



(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
1-0020124
(51)⁷ **A61K 8/27, 8/06, 8/31, 8/891, A61Q** (13) **B**
17/04

(21) 1-2015-02056	(22) 08.11.2013
(86) PCT/JP2013/080194 08.11.2013	(87) WO2014/077189 22.05.2014
(30) 2012-249125 13.11.2012 JP	
(45) 25.12.2018 369	(43) 25.08.2015 329
(73) SHISEIDO COMPANY, LTD. (JP) 5-5, Ginza 7-chome, Chuo-ku, Tokyo 1040061, Japan	
(72) NAGARE, Yuko (JP), YAMAGUCHI, Kazuhiro (JP)	
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)	

(54) **MỸ PHẨM CHỐNG NẮNG DẠNG NHŨ TƯƠNG NƯỚC TRONG DẦU**

(57) Sáng chế đề cập đến mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ tương nước trong dầu có tác dụng bảo vệ tia cực tím mạnh và đồng thời không có mùi khó chịu đặc trưng cho mỹ phẩm chống nắng, đem lại cảm giác mịn và tán tốt khi sử dụng mà không có cảm giác thô và trở nên dính khi dùng. Mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế, khác biệt ở chỗ, mỹ phẩm này chứa vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước (a), dầu hydrocacbon bay hơi (b), dimethicon bay hơi (c), và (d) tùy ý dầu bán rắn được đưa vào với lượng 3% trọng lượng hoặc ít hơn tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng, trong đó tổng lượng của dầu hydrocacbon bay hơi (b) và dimethicon bay hơi (c) nằm trong khoảng từ 3% đến 45% trọng lượng so với tổng lượng mỹ phẩm chống nắng. Cụ thể, tốt hơn là mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ tương nước trong dầu còn chứa dầu bán rắn và hàm lượng của dầu bán rắn nằm trong khoảng từ 0,1% đến 3% trọng lượng so với tổng lượng mỹ phẩm chống nắng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến mỹ phẩm chống nắng. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ tương nước trong dầu mà mùi khó chịu đặc trưng cho mỹ phẩm chống nắng không thể nhận thấy được từ mỹ phẩm này mặc dù nó có khả năng cao trong việc ngăn cản ánh sáng cực tím và mỹ phẩm này mịn và có khả năng tán tốt mà không có cảm giác thô và, ngoài ra, không dính sau khi sử dụng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bột kẽm oxit được đưa vào trong nhiều mỹ phẩm chống nắng để ngăn cản ánh sáng cực tím với bước sóng dài. Tuy nhiên, kẽm oxit khó ổn định trong quá trình phân tán, và thậm chí trong một số trường hợp, bản thân hoạt tính xúc tác của kẽm oxit có thể làm giảm độ ổn định của hệ bào chế. Khi xem xét việc duy trì chức năng của chất tán xạ ánh sáng cực tím và việc cải thiện độ ổn định và cấu trúc của hệ bào chế, bề mặt của kẽm oxit được làm kỹ nước bằng silicon, xà phòng kim loại, axit béo, hợp chất flo chẳng hạn.

Tuy nhiên, kẽm oxit được làm kỹ nước bằng alkylalkoxysilan, được sử dụng rộng rãi làm tác nhân gây kỹ nước, có mùi đặc trưng và vì vậy một số người sử dụng nhận thấy mùi đặc trưng cho mỹ phẩm chống nắng này và cảm thấy khó chịu. Dựa trên thực tế này, việc sử dụng bột đã cải biến mà bột nền của nó, tức là kẽm oxit, có chức năng ngăn cản chống lại ánh sáng cực tím và bề mặt của nó được bao bằng một hợp chất silicon có cấu tạo đặc trưng đã được đề xuất (Tài liệu Patent 1).

Trong khi đó, nỗ lực cũng đã được thực hiện nhằm duy trì độ ổn định theo thời gian của chế phẩm bằng cách bao silic oxit (anhydrit silicic) lên bề mặt của kẽm oxit, bằng cách đó sự rửa giải ion kẽm hoặc hoạt tính xúc tác của ion kẽm có thể được ức chế.

Ví dụ, tài liệu Patent 2 mô tả rằng phản ứng giữa kẽm oxit và axit béo tự do trong hệ có thể được ức chế và nhờ đó độ ổn định có thể được cải thiện bằng cách đưa vào hỗn hợp bột mà vi hạt kẽm oxit với cỡ hạt 0,1 μm hoặc nhỏ hơn của nó được bao bằng

anhyđrit silicic tạo ra tỷ lệ bao là 5% trọng lượng hoặc nhiều hơn và 30 % trọng lượng hoặc ít hơn so với kẽm oxit và ngoài ra bề mặt của nó được xử lý tiếp bằng silic oxit tạo ra tỷ lệ bao là 3% trọng lượng hoặc nhiều hơn và 12% trọng lượng hoặc ít hơn, và một hoặc nhiều hơn hai polysiloxan được cải biến bằng polyoxyalkylen.

