



(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) 
1-0022564

(51)⁷ **A61K 8/03, 8/14, 8/31, 8/44, 8/55,**
8/60, 8/86, 8/894, A61Q 19/00

(13) **B**

(21)	1-2015-04468	(22)	03.02.2014		
(86)	PCT/JP2014/052449	03.02.2014	(87)	WO2014/174868	30.10.2014
(30)	2013-094214	26.04.2013	JP		
(45)	25.12.2019	381	(43)	25.01.2016	334
(73)	SHISEIDO COMPANY, LTD. (JP) 5-5, Ginza 7-chome, Chuo-ku, Tokyo 104-0061, Japan				
(72)	YONEZAWA, Tetsuro (JP)				
(74)	Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)				

(54) **CHẾ PHẨM CHỨA NƯỚC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa nước trong đó các bọt nhỏ và giọt dầu là đồng tồn tại một cách ổn định. Chế phẩm chứa nước theo sáng chế được đặc trưng ở chỗ, chứa:

- (a) hợp chất amphiphil,
- (b) nước, và
- (c) dầu,

trong đó các bọt nhỏ được tạo thành với thành phần (a) và giọt dầu chứa thành phần (c) là có mặt trong thành phần (b). Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa nước, và cụ thể là, đến chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ và giọt dầu. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Một số hợp chất amphiphil có đồng thời tính ưa nước và kỵ nước tạo thành cấu trúc hình cầu màng lớp kép (pha lớp mỏng) trong pha nước. Khối hình cầu nhỏ này có cấu trúc màng lớp kép được gọi là liposom hoặc các bọt nhỏ mà có thể hợp nhất một cách ổn định thành phần nước bên trong khối hình cầu nhỏ với dầu trong màng khối hình cầu.

Chất hoạt động bề mặt silicon (ví dụ, tài liệu patent 1) và phospholipit (ví dụ, tài liệu patent 2) đã được báo cáo là hợp chất amphiphil mà có thể tạo thành các bọt nhỏ.

Tuy nhiên, lượng lớn dầu có thể không được trộn lẫn vào chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ. Tức là, ngay cả khi cố gắng đưa một lượng lớn dầu vào trong hệ này, thì việc tạo nhũ tương xảy ra và sự hình thành các bọt nhỏ là không thể thực hiện được. Do đó, việc trộn lẫn chỉ một lượng dầu mà có thể được chứa bên trong màng các bọt nhỏ được nghiên cứu tiếp đối với chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ. Vì vậy, lượng dầu trộn lẫn trong chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ là nhỏ tới mức khó tạo ra độ ẩm thậm chí ngay cả khi cảm giác tươi mới là tuyệt vời.

Mặt khác, chế phẩm nhũ tương trong đó lượng dầu thích đáng có thể được trộn lẫn là không phải tùy ý với chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ khi xét đến tính tương hợp và tính không dính.

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: Công bố patent chưa xét nghiệm của Nhật bản số H07-323222

Tài liệu patent 2: Công bố patent chưa xét nghiệm của Nhật bản số 2007-277192

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề sẽ được giải quyết bởi sáng chế

Sáng chế được tạo ra dựa trên các vấn đề được mô tả trên đây của kỹ thuật hiện nay và mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm chứa nước trong đó các bong nhỏ và giọt dầu là đồng tồn tại một cách ổn định.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế và cộng sự đã nghiên cứu một cách miễn cưỡng để giải quyết các vấn đề được mô tả trên đây và, kết quả là, đã phát hiện ra rằng chế phẩm chứa nước chứa các bong nhỏ và giọt dầu, tạo ra tính tương hợp đối với da và cảm giác ẩm ướt tuyệt vời, v.v và có thể thu được bằng cách chứa hợp chất amphiphil (a), nước (b), và dầu (c); và tốt hơn là chứa dầu đặc hiệu; và nhờ vậy sáng chế sau đó đã được tạo ra.

Tức là, chế phẩm chứa nước theo sáng chế chứa:

- (a) hợp chất amphiphil,
- (b) nước, và
- (c) dầu,

trong đó, thành phần (b) chứa các bong nhỏ mà thành phần (a) tạo thành và giọt dầu chứa thành phần (c).

Trong chế phẩm chứa nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (a) chứa hợp chất lưỡng tính có khả năng tạo thành các bong nhỏ.

Trong chế phẩm chứa nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (a) được chọn từ nhóm gồm có este của axit béo với đường, dẫn xuất dầu thầu dầu được hydro hoá polyoxyetylen, muối kim loại của axyl-amino axit, phospholipit, và chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12.

Trong chế phẩm chứa nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (c) chứa dầu tách biệt với hợp chất amphiphil (a) khi được trộn với nó. Trong chế phẩm chứa

nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (a) chứa chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 và thành phần (c) chứa dầu hydrocacbon. Trong chế phẩm chứa nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (a) chứa chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12.

Trong chế phẩm chứa nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (b) chứa các bong nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 và giọt dầu chứa dầu hydrocacbon, và trong đó chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 dính bám vào bề mặt của các bong nhỏ.

Trong chế phẩm chứa nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (c) chứa dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8.

Trong chế phẩm chứa nước được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (b) chứa các bong nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 và giọt dầu chứa dầu hydrocacbon và mà màng phân tử kép của các bong nhỏ chứa dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8.

Chế phẩm chứa nước theo sáng chế khác biệt ở chỗ sau khi dung dịch nước chứa các bong nhỏ chứa hợp chất amphiphil (a) thu được bằng cách trộn thành phần (a) và nước (b), chế phẩm chứa nước thu được bằng cách trộn dung dịch nước thu được và dầu (c).

Ngoài ra, phương pháp sản xuất chế phẩm chứa nước theo sáng chế được đặc trưng ở chỗ có bước tạo ra dung dịch nước chứa các bong nhỏ mà chứa thành phần (a) bằng cách trộn hợp chất amphiphil (a) và nước (b), và trộn dung dịch nước và dầu (c).

Ngoài ra, phương pháp sản xuất chế phẩm chứa nước theo sáng chế khác biệt ở chỗ có bước tạo ra dung dịch nước chứa các bong nhỏ chứa thành phần (a) bằng cách trộn (a) chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 và nước (b) và bước trộn dung dịch nước và dầu hydrocacbon (c).

Trong phương pháp sản xuất được mô tả trên đây, tốt hơn là bổ sung dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 khi thành phần (a) và thành phần (b) được trộn.

Ngoài ra, chế phẩm có lớp kép theo sáng chế được đặc trưng ở chỗ, chế phẩm này có lớp kép chứa hợp chất amphiphil (a), nước (b) và dầu (c), và lớp nước chứa các bọt nhỏ được tạo thành từ thành phần (a) là có mặt trong thành phần (b), và lớp dầu chứa thành phần (c).

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ được chứa trong thành phần (a).

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là thành phần (a) được chọn từ nhóm gồm có este của axit béo với đường, dẫn xuất dầu thầu dầu được hydro hoá polyoxyetylen, muối kim loại của axyl-amino axit, phospholipit, và chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12.

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là dầu mà tách biệt, khi được trộn với hợp chất amphiphil (a), được chứa làm thành phần (c).

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 được chứa trong thành phần (a) và dầu hydrocacbon được chứa trong thành phần (c).

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 được chứa trong thành phần (a).

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là chứa lớp nước, trong đó các bọt nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 là có mặt và lớp dầu chứa dầu hydrocacbon, và chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 dính bám vào bề mặt của các bọt nhỏ.

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là dầu silicon và/hoặc

dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 được chứa trong thành phần (c).

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là chứa lớp nước, trong đó các bọt nhỏ được tạo thành với chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 là có mặt và lớp dầu chứa dầu hydrocacbon, và dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 được chứa trong the màng phân tử kép của các bọt nhỏ.

Trong chế phẩm có lớp kép được mô tả trên đây, tốt hơn là natri clorua được chứa trong thành phần (b).

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện chế phẩm chứa nước theo sáng chế.

Fig.2 thể hiện chế phẩm có lớp kép theo sáng chế.

