao đổi ion	Cân bằng
-------------------	----------

Sáp vi tinh thể	2
-----------------	---

Etylhexyl metoxyxinamat	3
-------------------------	---

Hồ nguyên liệu tạo màu lớp lót	17
--------------------------------	----

Phương pháp sản xuất

Các thành phần khác với thành phần (b) và (d) được bổ sung vào thành phần (a) và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Chế phẩm được trộn kết hợp với thành phần (b) trong điều kiện gia nhiệt. Thành phần (d) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm thu được trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương nước trong dầu (lớp lót).

Tác nhân gel hóa

Ví dụ thử nghiệm 2-1 (hình vẽ trên Fig.3 A): Tác nhân gel hóa không được

trộn kết hợp (nước trao đổi ion)

Ví dụ thử nghiệm 2-2 (hình vẽ trên Fig.3 B): Dextrin palmitat

Ví dụ thử nghiệm 2-3 (hình vẽ trên Fig.3 C): Glyxeryl (behenat/eicosadiolat)

Ví dụ thử nghiệm 2-4 (hình vẽ trên Fig.3 D): Sáp vi tinh thể 7: parafin 93 hoặc sáp vi tinh thể (PARMIC 160, sản xuất bởi Nikko Rica Corporation)

Ví dụ thử nghiệm 2-5 (hình vẽ trên Fig.3 E): kẽm dexyl trisiloxanacboxylat

Như được thể hiện trong hình vẽ trên Fig.3, trong chế phẩm bất kỳ của các ví dụ thử nghiệm khác với ví dụ thử nghiệm 2-5 mà ví dụ này sử dụng kẽm dexyl trisiloxan cacboxylat, các tác nhân dầu được phân tách và trạng thái của lớp đồng nhất không được duy trì.

Do đó, trong chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế, tốt hơn là trộn kết hợp kẽm dexyl trisiloxanacboxylat để duy trì trạng thái ổn định mà các tác nhân dầu phân tách với nhau được phân tán theo cách đồng nhất.

Các ví dụ của sáng chế được đưa ra dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn bởi những ví dụ này. Chế phẩm trong ví dụ phối chế bất kỳ duy trì được độ ổn định tuyệt vời (nhiệt độ 50°C 1W) và biểu hiện cảm giác tươi mát khi sử dụng, lớp phủ hoàn thiện bóng và có độ bền trang điểm tuyệt vời.

Các ví dụ 1 đến 6: Lớp lót

Thành phần	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6
(1) Polyglyxeryl-5 triisostearat		1	2		1	2
(2) Pentaerytrityl tetra (behenat/benzoat/etylhexanoat)(*2)	3	2	1	3	2	1
(3) Dimeticon(*3)	10	10	10	10	10	10
(4) kẽm đexyl trisiloxancacboxylat	1	1	1	1	1	1
(5) Nước trao đổi ion	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng
(6) Lauryl PEG-9polydimetylsiloxyetyl đimeticon(*5)	1	1	1			
(7) PEG-10 đimeticon(*6)				1	1	1
(8) Sáp vi tinh thể	2	2	2	2	2	2
(9) Etylhexyl metoxyxinamat	3	3	3	3	3	3
(10) Hồ nguyên liệu tạo màu lớp lót	17	17	17	17	17	17
(11) Oxit sắt đen kỵ nước		0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
(12) Oxit titan kỵ nước		9	9	9	9	9

※6: KF-6017 (sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

Phương pháp sản xuất

Các thành phần khác với thành phần (3) và (5) được bổ sung vào thành phần (1) và (2) và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Chế phẩm được trộn kết hợp với thành phần (3) trong điều kiện gia nhiệt. Bổ sung thành phần (5) một cách từ từ vào chế phẩm thu được trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương nước trong dầu (lớp lót).

Các ví dụ 7 đến 12: Lớp đắp nhũ tương (lớp lót nhũ tương)