Cũng vậy, tài liệu Patent 3 bộc lộ tác nhân dùng ngoài da chứa dẫn xuất benzotriazol và oxit kim loại được bao bằng silic oxit. Việc sử dụng oxit kim loại được bao bằng silic oxit làm ngăn cản sự mất màu của tác nhân này và cải thiện hiệu quả ngăn cản ánh sáng cực tím trong thời gian dài.

Tuy nhiên, trong một số trường hợp, khó khăn ở chỗ là mỹ phẩm được bào chế với bột được bao bằng silic oxit không có độ mịn và có khả năng tán tòi, và tạo ra độ thô khi chúng được dùng cho da.

Tài liệu thuộc tình trạng kỹ thuật

Tài liệu Patent

Tài liệu Patent 1: JP2010-270073 A

Tài liệu Patent 2: JP4011799 B

Tài liệu Patent 3: JP2009-114088 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết

Mục đích của sáng chế là để xuất mỹ phẩm chống nắng mà không có mùi khó chịu đặc trưng cho kẽm oxit và mỹ phẩm này có thể tạo ra cảm giác mịn và tán tốt khi sử dụng mà không cảm thấy thô và dính thậm chí sau khi được sử dụng.

Các phương thức để giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu kỹ nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên và do đó đã nhận ra rằng mùi khó chịu đặc trưng cho kẽm oxit có thể được ức chế bằng cách sử dụng vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỵ nước. Và ngoài ra, tác giả sáng chế đã nhận thấy rằng độ thô của vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỵ nước được đưa vào chế phẩm đã được ức chế và trên thực tế thu được cấu trúc

tuyệt vời mịn và có khả năng tán tốt bằng cách đưa hỗn hợp gồm vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước và một lượng dầu hydrocacbon bay hơi và dimethicon bay hơi định trước vào chế phẩm này, và nhờ đó sáng chế được tạo ra.

Cụ thể là, sáng chế đề xuất mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ tương nước trong dầu chúa; (a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước, (b) dầu hydrocacbon bay hơi, (c) dimethicon bay hơi, và (d) tùy ý dầu bán rắn được đưa vào với lượng 3% trọng lượng hoặc ít hơn tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng, trong đó tổng lượng của (b) dầu hydrocacbon bay hơi và (c) dimethicon bay hơi nằm trong khoảng từ 3 đến 45% trọng lượng tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, mỹ phẩm chống nắng ức chế mùi khó chịu đặc trưng cho kẽm oxit bằng cách sử dụng (a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước, ngoài ra tạo ra tác dụng chống rám nắng tuyệt vời. Hơn nữa, bằng cách đưa vào chế phẩm hỗn hợp gồm (a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước và lượng định trước (b) dầu hydrocacbon bay hơi và (c) dimethicon bay hơi, có thể ngăn cản được việc cấu trúc trở nên tồi tệ hơn do việc đưa (a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước vào chế phẩm.

Mô tả chi tiết sáng chế

Mô tả các phương án thực hiện sáng chế

Dưới đây, tác giả sáng chế mô tả sáng chế kỹ hơn.

(a) Vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước

Theo sáng chế, (a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước (hoặc dưới đây được gọi đơn giản là "hợp phần a" trong một số trường hợp) được đưa vào mỹ phẩm chống nắng là vi hạt thu được bằng cách xử lý bề mặt của hỗn hợp bột (kẽm oxit được bao silic oxit) với tác nhân gây kỹ nước sau đó bao đều silic oxit lên bề mặt của vi hạt kẽm oxit để thu được hỗn hợp bột.

Tốt hơn là, đường kính hạt trung bình của vi hạt kẽm oxit nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,1 μm , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,05 μm . Vi hạt kẽm oxit sẵn có để bán có thể bao gồm FINEX-25, FINEX-50, và FINEX-75 (tất cả đều do Sakai Chemical Industry Co., Ltd. cung cấp), ZnO350 (Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd.), ZINCOX SUPER-10, ZINCOX SUPER-20R, và ZINCOX SUPER-30 (tất cả đều do Hakusuitech Co., Ltd. cung cấp), và Z-COTE (Sun Smart, Inc.).