Fig.3 thể hiện (A) ảnh chụp khi chế phẩm chứa nước theo sáng chế (mỹ phẩm lớp kép được lắc theo sáng chế; Ví dụ thử nghiệm 4-1) được dùng cho da và (B) ảnh chụp khi mỹ phẩm lớp kép thông thường (Ví dụ thử nghiệm 4-3) được lắc và được dùng cho da.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm chứa nước theo sáng chế được đặc trưng ở chỗ chứa:

- (a) hợp chất amphiphil,
- (b) nước, và
- (c) dầu,

trong đó, các bọt nhỏ được tạo thành từ thành phần (a) và giọt dầu chứa thành phần (c) là có mặt trong thành phần (b).

Tức là, chế phẩm chứa nước theo sáng chế là chế phẩm được thể hiện trên Fig.1. Trong chế phẩm theo sáng chế, các bọt nhỏ được tạo thành từ thành phần (a) và giọt dầu chứa thành phần (c) là có mặt trong thành phần (b). Chế phẩm theo sáng chế có thể được tạo ra bằng phương pháp đã biết theo cách chung mà chế phẩm chứa các bọt nhỏ có thể thu được.

((a) Hợp chất amphiphil)

Hợp chất amphiphil phải bao gồm hợp chất amphiphil có khả năng tạo thành các bọt nhỏ, nghĩa là, hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ.

Hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ có thể bao gồm ví dụ, este của axit béo với đường, dẫn xuất dầu thầu dầu được hydro hoá polyoxyetylen, muối kim loại của axyl-amino axit, phospholipit, chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 và v.v nhưng không chỉ giới hạn ở các ví dụ cụ thể này.

Este của axit béo với đường có thể bao gồm, ví dụ, este của axit béo với sucroza, este của axit béo với maltitol và este của axit béo với trehaloza, nhưng không chỉ giới hạn ở các ví dụ cụ thể này.

Số lượng nhóm hydroxyl được thế bằng axit béo (mức độ este hoá) là không bị giới hạn theo cách cụ thể, nhưng tốt hơn là monoeste, dieste và trieste, tốt hơn nữa là monoeste và dieste và tốt nhất là monoeste.

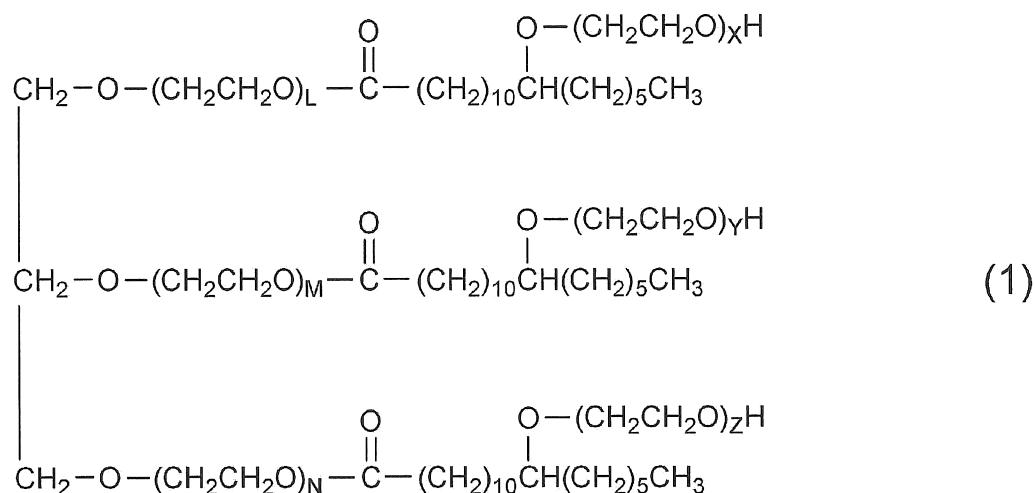
Axit béo cấu thành của este của axit béo với đường tốt hơn là axit béo no hoặc không no có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon, mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Axit béo có thể bao gồm axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit stearic, axit isostearic, axit arachic, axit behenic, axit tetradecen, axit hexadecan, axit octadecen, axit octadecadien, axit eicosenoic, axit eicosatetraenoic, axit docosenoic và axit octadecatrienoic, nhưng không bị giới hạn. Trong số chúng, axit stearic là được ưu tiên.

Trong trường hợp dieste, hai axit béo có thể là khác nhau.

Đối với dẫn xuất dầu thầu dầu được hydro hoá polyoxyetylen, hợp chất có công thức (1) dưới đây tốt hơn là được sử dụng.

[hợp chất 1]



Trong công thức (1) trên đây, tổng số của $L + M + N + X + Y + Z$ mà là số mol bổ sung trung bình (E) của etylen oxit là $10 \leq E \leq 20$.

Đối với muối kim loại của axyl-amino axit, muối kim loại của axyl-amino axit có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon là được ưu tiên.

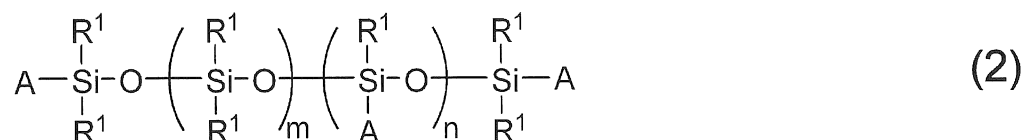
Muối kim loại của axyl-amino axit bao gồm, ví dụ, natri N-lauroyl-L-glutamat, N-stearoyl-L-glutamat và natri di-(N-lauroylglutamyl)lysin.

Phospholipit bao gồm, ví dụ, phospholipit lòng đỏ trứng, phospholipit đậu tương và vật liệu được hydro hoá của nó và sphingophospholipit như sphingomyelin.

Chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 là không bị giới hạn theo cách cụ thể và bao gồm, ví dụ, silicon được cải biến polyoxyalkylen v.v.

Đối với hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ, chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 được thể hiện trong công thức (2) được mô tả dưới đây tốt hơn là được sử dụng.

[hợp chất 2]



Trong công thức (2) được mô tả trên đây, R^1 là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon. Đối với A, ít nhất một trong số chúng là nhóm polyoxyalkylen được biểu diễn theo công thức: $-(CH_2)_a-(C_2H_4O)_b-(C_3H_6O)_c-R^2$ (trong công thức này, R^2 là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, a là số nguyên từ 1 đến 6, b là số nguyên từ 0 đến 50, c là số nguyên từ 0 đến 50, và $b + c$ ít nhất bằng 5 hoặc lớn hơn), và các A khác là (các) nguyên tử hydro hoặc (các) nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon. Số m là số nguyên từ 1 đến 200, và n là số nguyên từ 0 đến 50.

Trong công thức (2) được mô tả trên đây, R^1 là chuỗi phụ trên cấu trúc polysiloxan khung chính và nó là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon. Các chuỗi phụ này có thể là giống nhau hoặc khác nhau. Ví dụ, khi tất cả R^1 là nhóm methyl, cấu trúc này là cấu trúc dimethylpolysiloxan và khi R^1 là nhóm methyl và nhóm phenyl, cấu trúc này là cấu trúc methylphenylpolysiloxan. A là vị trí mà ở đó nhóm polyoxyalkylen được đưa vào khung chính của cấu trúc polysiloxan và ít nhất một trong số chúng là nhóm polyoxyalkylen được biểu diễn theo công thức: $-(CH_2)_a-(C_2H_4O)_b-(C_3H_6O)_c-R^2$ (trong công thức này, R^2 là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, a là số nguyên từ 1 đến 6, b là số nguyên từ 0 đến 50, c là số nguyên từ 0 đến 50, và $b + c$ ít nhất bằng 5 hoặc lớn hơn).

Trong công thức (2) được mô tả trên đây, khi phần A là nhóm polyoxyalkylen được mô tả trên đây, các A khác có thể là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon. Ví dụ, khi hai A đầu cuối là nhóm polyoxyalkylen, nó là silicon được cải biến polyoxyalkylen loại ABA. Mặt khác, chỉ có A không phải đầu cuối là nhóm polyoxyalkylen, nó là silicon được cải biến polyoxyalkylen loại đối xứng. Nhóm polyoxyalkylen có thể là bất kỳ trong số các nhóm sau đây: nhóm polyoxyetylen, nhóm polyoxypropylen và nhóm polyoxyetylen/polyoxypropylen. Số mol của cấu trúc m polysiloxan không được thể từ 1 đến 200. Số mol của cấu trúc n polysiloxan được thể polyoxyalkylen từ 0 đến 50. Khi n bằng 0, thì cần thiết rằng một hoặc cả hai trong số hai A đầu cuối là các nhóm polyoxyalkylen.