Thành phần	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12
(1) Kẽm dexyl trisiloxanacboxylat	1	1	1	1	1	1
(2) Glyxeryl monoisostearat					1	1
(3) Polyglyxeryl-5 triisostearat	1	1	1	1		
(4) Pentaerytrityl tetra (behenat/benzoat/etylhexanoat)	2	2	2	2	2	2
(5) Dimeticon	8	8	8	13	8	8
(6) Xyclometicon	16,8	23,8	26,8	30,87	23,8	26,8
(7) Isohexadecan	7					
(8) Sáp parafin	4	4	4	4	4	4
(9) Sáp vi tinh thể	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
(10) Distearylđimetylamoni clorua	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
(11) Axit palmitic	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
(12) PEG-10 dimeticon	2,5	2,5		2,5	2,5	
(13) Sorbitan sesquiosostearat	0,5	0,5		0,5	0,5	
(14) Oxit titan kỵ nước	9	9	9	12	9	9
(15) Oxit sắt vàng kỵ nước	2,37	2,37	2,37	3,081	2,37	2,37
(16) Oxit sắt đỏ kỵ nước	0,67	0,67	0,67	0,871	0,67	0,67
(17) Oxit sắt đen kỵ nước	0,06	0,06	0,06	0,078	0,06	0,06
(18) Oxit titan hạt mịn	7	7	7	7	7	7
(19) Silic oxit dạng hình cầu	3	3	3	10	3	3
(20) Nước trao đổi ion	30	30	30	7	30	30
(21) Dipropylen glycol	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
(22) Phenoxy etanol	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35

Phương pháp sản xuất

Trộn kết hợp các thành phần từ (1) đến (4) và từ (7) đến (19) trong điều kiện gia nhiệt. Bổ sung chế phẩm này vào chế phẩm của thành phần (5) và (6) mà hai thành phần này đã được kết hợp và gia nhiệt riêng biệt và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Sau đó, dung dịch kết hợp của các thành phần từ (20) đến (22) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm mô tả ở trên trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương nước trong dầu (lớp lót nhũ tương).

Các ví dụ từ 13 đến 16: Lớp lót dạng lỏng

Thành phần	Ví dụ 13	Ví dụ 14	Ví dụ 15	Ví dụ 16
(1) Glyxeryl monoisostearat	1		1.4	
(2) Ete isostearyl glyxeryl				1.4
(3) Pentaerytrityl tetra (behenat/benzonat/etylhexanoat)	2			
(4) Đipentaerytrityl hexahydroxystearat		3		
(5) Dimeticon	8	5	5	5
(6) Xyclometicon	11,3	5	11,3	11,3
(7) Isohexadecan		5		
(8) Kẽm dexyl trisiloxancacboxylat	1	3	1	1
(9) Lauryl PEG-9polydimetylsiloxyetyl đimeticon	0,5		0,5	0,5
(10) 2-etylhexyl parametoxysinamat	3		3	3
(11) Axit isostearic	0,5		0,5	0,5
(12) PEG-10 đimeticon	0,5	0,5	0,5	0,5

(13) Oxit titan hạt mịn	5	5	5	5
(14) Oxit titan kỵ nước	9	9	9	9
(15) Oxit sắt đỏ kỵ nước	0,84	0,84	0,84	0,84
(16) Oxit sắt vàng kỵ nước	2,62	2,62	2,62	2,62
(17) Oxit sắt đen kỵ nước	0,29	0,29	0,29	0,29
(18) Bột dạng cầu	1,33		1,33	1,33
(19) Glyxerin	5	4	5	5
(20) 1,3-butylen glycol	5	5	5	5
(21) Paraben	0,25	0,25	0,25	0,25
(22) Muối			1	1
(23) Nước trao đổi ion	42,57	51,2	46,17	46,17
(24) Phenoxy etanol	0,3	0,3	0,3	0,3

Phương pháp sản xuất

Trộn kết hợp các thành phần từ (1) đến (4) và từ (7) đến (18) trong điều kiện gia nhiệt. Bổ sung chế phẩm này vào chế phẩm của thành phần (5) và (6) mà hai thành phần này đã được kết hợp và gia nhiệt riêng biệt và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Sau đó, dung dịch kết hợp của các thành phần từ (19) đến (24) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm mô tả ở trên trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương (lớp lót dạng lỏng).

Ví dụ 17: Lớp lót dạng lỏng

(Thành phần)	(% khối lượng)
(1) Polyglyxeryl-5 triisostearat	15
(2) Xyclometicon (KF-995, sản xuất bởi Shin-Etsu Silicon Co., Ltd.)	4,38

(3) Dimeticon (KF-96A-6cs, sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd)	5
(4) Kẽm dexyl trisiloxanecarboxylat	3
(5) Sorbitan sesquiosostearat (ESTEMOL 182V, sản xuất bởi The Nisshin OilliO Group, Ltd.)	2
(6) Oxit titan kỵ nước	20,7
(7) Oxit sắt vàng kỵ nước	4
(8) Oxit sắt đỏ kỵ nước	0,84
(9) Tác nhân màu óng ánh ngũ sắc	8
(10) Nước trao đổi ion	Cân bằng

Phương pháp sản xuất

Trộn kết hợp các thành phần (1) và từ (4) đến (9) trong điều kiện gia nhiệt. Bổ sung chế phẩm này vào chế phẩm của thành phần (2) và (3) mà hai thành phần này đã được trộn kết hợp và gia nhiệt riêng biệt và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Sau đó, thành phần (10) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm mô tả ở trên trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương (lớp lót dạng lỏng).