Kẽm oxit được bao silic oxit có thể thu được bằng cách tạo ra lớp bao silic oxit trên bề mặt của vi hạt kẽm oxit nêu trên bằng cách sử dụng phương pháp đã biết rõ. Cụ thể là, ví dụ, kẽm oxit được bao silic oxit có thể thu được bằng cách bổ sung natri silicat vào dung dịch chứa vi hạt kẽm oxit trong nước để trung hòa sau đó bao đồng đều anhyđrit silicic lên bề mặt của hạt bột của vi hạt kẽm oxit nêu trên trong điều kiện độ phân tán ở mức độ cao được duy trì bằng cách sử dụng máy nghiền cát chảng hạn. Ngoài ra, kẽm oxit được bao silic oxit cũng có thể thu được bằng cách bổ sung alkoxysilan để bao đồng đều anhyđrit silicic trên bề mặt của hạt bột của vi hạt kẽm oxit nêu trên sau đó phân tán vi hạt kẽm oxit ở mức độ cao trong dung môi hữu cơ. Có thể sử dụng các phương pháp bất kỳ khác ngoài các phương pháp nêu trên miễn là cuối cùng lượng silic oxit định trước có thể được bao.

Tốt hơn là, lớp bao silic oxit của vi hạt kẽm oxit nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng và cụ thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 23% trọng lượng tính theo tổng lượng kẽm oxit được bao silic oxit. Khi lớp bao silic oxit nhỏ hơn 5% trọng lượng, khó có thể bao đồng đều mặt ngoài của vi hạt kẽm oxit, trong khi mà khi lớp bao silic oxit lớn hơn 30% trọng lượng, cảm nhận thu được khi sử dụng là tệ hơn, chảng hạn tiếng cót két do silic oxit gây ra.

Bề mặt của kẽm oxit được bao silic oxit thu được trên đây được xử lý tiếp bằng tác nhân gây ky nước để thu được vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm ky nước có thể dùng được trong sáng chế này.

Tác nhân gây ky nước có thể bao gồm các tác nhân đã biết cho đến nay nhưng không chỉ giới hạn cụ thể ở những tác nhân này. Cụ thể là, hợp chất silic oxit là được ưu tiên, chảng hạn một loại dầu silicon bao gồm dimethyl polysiloxan (dimethicon),

metyl phenyl polysiloxan, và methyl hydrogen polysiloxan, một loại alkylsilan bao gồm methyltrimetoxysilan, etyltrimetoxysilan, hexyltrimetoxysilan, và octyltrimetoxysilan, và một loại floalkylsilan bao gồm triflomethyl etyl trimetoxysilan và heptađecaflđexyl trimetoxysilan. Một hoặc hỗn hợp gồm nhiều hơn hai trong số chúng có thể được sử dụng.

Phương pháp gây kỵ nước có thể bao gồm phương pháp đã biết cho đến nay nhưng không chỉ giới hạn cụ thể ở những phương pháp này. Ngoài ra, kẽm oxit được bao silic oxit là không giới hạn ở kẽm oxit được bao silic oxit được bao hoàn toàn bằng tác nhân gây kỵ nước miễn là đảm bảo tính kỵ nước do việc gây kỵ nước. Tính kỵ nước của nó có thể được đảm bảo bằng cách sử dụng phương pháp đã biết.

Như đã nêu trên, vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỵ nước có thể sử dụng trong sáng chế có một lớp hạt gồm silic oxit nằm giữa lớp tác nhân gây kỵ nước và vi hạt kẽm oxit. Người ta cho là mùi khó chịu đặc trưng cho kẽm oxit có thể được ức chế do lớp hạt ở giữa nằm bên dưới lớp ngoài cùng của nó bịt kín nguồn gây mùi.

Ngoài ra, có thể sử dụng vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỵ nước ở dạng sắn có để bán. Tác nhân sắn có để bán có thể bao gồm FINEX-30W-LP2 và FINEX-50W-LP2 (đều do Sakai Chemical Industry Co., Ltd. cung cấp) và Maxlight® ZS-032-D (Showa Denko Co., Ltd.)

Vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỵ nước có thể được bào chế một cách thích hợp theo trị số SPF mong muốn và lượng vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỵ nước trong chế phẩm không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 15% trọng lượng, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 3 đến 10% trọng lượng tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng. Khi lượng đưa vào chế phẩm nhỏ hơn 0,1% trọng lượng, hiệu lực chống nắng có thể không đủ, và mặt khác khi lượng này lớn hơn 20% trọng lượng, điều này trở nên không mong muốn do có thể xảy ra cảm giác thô ráp hoặc màu trắng quá mức khi nhìn bằng mắt thường.

(b) Dầu hydrocacbon bay hơi

Theo sáng chế, (b) dầu hydrocacbon bay hơi (hoặc sau đây được gọi một cách đơn giản là "hợp phần b" trong một số trường hợp) được đưa vào mỹ phẩm chống nắng không bị hạn chế cụ thể miễn là nó đã được sử dụng trong mỹ phẩm và được sử dụng cho đến nay và nó là dầu hydrocacbon bay hơi ở nhiệt độ thường (25°C). Dầu hydrocacbon bay hơi này có thể bao gồm isođodecan, isohexađecan, polyisobutene được hydro hóa, v.v..