Đối với silicon được cải biến polyoxyalkylen này, polyoxyetylen (12mol)

dimethylpolysiloxan được cải biến (silicon được cải biến polyoxyalkylen loại đối xứng, trong đó nhóm methyl chuỗi phụ của dimethylpolysiloxan mạch thẳng được thay thế bằng nhóm polyoxyetylen (12 mol)), polyoxyetylen (8 mol) dimethylpolysiloxan được cải biến và polyoxyetylen (20mol) dimethylpolysiloxan được cải biến tốt hơn là được sử dụng. Các ví dụ khác bao gồm copolyme khối polyoxyetylen-methylsiloxan-polyoxyetylen loại ABA.

Khi silicon được cải biến polyoxyetylen là được sử dụng, tốt hơn là tỷ lệ phần trăm về trọng lượng phân tử của etylen oxit trong tổng số trọng lượng phân tử bằng từ 20 đến 60%.

Chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 được sử dụng trong sáng chế có thể được tạo ra bằng phương pháp đã biết chung hoặc các sản phẩm thương mại có thể được sử dụng. Ví dụ, các sản phẩm thương mại bao gồm SH3772M (HLB: 6), SH3773M (HLB: 8), và SH3775M (HLB: 5) (tất cả được sản xuất bởi Dow Corning Toray Corporation).

Lượng trộn lẫn của hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ tốt hơn là bằng 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là bằng 0,2% khối lượng hoặc nhiều hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn của hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ là quá nhỏ, tác dụng hình thành các bọt nhỏ có thể không thu được.

Lượng trộn lẫn của hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ tốt hơn là bằng 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là bằng 5% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn của hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ là quá lớn, độ ổn định của các bọt nhỏ có thể là kém.

Ít nhất một phần của hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ được chứa như các bọt nhỏ trong chế phẩm chứa nước theo sáng chế. Sự hình thành các bọt nhỏ có thể được thực hiện một cách dễ dàng bằng phương pháp đã biết chung. Ví dụ, các bọt nhỏ gồm có hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ có thể được tạo thành trong nước bằng cách trộn hợp chất amphiphil có thể tạo thành các

bọng nhỏ và nước trong điều kiện khuấy.

Mặc dù kích cỡ hạt của các bọng nhỏ là không bị giới hạn theo cách cụ thể, nó thường nằm trong khoảng từ 20 đến 500nm và tốt hơn là từ 50 đến 200nm.

Đối với (a) hợp chất amphiphil, chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 tốt hơn là được trộn lẫn khác với hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọng nhỏ. Bằng cách trộn lẫn chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12, độ ổn định của các bọng nhỏ đặc biệt là ở nhiệt độ cao có thể được cải thiện. Ngoài ra, khi chế phẩm có lớp kép được tạo ra, tốc độ hình thành lớp (tốc độ tách lại thành hai lớp sau khi được khuấy) có thể được gia tăng.

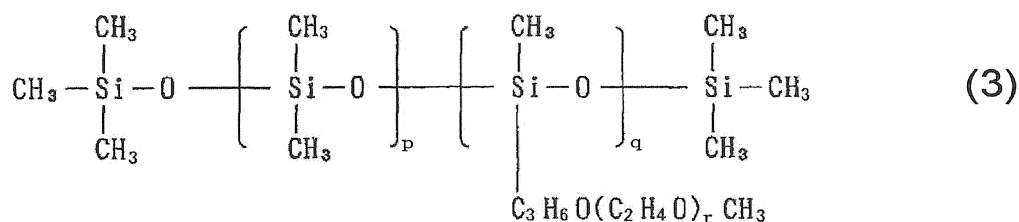
Đối với chất hoạt động bề mặt anion, polyoxyetylen alkyl (12-15) ete phosphat, axyl metyl taurat, axyl glutamat tốt hơn là được sử dụng. Trong số chúng, axyl metyl taurat tốt hơn nữa là được sử dụng.

Axyl metyl taurat có thể bao gồm, ví dụ, metyl taurat axit béo dầu cọ, metyl taurat axit béo dầu hạt cọ, metyl taurat axit béo dầu hạt cọ được hydro hoá, tallowat metyl taurat, tallowat metyl taurat được hydro hoá, caproyl metyl taurat, lauroyl metyl taurat, myristyl metyl taurat, palmitoyl metyl taurat, stearyl metyl taurat, oleoyl metyl taurat và cocoyl metyl taurat.

Chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 có thể bao gồm, ví dụ, dimethicon copolyol có HLB lớn hơn 12.

Đối với dimethicon copolyol có HLB lớn hơn 12, hợp chất được thể hiện trong công thức (3) được mô tả dưới đây tốt hơn là được sử dụng.

[hợp chất 3]



Trong công thức (3) trên đây, p, q, và r, mà thể hiện mức độ polyme hoá trung bình, là p: từ 5 đến 13, q: từ 4 đến 8 và r: từ 6 đến 13.

Khi chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 được trộn lẫn, lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 0,001% khối lượng hoặc nhiều hơn và tốt hơn nữa là bằng 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá nhỏ, độ ổn định của các bọt nhỏ có thể là kém.

Lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là bằng 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá lớn, các bọt nhỏ có thể bị hoà tan.

Ngoài ra, trong chế phẩm chứa nước theo sáng chế, các hợp chất amphiphil khác có thể được trộn lẫn ngoài hợp chất amphiphil được mô tả trên đây nằm trong khoảng mà hiệu quả của sáng chế không bị giảm.

Tuy nhiên, nếu lượng trộn lẫn của các hợp chất amphiphil khác là quá lớn, độ ổn định của các bọt nhỏ có thể bị giảm. Do đó, lượng trộn lẫn của các hợp chất amphiphil khác tốt hơn là bằng 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, so với tổng lượng của chế phẩm, và tốt hơn nữa là bằng 0,01% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và việc không trộn lẫn có thể được ưu tiên một cách đặc biệt.

Lượng trộn lẫn của hợp chất amphiphil (a) tốt hơn là bằng 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn và tốt hơn nữa là bằng 0,2% khối lượng hoặc nhiều hơn so với tổng lượng của chế phẩm.

Lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là bằng 5% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của chế phẩm.

((b) Nước)

Lượng trộn lẫn của nước tốt hơn là bằng 50% khối lượng hoặc nhiều hơn và tốt hơn nữa là bằng 70% khối lượng hoặc nhiều hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá nhỏ, các bọt nhỏ có thể không được tạo thành.

Lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 95% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là bằng 90% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá lớn, tác dụng trộn lẫn của các thành phần khác có thể không thu được.

Trong sáng chế, phần nước có thể được thay thế bằng các thành phần chứa nước. Các thành phần chứa nước là không bị giới hạn theo cách cụ thể và chúng có thể được sử dụng nằm trong khoảng mà sự hình thành các bọt nhỏ và độ ổn định của các bọt nhỏ là không bị ảnh hưởng.

Các thành phần chứa nước có thể bao gồm, ví dụ, rượu, natri clorua, polyme có thể hoà tan trong nước, chất đệm, chất kìm hãm, chất làm ổn định, chất bảo quản, chất hấp thụ tia cực tím, chất chống oxy hoá và các dược chất trong nước.

Ngoài ra, khi sự hình thành các bọt nhỏ được xét đến, tốt hơn là trộn lẫn rượu.

Rượu và các chất tương tự có thể bao gồm, ví dụ, etanol, propylen glycol, dipropylen glycol, và 1,3-butylen glycol.

Khi rượu được trộn lẫn, lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, so với tổng lượng của chế phẩm, và tốt hơn nữa là bằng 2% khối lượng hoặc nhiều hơn. Lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là bằng 25% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn của rượu nằm ngoài khoảng được mô tả trên đây, các bọt nhỏ có thể ổn định có thể không được tạo thành.

Các dược chất chứa nước có thể bao gồm, ví dụ, vitamin như inositol, pyridoxin hydroclorua, benzyl nicotinat, amit nicotinat, dl-alpha-tocopherol, magie ascorbat phosphat, 2-glucosit ascorbat, kali dl-alpha-tocopherol, 2-L-ascorbat phosphat

dieste, axit pantothenic và biotin; được chất chống viêm như allantoin và azulen; chất làm trắng da như arbutin, 4-methoxysalicylat hoặc các muối của nó và axit tranexamic hoặc dẫn xuất của nó; chất làm se như axit tannic; lysozym clorua; pyridoxin hydroclorua; và collagen do biển sinh ra.