Ví dụ 18: Phấn mắt

(Thành phần)	(% khối lượng)
(1) Polyglyxeryl-5 triisostearat	15

(2) Xyclometicon (KF-995, sản xuất bởi Shin-Etsu Silicon Co., Ltd.)	10
(3) Đimeticon (KF-96A-6cs, sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd)	5
(4) Kẽm dexyl trisiloxancacboxylat	3
(5) Sorbitan sesquiosostearat (ESTEMOL 182V, sản xuất bởi The Nisshin OilliO Group, Ltd.)	2
(6) Oxit sắt vàng kị nước	0,32
(7) Oxit titan kị nước (màu hồng)	0,1
(8) Oxit titan kị nước (màu xanh)	0,8
(9) Tác nhân màu óng ánh ngũ sắc kị nước (PROMINENCE SF, sản xuất bởi Topy Industries, Ltd.)	2
(10) Tác nhân màu óng ánh ngũ sắc kị nước (TIMIRON MP-115, sản xuất bởi Merck Ltd.)	3
(11) Tác nhân màu óng ánh ngũ sắc kị nước (TIMIRON SPLENDED GREEN, sản xuất bởi Merck Ltd.)	5
(12) Tác nhân màu óng ánh ngũ sắc kị nước (TIMIRON MP-45, sản xuất bởi Merck Ltd.)	10
(13) Tác nhân màu óng ánh ngũ sắc (XIRONA MAGIC MAUVE, sản xuất bởi Merck Ltd.)	0,1
(14) Nước trao đổi ion	Cân bằng

Phương pháp sản xuất

Trộn kết hợp thành phần (1) và các thành phần từ (4) đến (13) trong điều kiện gia nhiệt. Chế phẩm được bổ sung vào chế phẩm của thành phần (2) và (3) mà đã được trộn kết hợp và gia nhiệt riêng biệt và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Sau đó, thành phần (14) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm mô tả ở trên trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương (phần mắt).

Ví dụ 19: Thuốc nhuộm tóc tạm thời

(Thành phần)	(% khối lượng)
(1) Polyglyxeryl-5 triisostearat	15
(2) Xyclometicon (KF-995, sản xuất bởi Shin-Etsu Silicon Co., Ltd.)	10
(3) Điphenylsiloxyl phenyl trimeticon (Silicon KF56, sản xuất bởi Shin-Etsu Silicon Co., Ltd)	5
(4) Kẽm dexyl trisiloxancacboxylat	3
(5) Sáp vi tinh thể 7: Parafin 93 hoặc Sáp vi tinh thể (PARMIC 160, sản xuất bởi Nikko Rica Corporation)	2
(6) Sorbitan sesquiosostearat (ESTEMOL 182V, sản xuất bởi The Nisshin OilliO Group, Ltd.)	2
(7) Oxit sắt đen kị nước	8
(8) Bột talc xử lý bằng xà phòng kim loại	7
(9) Nước trao đổi ion	Cân bằng

Phương pháp sản xuất

Trộn kết hợp thành phần (1) và các thành phần từ (4) đến (8) trong điều kiện gia nhiệt. Chế phẩm được bổ sung vào chế phẩm của thành phần (2) và (3) mà đã được trộn kết hợp và gia nhiệt riêng biệt và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Sau đó, thành phần (9) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương (thuốc nhuộm tóc tạm thời).

Ví dụ 20: Mascara

(Thành phần)	(% khối lượng)
(1) Glyxeryl monoisostearat	1,4
(2) Polyglyxeryl triisostearat	5
(3) Pentaerytrityl tetra(behenat/benzonat/etylhexanoat)	5
(4) Kẽm dexyl trisiloxancacboxylat	3
(5) Trimetylsiloxysilicat	10
(6) Xyclometicon	14,45
(7) Metylphenylpolysiloxan	3
(8) Sáp vi tinh thể	2
(9) Sáp parafin	6
(10) Oxit sắt đen kỵ nước	10
(11) 1,3-Butylen glycol	5
(12) Metylparaben	0,15

(13) Chế phẩm của nhũ tương copolyme acrylic alkyl (2)	10
(14) Rượu polyvinyl	10
(15) Nước trao đổi ion	15

Phương pháp sản xuất

Trộn kết hợp các thành phần từ (1) đến (5) và từ (8) đến (10) trong điều kiện gia nhiệt. Chế phẩm được bổ sung vào chế phẩm của thành phần (6) và (7) đã được trộn kết hợp và gia nhiệt riêng biệt và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Sau đó, dung dịch kết hợp của các thành phần từ (11) đến (15) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm mô tả ở trên trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương (mascara).