(c) Đimethicon bay hơi

Theo sáng chế, khi (c) đimethicon bay hơi (hoặc sau đây được gọi một cách đơn giản là "hợp phần c" trong một số trường hợp) được đưa vào mỹ phẩm chống nắng, có thể sử dụng dimethylpolysiloxane mà nó ít nhót và bay hơi ở nhiệt độ thường và được sử dụng trong mỹ phẩm cho đến nay. Đimethicon bay hơi sẵn có để bán có thể bao gồm KF-96L-1.5cs và KF-96L-2cs (đều do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. cung cấp), và v.v..

Lượng kết hợp vào chế phẩm của (b) dầu hydrocacbon bay hơi và (c) đimethicon bay hơi nên trên cần nằm trong khoảng từ 3 đến 45% trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 40% trọng lượng, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 20 đến 30% trọng lượng tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng. Khi lượng kết hợp vào chế phẩm nhỏ hơn 3% trọng lượng, khả năng tán theo nghĩa ứng dụng khó có thể đạt được và mặt khác, khi lượng kết hợp vào chế phẩm lớn hơn 45% trọng lượng, chế phẩm trở nên nhòn và khó có thể có được cảm giác tươi mới khi sử dụng.

Hơn nữa, tỷ lệ giữa lượng (b) dầu hydrocacbon bay hơi trong chế phẩm và lượng (c) đimethicon bay hơi trong chế phẩm không bị giới hạn cụ thể, nhưng nằm trong khoảng từ 100 : 1 đến 1 : 100, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 : 1 đến 1 : 10, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 : 5 đến 5 : 1.

Theo sáng chế, mỹ phẩm chống nắng có thể bao gồm các chất được sử dụng theo truyền thống cho mỹ phẩm nói chung và một dược chất khác dùng tại chỗ ngoài các hợp phần nêu trên, nghĩa là chất làm trắng da, chất gây ẩm, chất chống oxy hóa, hợp phần dầu, các loại chất hấp thụ ánh sáng cực tím khác, chất hoạt động bề mặt, chất làm

đặc, rượu, hợp phần dạng bột, chất tạo màu, hợp phần chứa nước, nước, và nhiều loại chất dinh dưỡng dùng cho da có thể được đưa vào chế phẩm một cách thích hợp nếu cần.

Cụ thể là, chế phẩm chứa dầu bán rắn là được ưu tiên do sự cải thiện hơn nữa cảm giác khi sử dụng. Dầu bán rắn có thể bao gồm nhưng không bị giới hạn cụ thể miễn là nó ở trạng thái bán rắn ở nhiệt độ thường và được sử dụng cho các tác nhân dùng tại chỗ hoặc mỹ phẩm. Ví dụ, dầu bán rắn có thể bao gồm Vaseline, dầu cọ được hydro hóa, dầu hạt cọ, phytosteryl macadamiat, pentaerythrityl tetrabehenat/benzoat/ethylhexanoat, bơ hạt mỡ và v.v.. Cụ thể là, dầu bán rắn có nguồn gốc từ thực vật (nghĩa là dầu cọ được hydro hóa, dầu hạt cọ, phytosteryl macadamiat, bơ hạt mỡ, v.v..) được ưu tiên.

Khi dầu bán rắn được đưa vào chế phẩm, nó được đưa vào với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 2% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 2% trọng lượng tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng. Khi lượng đưa vào chế phẩm nhỏ hơn 0,1% trọng lượng, hiệu lực của dầu bán rắn là không đủ và mặt khác, khi lượng đưa vào lớn hơn 3% trọng lượng, lượng này là không mong muốn do có thể xảy ra hiện tượng dính sau khi sử dụng chế phẩm.

Theo sáng chế, mỹ phẩm chống nắng có thể được điều chế bằng cách sử dụng phương pháp truyền thống được dùng trong sản xuất chế phẩm nhũ tương nước trong dầu. Ví dụ, phương pháp này bao gồm: pha dầu ngoại trừ hợp phần a được gia nhiệt nếu cần để được hòa tan đồng đều, và pha nước được bổ sung từ từ vào pha dầu, trong đó hợp phần a được phân tán trước bằng cách sử dụng thiết bị đồng hóa, để được nhũ hóa bằng cách sử dụng thiết bị đồng hóa này.

Theo sáng chế, mỹ phẩm chống nắng có thể có trong nhiều kiểu sản phẩm khác nhau bao gồm thuốc mỡ, kem, nhũ tương, nước xức, mặt nạ và v.v. cho mục đích bất kỳ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ngoài ra, tác giả sáng chế minh họa cụ thể sáng chế này có viện dẫn đến các ví dụ thực hiện sáng chế, nhưng sáng chế này không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Lượng đưa vào chế phẩm được biểu thị theo % trọng lượng (phần thực tế) trừ khi được chỉ ra một cách cụ thể theo cách khác.