Các thành phần nước này có thể được trộn lẫn một cách thích hợp trong nước trước khi hình thành các bong nhỏ hoặc trước khi bổ sung dầu sau khi tạo ra chế phẩm chứa nước chứa các bong nhỏ.

Hơn nữa, khi các chất chứa nước được trộn lẫn, có thể rằng các bong nhỏ được tạo thành từ việc trộn các chất chứa nước trong nước và sau đó bằng cách thay thế pha bên ngoài, cũng có thể rằng chế phẩm chứa nước chứa chế phẩm vi nang trong đó các chất trong nước chỉ có mặt trong pha bên trong.

((c) Dầu)

Đối với dầu (c), dầu mà tách biệt, khi trộn với hợp chất amphiphil (a), tốt hơn là được sử dụng. Trong sáng chế, nếu việc tách biệt thành hai lớp xảy ra, khi thành phần (a) và thành phần (c) được trộn với lượng cân bằng và sau đó cho phép để yên ở nhiệt độ trong phòng (25°C), sẽ được xác định rằng “sự tách biệt xảy ra”.

Nếu dầu mà không tách biệt khi được trộn với hợp chất amphiphil (a) được sử dụng làm dầu (c), có thể là khó khăn để thu được chế phẩm chứa nước theo sáng chế, chứa các bong nhỏ và giọt dầu.

Tổ hợp của thành phần (a) và thành phần (c) là không bị giới hạn theo cách cụ thể. Ví dụ, chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 có thể được sử dụng một cách thích hợp làm thành phần (a) và dầu hydrocacbon có thể được sử dụng một cách thích hợp làm thành phần (c). Trong trường hợp này, tốt hơn là bổ sung dầu hydrocacbon sau khi tạo ra dung dịch nước chứa các bong nhỏ của chất hoạt động bề mặt silicon.

Dầu hydrocacbon có thể bao gồm, ví dụ, dầu hydrocacbon bay hơi như isododecan, isohehexan, isooctan, isohexadecan và isoparafin nhẹ; và dầu hydrocacbon

không bay hơi như parafin lỏng và squalan.

Trong số chúng, tỷ lệ giữa lượng trộn lẫn của dầu hydrocacbon bay hơi và lượng trộn lẫn của dầu hydrocacbon không bay hơi tốt hơn là từ 10:4 đến 1:0. Nếu lượng trộn lẫn của dầu hydrocacbon không bay hơi là quá lớn, việc tách lớp nước và lớp dầu có thể là kém trong chế phẩm có lớp kép.

Khi chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 được sử dụng làm thành phần (a), tốt hơn là dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 được bao gồm, làm thành phần (c), ngoài dầu hydrocacbon. Trị số IOB của dầu có cực có thể được tính toán bằng phương pháp tính toán đã biết chung dựa vào cấu trúc của nó.

Dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 được cho vào trong màng phân tử kép của các bong nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon; do đó các bong nhỏ còn có thể được ổn định.

Dầu silicon là không bị giới hạn theo cách cụ thể sao cho nó là thành phần dầu có cấu trúc polysiloxan.

Dầu silicon có thể bao gồm, ví dụ, methyl phenyl silicon như diphenylsiloxypentaphenyltrisiloxan, trimethylpentaphenyltrisiloxan, diphenyl dimethicon, phenyl trimethicon, dimethylpolysiloxan, methyl hydro polysiloxan, octamethylcyclotetrasiloxan và decamethylcyclopentasiloxan.

Dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 có thể bao gồm ví dụ, axit isostearic, isopropyl myristat, xetyl octanoat, octyldodecyl myristat, isopropyl palmitat, butyl stearat, hexyl laurat, myristyl myristat, decyl oleat, hexyl decyl dimetyl octanoat, isononyl isononat, xetyl lactat, myristyl lactat, lanolin axetat, isocetyl stearat, isocetyl isostearat, xetyl etylhexanoat, cholesteryl 12-hydroxystearat, etylen glycol di2-etylhexanoat, este của axit béo dipentaerythritol, N-alkylglycol monoisostearat, neopentylglycol dicaprat, isostearyl malat, glyxeryl di2-heptyl undecanoat, trimethylol propan tri2-etylhexanoat, trimethylol propan triisostearat, pentaerytrityl tetra2-etylhexanoat, glyxeryl tri2-etylhexanoat (trietyl hexanoin), trimethylol propan

triisostearat, xetyl isooctanoat, xetyl 2-etylhexanoat, 2-etylhexyl palmitat, alkyl (C12-15) benzoat, xetearyl isononanoat, glyxeryl tri(caprylat/caprat), butylenglycol (dicaprylat/caprat), glyxeryl trimyrístat, glyxerit tri2-heptylundecanoat, metyl este của axit béo dầu thầu dầu, oleyl oleat, rượu xetostearylic, axetoglyxerit, 2-heptylundecyl palmitat, diisobutyl adipat, N-lauroyl-L-glutamyl-2-octyldodecyl este, di2-heptylundecyl adipat, etyl laurat, di2-etylhexyl sebacat, 2-hexyldecyl myristat, 2-hexyldecyl palmitat, 2-hexyldecyl adipat, diisopropyl sebacat, di2-etylhexyl suxinat, etyl axetat, butyl axetat, amyl axetat, trietyl xitrat, 2-etylhexyl p-methoxy xinamat, tripropylenglycol dipivalat và 2-etylhexyl 2-xyano-3,3-diphenyl acrylat.

Khi dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 được trộn lẫn lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn và 0,05% khối lượng hoặc nhiều hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá nhỏ, tác dụng trộn lẫn có thể không thu được.

Lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là bằng 0,2% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá lớn, độ ổn định của các bọt nhỏ có thể là kém.

Các thành phần dầu khác là không bị giới hạn theo cách cụ thể và có thể được sử dụng trong khoảng trong đó sự hình thành các bọt nhỏ và độ ổn định các bọt nhỏ không bị ảnh hưởng.

Lượng trộn lẫn của dầu tốt hơn là bằng 5% khối lượng hoặc nhiều hơn và tốt hơn nữa là bằng 10% khối lượng hoặc nhiều hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá nhỏ, cảm giác sử dụng như ẩm ướt có thể giảm.

Lượng trộn lẫn tốt hơn là bằng 50% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là bằng 25% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của chế phẩm. Nếu lượng trộn lẫn là quá lớn, chế phẩm có thể là dạng dầu trong trường hợp này.

Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa nước theo sáng chế bao gồm các bước: tạo ra dung dịch nước chứa các bọt nhỏ chứa thành phần (a) bằng cách trộn hợp chất amphiphil (a) và nước (b), và trộn dung dịch nước và dầu (c).

Như được mô tả trên đây, các bọt nhỏ có thể được làm ổn định trong chế phẩm chứa nước theo sáng chế bằng cách trộn lẫn hơn nữa chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12.

Khi chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 được trộn lẫn, tốt hơn là trộn lẫn nó sau khi hình thành các bọt nhỏ. Khi chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 được bổ sung vào trước khi hình thành các bọt nhỏ, dầu (c) có thể được tạo nhũ tương do chất hoạt động bề mặt hoặc tác dụng kép đối với độ ổn định của các bọt nhỏ có thể thu được.

Khi dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 được trộn lẫn trong chế phẩm chứa nước theo sáng chế, tốt hơn là được bổ sung vào và trộn trong nước trước khi hình thành các bọt nhỏ. Trong trường hợp này, tốt hơn là dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 được bổ sung vào sau khi trộn với rượu sao cho nó hoà tan một cách dễ dàng trong nước.

Theo cách này, dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 có thể được cho vào trong các bọt nhỏ (ví dụ, được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12) và có thể có mặt trong màng phân tử kép của các bọt nhỏ.

Chế phẩm chứa nước theo sáng chế cũng có thể được đề xuất như chế phẩm có lớp kép như được thể hiện trên Fig.2. Tức là, chế phẩm có lớp kép của sáng chế khác biệt ở chỗ chế phẩm có lớp kép chứa hợp chất amphiphil (a), nước (b), và dầu (c); và còn chứa lớp nước chứa thành phần (b) trong đó các bọt nhỏ được tạo thành từ thành phần (a) là có mặt và lớp dầu chứa thành phần (c).