Ví dụ 21: Sơn môi

(Thành phần)	(% khối lượng)
(1) Glyxeryl monoisostearat	1,4
(2) Polyglyxeryl triisostearat	13,6
(3) Pentaerytrityl tetra(behenat/benzonat/etylhexanoat)	5
(4) Kẽm đexyl trisiloxancacboxylat	3
(5) Trimetylsiloxysilicat	10
(6) Diphenyl đimeticon	5
(7) Metyl phenyl trisiloxan	5
(8) Hồ nguyên liệu tạo màu	6

(9) Tác nhân màu óng ánh ngũ sắc	3
(10) PEG-10 dimeticon	1
(11) Nước	36
(12) Glyxerin	5
(13) Sáp parafin	3
(14) Isohexadecan	3

Phương pháp sản xuất

Trộn kết hợp các thành phần từ (1) đến (5), từ (8) đến (10), (13) và (14) trong điều kiện gia nhiệt. Chế phẩm được bổ sung vào chế phẩm của thành phần (6) và (7) đã được trộn kết hợp và gia nhiệt riêng biệt và trộn kết hợp cho tới khi chế phẩm trở thành đồng nhất trong điều kiện gia nhiệt. Sau đó, dung dịch kết hợp của thành phần (11) và (12) được bổ sung một cách từ từ vào chế phẩm mô tả ở trên trong điều kiện gia nhiệt và khuấy và thu được chế phẩm nhũ tương (Son môi).

Mô tả các số chỉ dẫn tham chiếu

- 1 Thành phần (c)
- 2 Thành phần (d)
- 3 Thành phần (b)
- 4 Phiến mỏng của thành phần (a) và thành phần (d)
- 10 Da
- 11 Lớp đồng nhất

- 12 Thành phần (a)
- 13 Thành phần (b)
- 14 Lớp bám dính
- 15 Lớp trong suốt

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nhũ tương nước trong dầu, đặc trưng ở chỗ chế phẩm này chứa:

(a) từ 1 đến 20% khối lượng este của axit béo với rượu polyhydric và/hoặc hydrocacbon;

(b) từ 3 đến 20% khối lượng dầu silicon không bay hơi trong suốt mà dầu này phân tách khi được trộn với thành phần (a) ở nhiệt độ 25°C;

(c) từ 0,1 đến 5% khối lượng kẽm dexyl trisiloxancacboxylat; và

(d) nước.

2. Chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo điểm 1, trong đó thành phần (a) được chọn từ polyglyxeryl isostearat, glyxeryl monoisostearat, este của axit béo với pentaerytritol và ete isostearyl glyxeryl, trong đó số mol bổ sung của glyxerin nằm trong khoảng từ 4 đến 10 và số lượng gốc axit isostearic nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

3. Chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo điểm 1, còn chứa chất hoạt động bề mặt silicon có giá trị HLB bằng hoặc thấp hơn 7.