Phương pháp đánh giá

Phương pháp được sử dụng để đánh giá mỹ phẩm chống nắng theo sáng chế được nêu dưới đây.

(1) Hiệu quả ức chế mùi

Ngưỡng mùi đặc trưng cho mỹ phẩm chống nắng do kẽm oxit được đánh giá theo tiêu chí sau dựa trên điểm đánh giá được đưa ra bởi một nhóm gồm 20 chuyên gia.

Cấp độ đánh giá

A: Ít nhất 16 người trong nhóm đồng ý là không nhận thấy mùi đặc trưng cho tác nhân chống nắng.

B: từ 11 đến 15 người trong nhóm đồng ý là không nhận thấy mùi đặc trưng cho tác nhân chống nắng.

C: từ 6 đến 10 người trong nhóm đồng ý là không nhận thấy mùi đặc trưng cho tác nhân chống nắng.

D: Nhiều nhất 5 người trong nhóm đồng ý là không nhận thấy mùi đặc trưng cho tác nhân chống nắng.

(2) Cấu trúc

Đánh giá tổng thể về sự không thô, khả năng tán tốt, và cảm giác không nhờn khi sử dụng và không dính sau khi sử dụng mỹ phẩm, được đánh giá theo tiêu chí sau dựa trên điểm đánh giá được đưa ra bởi nhóm gồm 20 chuyên gia.

Cấp độ đánh giá

A: Ít nhất 16 người trong nhóm đồng ý là chế phẩm tuyệt vời.

B: từ 11 đến 15 người trong nhóm đồng ý là chế phẩm tuyệt vời.

- C: từ 6 đến 10 người trong nhóm đồng ý là chế phẩm tuyệt vời.
- D: Nhiều nhất 5 người trong nhóm đồng ý là chế phẩm tuyệt vời.

Ví dụ thử nghiệm

(1) Sự thay đổi đặc tính do hợp phần a

Một vài chế phẩm nhũ tương nước trong dầu phô biến được chỉ ra trong Bảng 1 được điều chỉnh để so sánh tác động đối với ngưỡng mùi và cấu trúc giữa vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước và bột của vi hạt kẽm oxit đã được bao không phải bằng silic oxit được làm kỹ nước bằng silicon. Cụ thể là, bentonit đã được cải biến dạng cation được phân tán trong hợp phần pha dầu bằng cách sử dụng thiết bị đồng hóa và mỗi bột được bổ sung và được phân tán bằng cách sử dụng thiết bị đồng hóa để thu được pha dầu, và tiếp theo chế phẩm nhũ tương nước trong dầu này được điều chỉnh bằng cách nhũ hóa bằng cách sử dụng thiết bị đồng hóa trong khi pha nước được điều chỉnh riêng rẽ được bổ sung từ từ vào pha dầu. Mỗi cấp độ đánh giá đồng thời được chỉ ra trong Bảng 1.

[Bảng 1]

	Thành phần	Ví dụ sánh 1	Ví dụ sánh 2	Ví dụ sánh 3	Ví dụ sánh 4
Pha nước	Nước trao đổi ion	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại
	Rượu etyl	6,0	6,0	6,0	6,0
	Glyzerol	1,0	1,0	1,0	1,0
	Eđetat trinatri	0,1	0,1	0,1	0,1
	Phenoxyetanol	0,5	0,5	0,5	0,5
Pha dầu	Etylhexyl palmitat	7,0	7,0	7,0	7,0
	Dexametylcylopentasiloxan	30,0	30,0	30,0	30,0
	Axit isostearic	0,5	0,5	0,5	0,5
	Trimethylsiloxysilicat	3,0	3,0	3,0	3,0
	Bentonit được cải biến dạng cation	0,2	0,2	0,2	0,2
	Octyl metoxyxinamat	10,0	10,0	10,0	10,0
	Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	1,0	1,0	1,0	1,0
Phân bột	Vị hạt kẽm oxit được xử lý bằng silicon *1	20,0	-	-	-
	Vị hạt kẽm oxit được xử lý bằng silicon *2	-	20,0	-	-
	(a) Vị hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được xử lý bằng silicon *3	-	-	20,0	-
	(a) Vị hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được xử lý bằng silicon *4	-	-	-	20,0
Cấp độ đánh giá	Không thể nhận ra mùi đặc trưng cho tác nhân chống nắng	D	D	A	A
	Không thơm	B	B	D	D
	Khả năng tán tốt	B	B	D	D

*1: FINEX-50S-LP2 (được sản xuất bởi Sakai Chemical Industry Co., Ltd.)

- *2: MZY-505S (được sản xuất bởi Tayca Corporation)
- *3: FINEX-50W-LP2 (được sản xuất bởi Sakai Chemical Industry Co., Ltd.)
- *4: Maxlight® ZS-032-D (được sản xuất bởi Showa Denko K.K.)