Chế phẩm có lớp kép có lớp phía trên tạo màu và/hoặc lớp phía dưới được đề xuất theo nhiều trường hợp, bởi vì vẻ bề ngoài của nó là mới và phổ biến. Tuy nhiên, khi chế phẩm có lớp kép được áp dụng cho mỹ phẩm, hợp chất amphiphil có thể không được trộn lẫn sao cho tính tương hợp với da có thể là kém. Do đó, sẽ khó khăn để gia tăng chất lấp lại đối với mỹ phẩm lớp kép.

Tuy nhiên, hợp chất amphiphil được trộn lẫn trong chế phẩm có lớp kép của sáng chế sao cho chế phẩm có thể có tính tương hợp tốt đối với da.

Ngoài ra, lớp nước chứa các bọt nhỏ của thành phần (a) được tạo thành từ hợp chất amphiphil nhìn có màu trắng và đục do các bọt nhỏ sao cho bề ngoài của chế phẩm có lớp kép của sáng chế có thể là đặc trưng thậm chí không có sự tạo màu.

Chế phẩm có lớp kép của sáng chế có thể thu được dựa trên chế phẩm chứa nước theo sáng chế trong khoảng thời gian dài.

Để làm tăng tốc độ hình thành lớp của chế phẩm có lớp kép, tốt hơn là trộn lẫn chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 vào trong thành phần (a). Cũng tốt hơn là trộn lẫn natri clorua vào thành phần (b). Khi natri clorua được trộn lẫn, tác dụng ngăn chặn kháng lại việc tạo thành bề mặt chung có thể thu được.

Chế phẩm chứa nước và chế phẩm có lớp kép tốt hơn là được sử dụng như chế phẩm dùng ngoài da như mỹ phẩm và thuốc dùng trong y khoa. Khi được sử dụng làm chế phẩm dùng ngoài da, các thành phần thường được sử dụng đối với chế phẩm dùng ngoài da có thể được trộn lẫn nằm trong khoảng của lượng trộn lẫn trong đó sự hình thành các bọt nhỏ và độ ổn định các bọt nhỏ là không bị ảnh hưởng.

Khi được sử dụng làm mỹ phẩm, loại mỹ phẩm là không bị giới hạn theo cách cụ thể, và việc ứng dụng rộng rãi là có thể thực hiện được. Các mỹ phẩm có thể bao gồm, ví dụ, huyết tương, thuốc xức ngoài da, thuốc xức ngoài da dạng sữa (nhũ tương), kem chống nắng, kem lót, mỹ phẩm dùng cho má, dịch lỏng dùng cho tóc, thuốc xức ngoài da dùng cho cơ thể và v.v.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả hơn nữa trong các ví dụ sau đây. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn đến các ví dụ này. Trừ phi được xác định cụ thể khác, lượng trộn lẫn của mỗi thành phần sẽ được biểu diễn theo % khối lượng.

Trước khi minh họa các ví dụ, các phương pháp đối với thử nghiệm đánh giá

được sử dụng trong sáng chế sẽ được giải thích.

Đánh giá (1): tính tương hợp

Mười nhóm chuyên gia được áp dụng mẫu lên bề mặt và cảm giác khi sử dụng khi áp dụng được đánh giá.

A*: 9 nhóm hoặc nhiều hơn đã trả lời rằng tính tương hợp là tốt.

A: 7 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 9 nhóm đã trả lời rằng tính tương hợp là tốt.

B: 5 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 7 nhóm đã trả lời rằng tính tương hợp là tốt.

C: ít hơn 5 nhóm đã trả lời rằng tính tương hợp là tốt.

Đánh giá (2): ẩm ướt

Mười nhóm chuyên gia đã áp dụng mẫu lên bề mặt và cảm giác khi sử dụng ngay sau khi áp dụng được đánh giá.

A*: 9 nhóm hoặc nhiều hơn đã trả lời rằng da là ẩm ướt.

A: 7 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 9 nhóm đã trả lời rằng da là ẩm ướt.

B: 5 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 7 nhóm đã trả lời rằng da là ẩm ướt.

C: Ít hơn 5 nhóm đã trả lời rằng da là ẩm ướt.

Đánh giá (3): không có tính dính

Mười nhóm chuyên gia đã áp dụng mẫu lên bề mặt và cảm giác khi sử dụng ngay sau khi áp dụng được đánh giá.

A*: 9 nhóm hoặc nhiều hơn đã trả lời rằng da là không dính.

A: 7 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 9 nhóm đã trả lời rằng da là không dính.

B: 5 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 7 nhóm đã trả lời rằng da là không dính.

C: Ít hơn 5 nhóm đã trả lời rằng da là không dính.

Đánh giá (4): không có tính dầu

Mười nhóm chuyên gia đã áp dụng mẫu lên bề mặt và cảm giác khi sử dụng ngay sau khi áp dụng được đánh giá.

A*: 9 nhóm hoặc nhiều hơn đã trả lời rằng da là không có tính dầu.

A: 7 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 9 nhóm đã trả lời rằng da là không có tính dầu.

B: 5 nhóm hoặc nhiều hơn và ít hơn 7 nhóm đã trả lời rằng da là không có tính dầu.

C: Ít hơn 5 nhóm đã trả lời rằng da là không có tính dầu.

Đánh giá (5): vẻ bề ngoài

Vẻ bề ngoài ở nhiệt độ thông thường (25°C) được quan sát sau 24 giờ từ khi tạo ra mẫu. Khi vẻ bề ngoài là trong mờ, nó được xác định là “các bọt nhỏ” và khi vẻ bề ngoài bị vẩn đục, nó được xác định là “nhũ tương”.

Đánh giá (6): Độ ổn định của các bọt nhỏ

Thứ nhất, trị số L (trị số ban đầu) của dung dịch nước chứa các bọt nhỏ (chỉ có lớp nước) là được đo. Sau thời gian trôi qua 4 tuần, trị số L được đo một lần nữa. Độ ổn định của các bọt nhỏ được đánh giá theo sự thay đổi của trị số L.

A*: Sự thay đổi từ trị số ban đầu là nằm trong ± 5 .

A: Sự thay đổi từ trị số ban đầu là nằm trong ± 10 .

B: Sự thay đổi từ trị số ban đầu là nằm trong ± 15 .

C: Sự thay đổi từ trị số ban đầu vượt quá ± 15 .

Đánh giá (7): Đặc tính chia tách

Thời gian cần để chia tách sau khi tạo ra mẫu là được đo.

(Tiêu chuẩn đánh giá)

A*: Thời gian nằm trong khoảng 8 giờ.

A: Thời gian nằm trong khoảng 16 giờ.

B: Thời gian nằm trong khoảng 24 giờ.

C: Thời gian vượt quá 24 giờ.

Thứ nhất, các tác giả sáng chế và cộng sự tạo ra mẫu chế phẩm chứa các bọt nhỏ silicon, mà đã được biết đến từ trước (Ví dụ thử nghiệm 1-1). Bằng cách làm thay đổi loại dầu và lượng trộn lẫn trong mẫu này, các chế phẩm với chế phẩm trộn lẫn được thể hiện trong bảng 1 dưới đây được tạo ra bằng phương pháp sản xuất A được

mô tả dưới đây. Sau đó, mỗi mẫu được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá được mô tả trên đây đối với các mục đánh giá từ (1) đến (5). Kết quả được thể hiện trong bảng 1.

(Phương pháp sản xuất A)

Hợp chất amphiphil, nước, và các thành phần chứa nước được khuấy và sau đó dầu được bổ sung vào và khuấy.

[Bảng 1]

Ví dụ thử nghiệm	1-1	1-2	1-3
POE(12) dimetyl polysiloxan (*1)	0,5	0,5	0,5
Nước trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng
Etanol	2,5	2,5	2,5
Metylphenylsiloxan (*2)	0.1	14	—
Isododecan	—	—	14
Trạng thái trộn (*3)	Hòa tan	Hòa tan	Tách biệt
Đánh giá (1): tính tương hợp	A*	A	A*
Đánh giá (2): ẩm ướt	B	A*	A*
Đánh giá (3): không dính	A*	B	A*
Đánh giá (4): không có tính dầu	A*	B	A*
Đánh giá (5): vẻ bề ngoài	Các bọt nhỏ (trị số L: 93)	Nhũ tương	Các bọt nhỏ + dầu (2 pha)

(*1): SH3773M (được sản xuất bởi Dow Corning Toray Corporation (HLB=8))

(*2): KF-56 (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

(*3): Trạng thái ở nhiệt độ trong phòng (25°C) khi hợp chất amphiphil (POE(12) dimethylpolysiloxan) và dầu (metylphenylsiloxan hoặc isododecan) được trộn ở tỷ lệ

1:1.