4. Mỹ phẩm đặc trưng ở chỗ, mỹ phẩm này chứa chế phẩm nhũ tương nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3.

FIG. 1

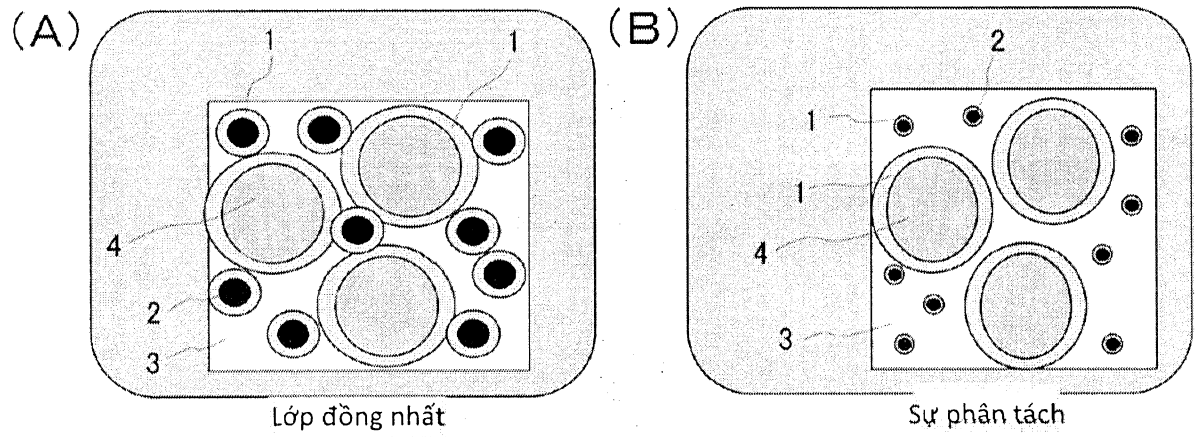


FIG. 2

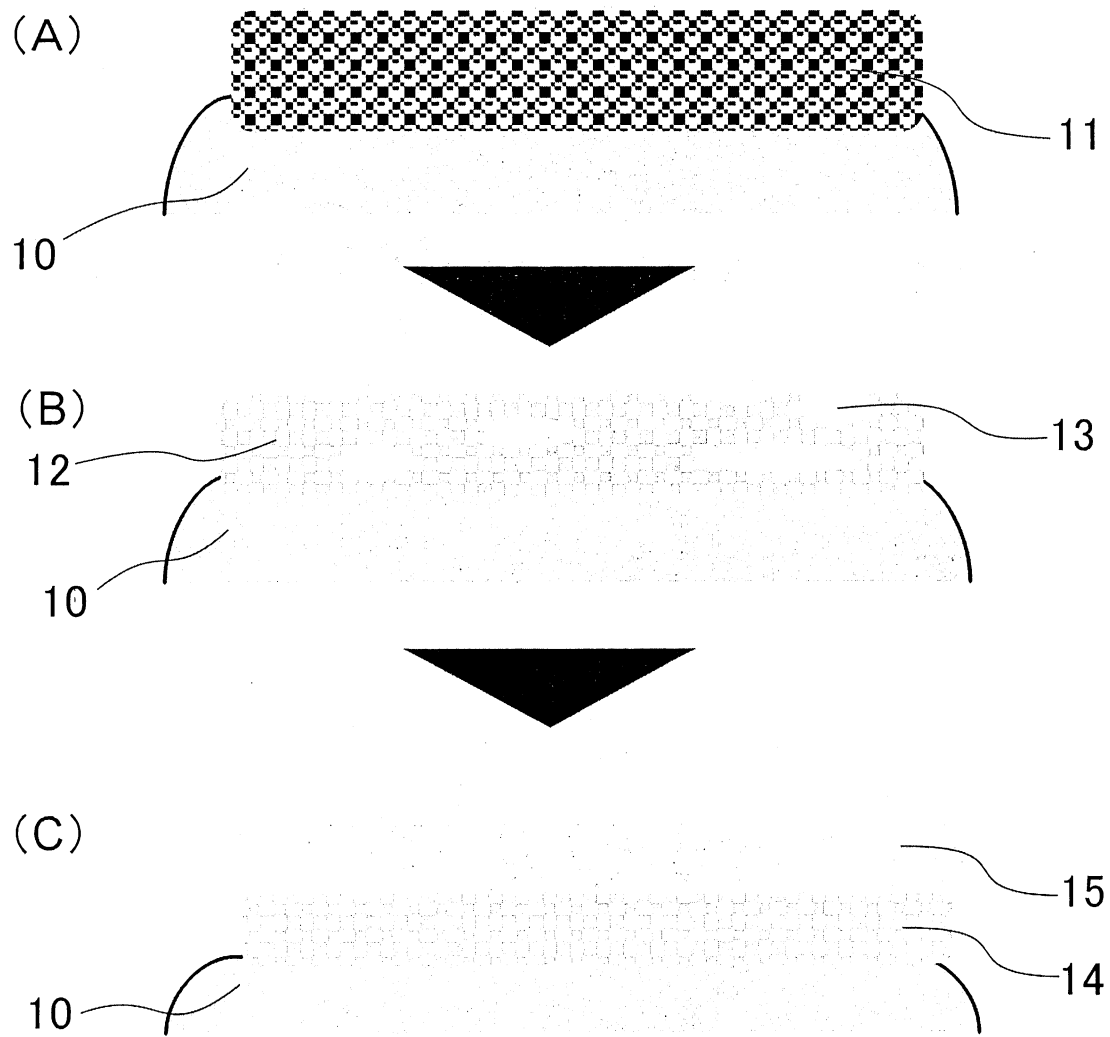


FIG. 3