Như được chỉ ra trong Bảng 1, mìu khó chịu đặc trưng cho kẽm oxit được nhận thấy từ các chế phẩm nêu trong Ví dụ so sánh 1 và 2, được làm từ vi hạt kẽm oxit được xử lý bằng silicon và không có lớp bao silic oxit. Ngược lại, mìu đặc trưng cho kẽm oxit khó có thể nhận thấy được từ các chế phẩm nêu trong Ví dụ so sánh 3 và 4, được làm từ vi hạt kẽm oxit được xử lý bằng silicon và có lớp bao silic oxit. Mặt khác, khi so với các chế phẩm nêu trong Ví dụ so sánh 1 và 2, các chế phẩm nêu trong Ví dụ so sánh 3 và 4 có cảm giác khô và khả năng tán kém hơn khi sử dụng.

(2) Sự thay đổi đặc tính do các hợp phần b và c

Một vài chế phẩm nhũ tương nước trong dầu được chỉ ra trong Bảng 2 được điều chế để so sánh tác dụng từ việc phối hợp (a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước với (b) dầu hydrocacbon bay hơi và (c) dimethicon bay hơi, và, cả dầu bán rắn trong một số trường hợp. Cụ thể là, hợp phần a được bổ sung vào các hợp phần pha dầu bao gồm hợp phần b và c (thậm chí là dầu bán rắn) và được phân tán bằng cách sử dụng thiết bị đồng hóa để thu được pha dầu, và tiếp theo chế phẩm nhũ tương nước trong dầu được điều chế bằng cách nhũ hóa bằng cách sử dụng thiết bị đồng hóa trong khi pha nước được điều chế riêng được bổ sung từ từ vào các hợp phần pha dầu. Mỗi cấp độ đánh giá đồng thời được chỉ ra trong Bảng 2.

[Bảng 2]

	Thành phần	Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 6	Ví dụ so sánh 7	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 5	Ví dụ so sánh 8
Pha nước	Nước trao đổi ion	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại
	Rượu etyl	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Glycerol	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Edetat trimatri	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
	Phenoxyetanol	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Pha dầu	Dexametylxylopetasiloxan	28	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(b)	Isodođecan	-	14	-	14	8	8	8	8	8	8
(b)	Isohexadecan	-	14	-	-	2	2	2	2	2	2
(c)	Dimethicon bay hơi*5	-	-	14	-	8	8	8	8	8	8
(c)	Dimethicon bay hơi*6	-	-	14	14	10	10	10	10	10	10
	Phytosteryl macadamiat	-	-	-	-	-	0,5	1	2	2	4
	Đisisopropyl sebacat	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Glyceryl 2-etylhexanoat	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	Axit isostearic	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	2-etylhexyl p-metoxixinamat	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Octocrylen	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Bis-etylhexyloxyphenol triazin	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2

	Đietylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoat	2	2	2	2	2	2	2	2
	Dimethicodietylbenzalmalonat	5	5	5	5	5	5	5	5
	Polymethylsiloxan hình cầu	10	10	10	10	10	10	10	10
Phân bột	(a) Vỉ hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được xử lý bằng silicon *4	5	5	5	5	5	5	5	5
Cấp độ đánh giá	Không có mùi đặc trưng cho tác nhân chống nắng	A	A	A	A	A	A	A	A
	Không thô	D	C	C	B	B	A	A	A
	Không dính sau khi sử dụng	A	A	A	A	A	A	A	D

*4: Maxlight® ZS-032-D (được sản xuất bởi Showa Denko K.K.)

*5: KF-96L-1.5cs (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

*6: KF-96L-2cs (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

Như được chỉ ra trong Bảng 2, các chế phẩm trong Ví dụ 1 và 2 đưa (b) dầu hyđrocacbon bay hơi và (c) dimethicon bay hơi vào chế phẩm thể hiện cấp độ về độ thô và khả năng tán tốt hơn các chế phẩm trong các Ví dụ so sánh từ 5 đến 7 trong đó không chứa một hoặc cả hai hợp phần này, và được nhận thấy là có các đặc tính tuyệt vời khi dùng làm sản phẩm.

Ngoài ra, độ thô được ức chế hơn nữa và các cấp độ đánh giá của chế phẩm đều vô cùng tuyệt vời về tất cả các hạng mục bao gồm mùi và cấu trúc khi phytosteryl macadamiat bán rắn được bổ sung (các Ví dụ từ 3 đến 5.) Tuy nhiên, khi lượng dư phytosteryl macadamiat được đưa vào chế phẩm (Ví dụ so sánh 8), đã xác nhận rằng cấu trúc của chế phẩm bị tổn hại một cách đáng bàn cãi do xảy ra hiện tượng dính sau khi sử dụng.