Theo Ví dụ thử nghiệm 1-2, khi lượng dầu được trộn lẫn vào trong chế phẩm chứa các bọt nhỏ silicon thông thường được gia tăng, nhũ tương được phát hiện là gây ra bởi vì nó trở nên khó khăn rằng hợp chất amphiphil được cho vào trong các bọt nhỏ silicon.

Hơn nữa, theo Ví dụ thử nghiệm 1-3, chế phẩm ổn định được phát hiện thu được nếu isododecan mà là dầu tách biệt với hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ được sử dụng mặc dù trộn lẫn lượng lớn dầu.

Đối với kết quả của các nghiên cứu này, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng trong chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ chứa hợp chất amphiphil (a) và nước (b), dầu mà tách biệt với hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ (a) tốt hơn là được sử dụng làm dầu (c). Nếu dầu (c) này được bao gồm, giọt dầu có thể được chứa một cách ổn định trong chế phẩm chứa các bọt nhỏ.

Ví dụ, chế phẩm chứa thành phần (a) và thành phần (c) được mô tả trên đây bao gồm tổ hợp của chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 làm thành phần (a) và dầu hydrocacbon làm thành phần (c).

Chế phẩm chứa nước chứa giọt dầu và các bọt nhỏ theo sáng chế, mà khác với chế phẩm chứa các bọt nhỏ thông thường trong đó lượng lớn dầu có thể không được trộn lẫn, có thể được trộn lẫn với lượng lớn dầu sao cho cảm giác ẩm ướt khi được dùng cho da là tuyệt vời. Ngoài ra, tính tương hợp của da cũng tuyệt vời bởi vì các bọt nhỏ được chứa trong đó.

Sau khoảng thời gian dài, thậm chí nếu chế phẩm theo sáng chế tách thành hai lớp bao gồm lớp nước (chứa các bọt nhỏ) và lớp dầu, đã được rõ ràng rằng chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ và giọt dầu có thể thu được một cách dễ dàng bằng cách lắc nó.

Tiếp theo, tác giả sáng chế và các cộng sự tạo ra các chế phẩm chứa nước với chế phẩm trộn lẫn được thể hiện trong bảng 2 dưới đây, trong đó thành phần (a)

và/hoặc thành phần (b) được bổ sung vào chế phẩm chứa nước theo sáng chế (Ví dụ thử nghiệm 1-3), bằng phương pháp sản xuất A được mô tả trên đây. Sau đó, mỗi mẫu được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá được mô tả trên đây đối với các mục đánh giá (6) và (7). Kết quả được thể hiện trong bảng 2.

[Bảng 2]

Ví dụ thử nghiệm		1-3	2-1	2-2	2-3	2-4
(a)	POE(12) dimetyl polysiloxan (*1)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Dimethicon copolyol (*4)	—	—	0,05	0,05	0,05
(b)	Nước trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng
	Etanol	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
	Natri clorua	—	1	—	1	1
	Dipropylen glycol	—	—	—	—	6
(c)	Isododecan	14	14	14	14	14
Đánh giá (6): Độ ổn định của các bọt nhỏ		B	B	A*	A*	A*
Đánh giá (7): Đặc tính tách		B	A*	A	A*	A*

*4: Silwet 10-E (được sản xuất bởi Dow Corning Toray Corporation (HLB=khoảng 14))

Theo bảng 2, chế phẩm chứa nước theo sáng chế được phát hiện tách thành hai lớp khi để yên. Do đó, chế phẩm theo sáng chế có thể được tạo ra như chế phẩm có lớp kép.

Các tác giả sáng chế cũng đã phát hiện dựa vào bảng 2 rằng khi chế phẩm có lớp kép được tạo ra, tốt hơn là trộn lẫn dimethicon copolyol và/hoặc natri clorua. Ngoài ra, mẫu trong đó dimethicon copolyol mà là chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 được trộn lẫn, cũng có độ ổn định của các bọt nhỏ tuyệt vời.

Các tác giả sáng chế cũng đã phát hiện dựa vào Ví dụ thử nghiệm 2-4 rằng chế phẩm có lớp kép có cảm giác khi sử dụng tuyệt vời có thể thu được thậm chí khi nước được thay thế bằng chất tạo ẩm ướt (dipropylen glycol).

Tiếp theo, tác giả sáng chế và các cộng sự đã phát hiện ra các loại thành phần (b) và thành phần (c) và lượng trộn lẫn của chúng trong chế phẩm chứa nước theo sáng chế (chế phẩm có lớp kép). Tác giả sáng chế và các cộng sự tạo ra chế phẩm chứa nước (Ví dụ thử nghiệm từ 3-1 đến 3-4) của chế phẩm trộn lẫn được thể hiện trong bảng 3 dưới đây bằng phương pháp sản xuất B được mô tả dưới đây mà là phương pháp sản xuất đã biết chung của chế phẩm chứa các bọt nhỏ. Sau đó, mỗi mẫu được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá được mô tả trên đây đối với các mục đánh giá (2), (6) và (7). Kết quả được thể hiện trong bảng 3.

(Phương pháp sản xuất B)

Chế phẩm chứa các bọt nhỏ được tạo ra bằng cách trộn trong điều kiện khuấy, thành phần (a), thành phần (b), và dầu silicon (metylphenylpolysiloxan). Dầu hỗn hợp khác với dầu silicon được bổ sung vào chế phẩm chứa các bọt nhỏ và trộn.

[Bảng 3]

Ví dụ thử nghiệm		2-4	3-1	3-2	3-3	3-4
(a)	POE(12) dimetyl polysiloxan (*1)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Dimethicon copolyol (*4)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
(b)	Nước trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng
	Etanol	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
	Natri clorua	1	1	1	1	1
	Dipropylen glycol	6	6	6	6	6
	Glyxerin	—	—	14	14	14

(c)	Isododecan	14	14	10	10	0
	Isoparafin tổng hợp	—	—	4	0	0
	Parafin dạng lỏng	—	—	0	4	14
	Metylphenylsiloxan (*2)	—	0,1	0,1	0,1	0,1
Đánh giá (2): ẩm ướt		A*	A*	A*	A*	A*
Đánh giá (6): độ ổn định của các bọt nhỏ		A*	A*	A*	A*	A*
Đánh giá (7): đặc tính tách		A*	A*	A*	A	B

Ví dụ thử nghiệm 3-1 trong đó lượng nhỏ của methylphenylpolysiloxan được trộn lẫn như dầu tốt hơn là trong trạng thái ẩm ướt và độ ổn định của các bọt nhỏ tốt hơn so với Ví dụ thử nghiệm 2-4.

Ngoài ra, thậm chí khi một phần isododecan được thay thế bằng isoparafin tổng hợp hoặc parafin dạng lỏng, mà là dầu mà tách biệt với hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ (POE(12) dimethylpolysiloxan), chế phẩm có lớp kép có cảm giác khi sử dụng tuyệt vời được phát hiện là thu được (Ví dụ thử nghiệm 3-2 và 3-3).

Tuy nhiên, như được thể hiện trong Ví dụ thử nghiệm 3-4, nếu lượng trộn lẫn của parafin dạng lỏng được gia tăng, việc tách giữa lớp nước và lớp dầu được phát hiện trở nên kém.

Đối với kết quả của nghiên cứu này, trong chế phẩm chứa nước theo sáng chế chứa chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 làm thành phần (a) và dầu hydrocarbon làm thành phần (c), tỷ lệ giữa lượng trộn lẫn của dầu hydrocarbon bay hơi được thể hiện bởi isododecan và lượng trộn lẫn của dầu hydrocarbon không bay hơi được thể hiện bởi parafin dạng lỏng tốt hơn là từ 10 : 4 đến 1 : 0.

Tiếp theo, tác giả sáng chế và các cộng sự tạo ra chế phẩm chứa nước chứa hỗn hợp trộn lẫn được thể hiện trong bảng 4 dưới đây bằng phương pháp sản xuất B được mô tả trên đây hoặc phương pháp sản xuất C hoặc D được mô tả dưới đây. Sau

đó, mỗi mẫu được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá được mô tả trên đây đối với các mục đánh giá từ (1) đến (5). Kết quả được thể hiện trong bảng 4.

Ngoài ra, mẫu của Ví dụ thử nghiệm 4-1 (chế phẩm chứa nước theo sáng chế) và mẫu của Ví dụ thử nghiệm 4-3 (mỹ phẩm lớp kép thông thường) được lắc một cách đầy đủ, chúng được áp dụng vào tay phía bên trái và phía bên phải của đối tượng và ảnh chụp thu được lần lượt được thể hiện trên các hình vẽ Fig.3(A) và Fig.3(B).

(Phương pháp sản xuất C)

Thành phần (a), thành phần (b), và metylphenylpolysiloxan được khuấy và được trộn để tạo ra chế phẩm chứa các bọt nhỏ. Thêm isododecan vào chế phẩm và trộn. Sau đó, việc khuấy được thực hiện bằng thiết bị trộn đồng nhất cho đến khi nó trở nên đồng nhất.

(Phương pháp sản xuất D)

Bổ sung isododecan vào sau khi các thành phần (b) được khuấy và hỗn hợp được khuấy.

[Bảng 4]

Ví dụ thử nghiệm		4-1	4-2	4-3
(a)	POE(12) dimetyl polysiloxan (*1)	0,5	0,5	—
	Dimethicon copolyol (*4)	0,05	0,05	—
(b)	Nước trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng
	Natri clorua	1	1	1
	Dipropylen glycol	6	6	6
	Glyxerin	14	14	14
	1,3-butylen glycol	0,9	0,9	0,9
	Etanol	2,6	2,6	2,6
	Gôm xanthan	0,04	0,04	0,04
	Phenoxyetanol	0,5	0,5	0,5

	Natri xitrat	0,07	0,07	0,07
	Axit xitric	0,02	0,02	0,02
	Dung dịch dinatri etylendiamintetraaxetat	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp
(c)	Isododecan	14	14	14
	Metylphenylsiloxan (*2)	0,09	0,09	—
Phương pháp sản xuất		B	C	D
Đánh giá (1): tính tương hợp		A*	A	B
Đánh giá (2): hơi ẩm		A*	A*	B
Đánh giá (3): không dính		A*	B	A
Đánh giá (4): không có tính dầu		A*	B	A
Đánh giá (5): vẻ bề ngoài		Các bong nhỏ + Giọt dầu	Nhũ tương	2 pha (pha nước + pha dầu)

Theo bảng 4, nếu việc sản xuất không được thực hiện bằng phương pháp để thu được chế phẩm chứa các bong nhỏ, nhũ tương được tạo ra (Ví dụ thử nghiệm 4-2) mặc dù cùng chế phẩm và không có sự tách nào thành hai lớp được phát hiện xảy ra.

Khi hợp chất amphiphil (a) không được trộn lẫn, chế phẩm có lớp kép có thể thu được một cách dễ dàng (Ví dụ thử nghiệm 4-3).

Tuy nhiên, theo Fig.3(B), tính tương hợp với da là kém trong Ví dụ thử nghiệm 4-3. Mặc khác, như được thể hiện trên Fig.3(A), chế phẩm chứa nước theo sáng chế (Ví dụ thử nghiệm 4-1) được phát hiện là có tính tương hợp với da tốt.

Bảng 4, chế phẩm chứa nước theo sáng chế được phát hiện là có cảm giác khi sử dụng tuyệt vời so với nhũ tương thông thường và chế phẩm có lớp kép.

Tiếp theo, tác giả sáng chế và các cộng sự đã phát hiện ra lượng trộn lẫn của dầu. Tác giả sáng chế và các cộng sự tạo ra các chế phẩm chứa chế phẩm trộn lẫn được thể hiện trong bảng 5 dưới đây, trong đó lượng trộn lẫn của dầu được thay đổi, bằng

phương pháp sản xuất B được mô tả trên đây. Sau đó, mỗi mẫu được đánh giá bằng các phương pháp đánh giá được mô tả trên đây đối với các mục đánh giá từ (1) đến (4). Kết quả được thể hiện trong bảng 5.

[Bảng 5]

Ví dụ thử nghiệm		5-1	5-2	5-3	5-4	5-5	5-6
(a)	POE(12) dimetyl polysiloxan (*1)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Dimethicon copolyol (*4)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
(b)	Nước trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng
	Etanol	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
	Natri clorua	1	1	1	1	1	1
	Dipropylen glycol	6	6	6	6	6	6
	Glyxerin	14	14	14	14	14	14
(c)	Isododecan	0,04	0,4	2	4	8	22
	Isoparafin tổng hợp	0,05	0,5	2,5	5	10	27
	Parafin dạng lỏng	0,01	0,1	0,5	1	2	3
	Metylphenylsiloxan (*2)	0,001	0,01	0,05	0,1	0,2	0,5
Đánh giá (1): tính tương hợp		A*	A*	A*	A*	A*	A*
Đánh giá (2): ẩm ướt		B	B	A	A*	A*	A*
Đánh giá (3): không dính		A*	A*	A*	A*	A	B
Đánh giá (4): không có tính dầu		A*	A*	A*	A*	A*	B

Theo bảng 5, khi lượng trộn lẫn của dầu (c) trong chế phẩm chứa nước là quá nhỏ, sẽ khó cảm nhận được sự ẩm ướt. Khi lượng trộn lẫn của dầu (c) trong chế phẩm chứa nước là quá lớn, tính dầu được cảm nhận được một cách dễ dàng.

Do đó, trong chế phẩm chứa nước theo sáng chế, lượng trộn lẫn của dầu (c) tốt hơn là từ 5 đến 50% khối lượng.

Sau đây, các ví dụ điều chế của chế phẩm chứa nước và chế phẩm có lớp kép của sáng chế sẽ được liệt kê. Sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ điều chế 1: Huyết thanh/huyết thanh lớp kép

(Nếu được lắc khi sử dụng, nó trở lại thành huyết tương. Huyết tương lớp kép thu được trong 8 giờ sau khi lắc.)

POE (12) dimethylpolysiloxan	0,6
Dimethicon copolyol	0,04
Nước	cân bằng
Glyxerin	14
Etanol	2,5
Dipropylen glycol	6
1,3-butylen glycol	1
Natri clorua	0,8
Phenoxyetanol	0,5
Natri xitrat	0,07
Axit xitric	0,02
Natri pyrosulfat	0,01
Dinatri edetat dihydrat	0,01
Isoparafin tổng hợp	7
Isododecan	6
Parafin dạng lỏng	1
Metyl phenyl polysiloxan	0,08
Hương thơm	lượng thích hợp

Ví dụ điều chế 2: Huyết tương/huyết tương lớp kép

Nước	cân bằng
Etanol	8,0
Glyxerin	0,8
PEG/PPG-17/4 dimetylete	4,0

Dầu thầu dầu được hydro hoá PEG-10	2,0
Phenoxyetanol	0,4
Dinatri edetat dihydrat	0,04
Xylitol	2,5
Gôm xanthan	0,12
Decametyltetrasiloxan	20,0

Mô tả các số tham khảo

1: (a) Hợp chất amphiphil

2: (b) Nước

3: (c) Dầu

Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm chứa nước chứa các bọt nhỏ và giọt dầu. Chế phẩm chứa nước theo sáng chế có tính tương hợp tốt khi được dùng cho da.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chứa nước chứa:

- (a) thành phần amphiphil chứa hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ,
- (b) thành phần nước chứa một hoặc nhiều rượu và nước, và
- (c) thành phần dầu, chứa dầu hydrocacbon tách biệt với thành phần nước khi được trộn với hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b),

trong đó:

hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ đã nêu chứa chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12, và

thành phần (b) còn chứa các bọt nhỏ được tạo thành từ thành phần (a) và giọt dầu chứa thành phần (c), và

trong đó chế phẩm chứa nước này thu được từ quy trình bao gồm các bước điều chế hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b), và sau đó kết hợp hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b) này với dầu hydrocacbon.

2. Chế phẩm chứa nước theo điểm 1, trong đó thành phần amphiphil còn chứa hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ được chọn từ nhóm bao gồm este của axit béo và đường, dẫn xuất dầu thầu dầu được hydro hoá polyoxyetylen, muối kim loại của axyl-amino axit và phospholipit.