(3) Sự thay đổi đặc tính do tổng lượng hợp phần b và c

Nhiều loại chế phẩm nhũ tương nước trong dầu được chỉ ra trong Bảng 3, trong đó chỉ có tổng lượng (b) dầu hyđrocacbon bay hơi và (c) dimethicon bay hơi đưa vào chế phẩm là khác nhau, được điều chế bằng cách sử dụng cùng một phương pháp như được sử dụng trong Ví dụ 1 nêu trên. Mỗi cấp độ đánh giá đồng thời được chỉ ra trong Bảng 3.

[Bảng 3]

	Thành phần	Ví dụ sánh 9	só	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ sánh 10	so
Pha nước	Nước trao đổi ion	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại	Còn lại
	Rượu etyl	5	5	5	5	5	5	5
	Glyxerol	2	2	2	2	2	2	2
	Eđettat trinatri	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
	Phenoxyetanol	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Pha dầu	Dexametylxcyclopentasiloxan	20	20	-	-	-	-	-
	(b) Isododecan	1	2,5	14	20	20	25	25
	(c) Dimethicon bay hơi*6	1	2,5	14	20	20	25	25
	Phytosteryl macadamiat	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Đisiopropyl sebacat	5	5	5	5	5	5	5
	Glyxeryl 2-etylhexanoat	5	5	5	5	5	5	5
	Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	3	3	3	3	3	3	3
	Axit isostearic	1	1	1	1	1	1	1
	2-etylhexyl p-metoxyxinamat	5	5	5	5	5	5	5
	Bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin	2	2	2	2	2	2	2
	Đietylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoat	2	2	2	2	2	2	2
Phân bột	Polymethylsiloxan hình cầu	5	5	5	5	5	5	5
	(a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được xử lý bằng silicon *4	10	10	10	10	10	10	10
Cấp độ đánh giá	Không có mùi đặc trưng cho tác nhân chống nắng	A	A	A	A	A	A	A
	Không thơm	C	B	A	A	A	A	A
	Không nhờn	B	B	A	A	A	C	C

	Không dính sau khi sử dụng	A	A	A	A	A
--	----------------------------	---	---	---	---	---

*4: Maxlight® ZS-032-D (được sản xuất bởi Showa Denko K.K.)

*6: KF-96L-2cs (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

Như được chỉ ra trong Bảng 3, khi tổng lượng của (b) dầu hydrocacbon bay hơi và (c) dimethicon bay hơi nhỏ hơn 3% trọng lượng, khả năng tán trở nên tồi hơn và xảy ra cảm giác khô khi sử dụng và khi tổng lượng này lớn hơn 45% trọng lượng, có khả năng xảy ra sự nhờn (Ví dụ so sánh 9 và 10). Ngược lại, đã xác nhận rằng các chế phẩm trong các Ví dụ từ 6 đến 8, trong đó tổng lượng của các hợp phần b và c nằm trong khoảng từ 3 đến 45% trọng lượng, tạo ra cấu trúc tuyệt vời không khô và không nhờn.

(4) Sự thay đổi đặc tính do dầu bán rắn

Mỗi chế phẩm nhũ tương nước trong dầu chứa một loại dầu bán rắn khác nhau nhưng với cùng trọng lượng (1% trọng lượng) được điều chế bằng cách sử dụng phương pháp giống như đã được sử dụng cho Ví dụ 1 nêu trên. Mỗi cấp độ đánh giá đồng thời được chỉ ra trong Bảng 4.

[Bảng 4]

	Thành phần	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11
Pha nước	Nước trao đổi ion	Còn lại	Còn lại	Còn lại
	Rượu etyl	5	5	5
	Glyxerol	5	5	5
	Eđetat trinatri	0,05	0,05	0,05
	Phenoxyetanol	0,5	0,5	0,5
Pha dầu	Dexametylxclopentasiloxan	-	-	-
	(b) Isododecan	8	8	8
	(b) Isohexadecan	2	2	2
	(c) Dimethicon bay hơi*5	8	8	8
	(c) Dimethicon bay hơi*6	10	10	10
	Phytosteryl macadamiat	1	-	-
	Dầu cọ được hydro hóa	-	1	-
	Bơ hạt mỡ	-	-	1
	Diisopropyl sebacat	5	5	5
	Glyceryl 2-ethylhexanoat	5	5	5
	Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	3	3	3
	Axit isostearic	1	1	1
	2-ethylhexyl p-metoxyxinamat	5	5	5
	Octocrylen	5	5	5
	Bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin	2	2	2
	Dietylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoat	2	2	2
	Dimethicodietylbenzalmalonat	5	5	5
Phân bột	Polymethylsiloxan hình cầu	10	10	10

Cáp độ đánh giá	(a) Vỉ hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được xử lý bằng silicon *4	5	5	5	5
Không	Không có mũi đặc trưng cho tác nhân chống nắng	A	A	A	A
Không thô		A	A	A	A
Không dính sau khi sử dụng		A	A	A	A

*4: Maxlight® ZS-032-D (được sản xuất bởi Showa Denko K.K.)

*5: KF-96L-1.5cs (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

*6: KF-96L-2cs (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

Như được chỉ ra trong Bảng 4, khi dầu bán rắn bất kỳ bao gồm phytosteryl macadamiat, dầu cọ được hydro hóa và bơ hạt mỡ được sử dụng, các cấp độ đánh giá là vô cùng tuyệt vời ở tất cả các hạng mục bao gồm mùi và cấu trúc (các Ví dụ từ 9 đến 11).

Ví dụ bào chế 1: Nhũ tương chống nắng	% trọng lượng
Isođodecan	10
Isohexadecan	4
Đimethicon bay hơi	18
Dầu cọ được hydro hóa	0,3
Squalan	2
Pentaerythrityl tetraethylhexanoat	5
Isopropyl myristat	5
Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	2
Bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin	2
Đietylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoat	2
2-etylhexyl p-metoxyxinamat	10
Bột silic oxit có dạng hình cầu	10
Vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước	5
Rượu etyl	5
1,3-Butylen glycol	5
Phenoxyetanol	0,5
Hương thơm	vừa đủ
Nước trao đổi ion	Còn lại

Ví dụ bào chế 2: Nhũ tương chống nắng	% trọng lượng
Dexametylxcyclopentasiloxan	1
Isođodecan	5
Isohexadecan	5
Đimethicon bay hơi	8
Đimethicon không bay hơi	3
Phytosteryl macadamiat	0,5
Xetyl 2-etylhexanoat	5
Pentaerythrityl tetraetylhexanoat	5
Điisopropyl sebacat	8
Glyceryl 2-etylhexanoat	8
Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	3
Octocrylen	5
Đimethicodiethylbenzalmalonat	3
4-t-Butyl-4'-methoxyđibenzoylmethan	1
Metylen bis-benzotriazolyl tetrametylbutylphenol	2
Bột nylon dạng hình cầu	6
Vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước	10
1,3-Butylen glycol	5
Phenoxyethanol	0,5
Đéetat trinatri	0,05
Hương thơm	vừa đủ
Nước trao đổi ion	Còn lại

Ví dụ bào chế 3: Nhũ tương chống nắng	% trọng lượng
Isohexadecan	17
Đimethicon bay hơi	17
Đimethicon không bay hơi	2
Phytosteryl macadamiat	1
Squalan	2
Pentaerythrityl tetraethylhexanoat	3
Điisopropyl sebacat	3
Isopropyl myristat	3
Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	2
Bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin	2
Điethylamino hydroxybenzoyl hexyl benzoat	2
2-etylhexyl p-metoxyxinamat	10
Bột PMMA hình cầu	6
Vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước	13
Rượu etyl	2
Glyxerol	3
Paraben	0,5
Hương thơm	vừa đủ
Nước trao đổi ion	Còn lại

Ví dụ bào chế 4: Kem chống nắng	% trọng lượng
Bentonit được cải biến dạng cation	2
Isođodecan	20

Dimethicon bay hơi	10
Dầu cọ được hydro hóa	0,5
Glyceryl 2-ethylhexanoat	5
Isopropyl myristat	5
Polysiloxan được cải biến polyoxyalkylen	2
Octocrylen	3
Bis-ethylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin	1
2-ethylhexyl p-metoxyxinamat	5
Axit phenylbenzimidazol sulfonic	1
Bột nhựa silic oxit có dạng hình cầu	6
Vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỹ nước	4
Vi hạt titan đioxit được làm kỹ nước	2
Dipropylen glycol	5
Glycerol	3
Eđetat trinatri	0,1
Phenoxyetanol	0,5
Hương thơm	vừa đủ
Chất trung hòa	vừa đủ
Nước trao đổi ion	Còn lại

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ tương nước trong dầu chứa:

- (a) vi hạt kẽm oxit được bao bằng silic oxit được làm kỵ nước,
 - (b) dầu hydrocacbon bay hơi,
 - (c) dimethicon bay hơi, và
 - (d) tùy ý dầu bán rắn được đưa vào với lượng 3% trọng lượng hoặc ít hơn tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng, và trong đó tổng lượng của (b) dầu hydrocacbon bay hơi và (c) dimethicon bay hơi nằm trong khoảng từ 3% đến 45% trọng lượng tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng.
2. Mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ tương nước trong dầu theo điểm 1, trong đó lượng dầu bán rắn được đưa vào mỹ phẩm nằm trong khoảng từ 0,1% đến 3% trọng lượng tính theo tổng lượng mỹ phẩm chống nắng.