3. Chế phẩm chứa nước theo điểm 1, trong đó thành phần (a) còn chứa chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12.

4. Chế phẩm chứa nước theo điểm 3, trong đó thành phần (b) còn chứa:

các bọt nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12; và

giọt dầu chứa dầu hydrocacbon;

trong đó chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12 dính bám vào bề mặt của các bọt nhỏ này.

5. Chế phẩm chứa nước theo điểm 1, trong đó thành phần (c) còn chứa dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8, và trong đó chế phẩm chứa nước này thu được từ quy trình bao gồm bước điều chế hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b) và dầu silicon và/hoặc dầu có cực, và sau đó kết hợp hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b) và dầu silicon và/hoặc dầu có cực này với dầu hydrocacbon.

6. Chế phẩm chứa nước theo điểm 5, trong đó thành phần (b) còn chứa:

các giọt dầu bao gồm các bọt nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 và dầu hydrocacbon; và

màng phân tử kép của các bọt nhỏ này bao gồm dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8.

7. Chế phẩm chứa nước theo điểm 1, trong đó rượu đã nêu được chọn từ nhóm bao gồm etanol, propylen glycol, dipropylen glycol và 1,3-butylen glycol.

8. Phương pháp sản xuất chế phẩm chứa nước, bao gồm:

bước trộn chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12 (a) và thành phần nước chứa một hoặc nhiều rượu và nước (b),

bước điều chế dung dịch nước chứa các bọt nhỏ chứa thành phần (a), và

bước trộn dung dịch nước đã nêu và một lượng dầu hydrocacbon (c) tạo ra chế phẩm chứa từ 5% đến 50% khối lượng dầu hydrocacbon, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm.

9. Phương pháp sản xuất theo điểm 8, còn bao gồm bước bổ sung dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB bằng từ 0,05 đến 0,8 sau khi trộn thành phần (a) và thành phần (b).

10. Chế phẩm có lớp kép, chứa:

(a) thành phần amphiphil chứa hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ,

(b) thành phần nước chứa một hoặc nhiều rượu và nước, và

(c) 5% đến 50% khối lượng lớp dầu, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm, chứa dầu hydrocacbon tách biệt với thành phần nước khi được trộn với hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b),

trong đó:

hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ chứa chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12, và

lớp nước (b) chứa các bọt nhỏ được tạo thành từ thành phần (a), và

trong đó chế phẩm có lớp kép này thu được bằng quy trình bao gồm các bước điều chế hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b), và sau đó kết hợp hỗn hợp gồm thành phần (a) và thành phần (b) với dầu hydrocacbon.

11. Chế phẩm có lớp kép theo điểm 10, trong đó thành phần amphiphil đã nêu còn chứa hợp chất amphiphil có thể tạo thành các bọt nhỏ được chọn từ nhóm bao gồm este của axit béo và đường, dẫn xuất dầu thầu dầu được hydro hoá polyoxyetylen, muối kim loại của axyl-amino axit và phospholipit, và chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12.

12. Chế phẩm có lớp kép theo điểm 10, trong đó thành phần (a) còn chứa chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB lớn hơn 12.

13. Chế phẩm có lớp kép theo điểm 12, trong đó chế phẩm có lớp kép này còn chứa:

lớp nước chứa các bọt nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12, và

lớp dầu chứa dầu hydrocacbon,

trong đó chất hoạt động bề mặt anion và/hoặc chất hoạt động bề mặt silicon có HLB

lớn hơn 12 dính bám vào bề mặt của các bọt nhỏ này.

14. Chế phẩm có lớp kép theo điểm 10, trong đó thành phần (c) còn chứa dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8.

15. Chế phẩm có lớp kép theo điểm 14, trong đó chế phẩm có lớp kép này chứa:

lớp nước chứa các bọt nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon có HLB nằm trong khoảng từ 4 đến 12, và

lớp dầu chứa dầu hydrocacbon,

trong đó lớp kép màng chứa các bọt nhỏ được tạo thành từ chất hoạt động bề mặt silicon bao gồm dầu silicon và/hoặc dầu có cực có IOB nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,8 bên trong lớp kép này.

16. Chế phẩm có lớp kép theo điểm 10, trong đó thành phần (c) còn chứa natri clorua.

17. Chế phẩm có lớp kép theo điểm 10, trong đó rượu đã nêu được chọn từ nhóm bao gồm etanol, propylen glycol, dipropylen glycol và 1,3-butylen glycol.

Fig.1

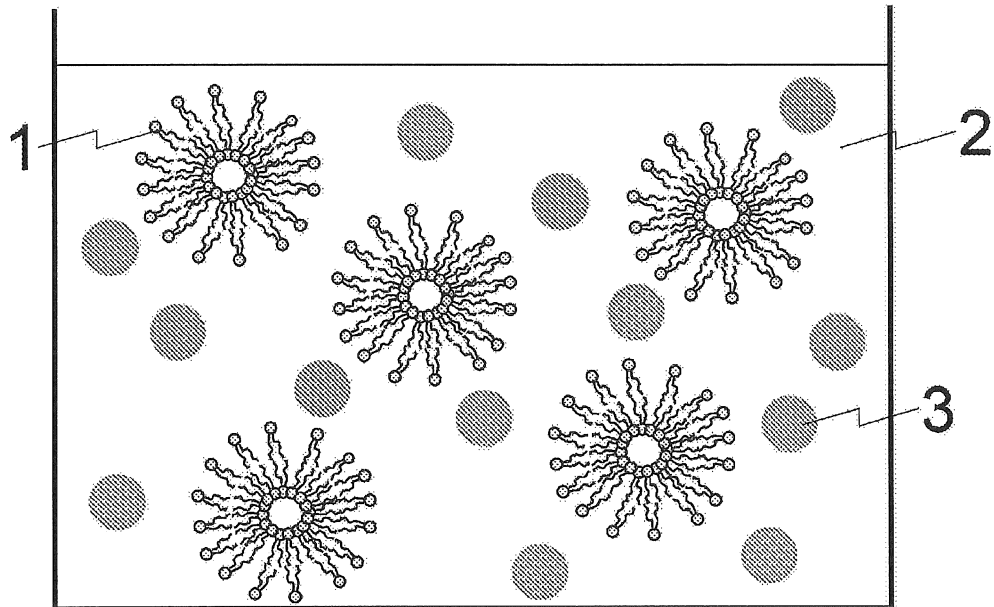


Fig.2

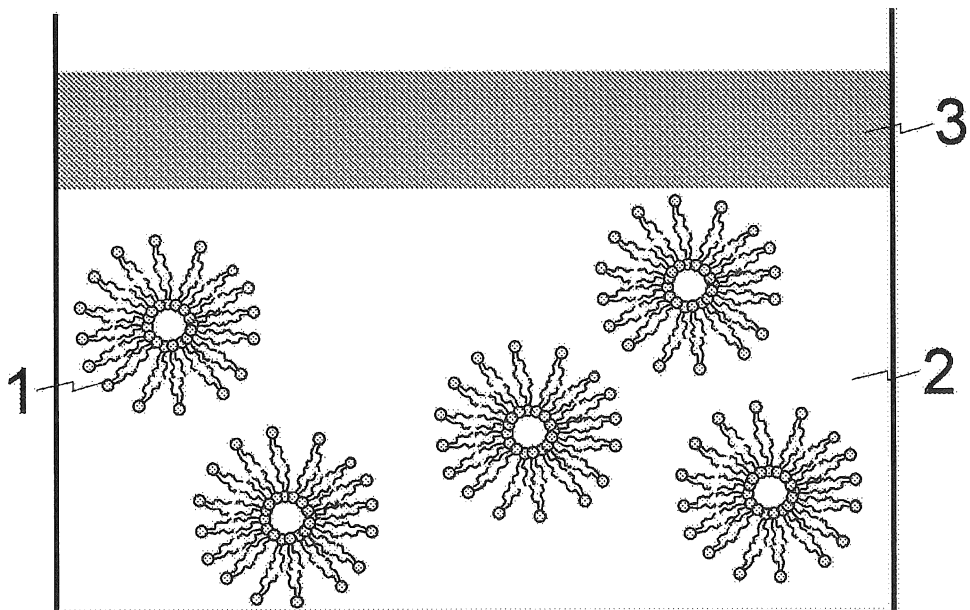


Fig.3

