(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)** (11) **1-0023036**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(51)[7] **A61K 8/39**, 8/06, 8/19, A61Q 17/04 (13) **B**

(21) 1-2015-01680 (22) 07.11.2013
(86) PCT/JP2013/080066 07.11.2013 (87) WO2014/077174 22.05.2014
(30) 2012-250130 14.11.2012 JP
(45) 25.02.2020 383 (43) 25.09.2015 330
(73) KAO CORPORATION (JP)
14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8210, Japan
(72) MURATA, Takeshi (JP), YAMADA, Kenichi (JP)
(74) Công ty Cổ phần Hỗ trợ phát triển công nghệ Detech (DETECH)

(54) CHẾ PHẨM NHŨ TƯƠNG DẦU TRONG NƯỚC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhũ tương dầu trong nước có tính ổn định tốt khi trộn với bột oxit kim loại và có độ phủ đều, thấm tốt vào da, lan tỏa và lưu lại một cách thích hợp, hầu như không có cảm giác dính và nhớt, có tính khả dụng tốt và tính ổn định tốt theo thời gian, và có tác dụng dưỡng ẩm cao. Cụ thể, sáng chế đề cập đến chế phẩm nhũ tương dầu trong nước chứa các thành phần (A) đến (C) sau đây: (A) polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete có nhóm alkyl hoặc alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và có số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn, (B) dầu lỏng, và (C) bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước. Ngoài ra, 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 nhũ tương dầu trong nước ổn định chứa chất tán xạ tia cực tím.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Sự quan trọng của mỹ phẩm chống nắng được xác định trong đời sống hằng ngày đã được chỉ ra trong những năm gần đây. Do đó, mỹ phẩm chống nắng dạng nhũ hóa dầu trong nước thường cho cảm giác tươi mát khi sử dụng và thích hợp để sử dụng liên tục đã được phát triển như mỹ phẩm có tác dụng bảo vệ chống lại tia cực tím.

Để tăng cường khả năng bảo vệ chống tia cực tím, chất hấp thụ tia cực tím và bột oxit kim loại như kẽm oxit hoặc bột titan dioxit được sử dụng trong các mỹ phẩm nhũ tương dầu trong nước. Cụ thể, bột oxit kim loại được chứa với một lượng lớn không chỉ gây ra dạng kết tập bột, dạng kết tủa, và các dạng tương tự, theo thời gian mà còn là nguyên nhân của việc làm giảm tính ổn định theo thời gian do tính nhớt giảm, sự tách nhũ hóa, sự lắng đọng v.v.

Để giải quyết các vấn đề này, mỹ phẩm nhũ tương dầu trong nước đã được đề xuất mà có tính phân tán bột thuận lợi và tính ổn định theo thời gian và cho cảm giác tốt khi sử dụng bằng cách sử dụng copolyme của acryloyldimetyl taurat và hydroxyetyl acrylat và bột của titan dioxit hoặc các bột tương tự (tham khảo tài liệu sáng chế 1). Ngoài ra, mỹ phẩm nhũ tương dầu trong nước đã được

đề xuất mà có tính ổn định thuận lợi theo thời gian và cho cảm giác tốt khi sử dụng, độ trong suốt, và tính chống nước bằng cách sử dụng kẽm oxit, copolyme liên kết ngang của acrylamit và axit 2-acrylamit-2-metylpropansulfonic và/hoặc axit acrylic-natri acryloyldimetyl taurat copolyme, chất hoạt động bề mặt có HLB bằng 10 hoặc cao hơn, dầu silicon, và nước (tham khảo tài liệu sáng chế 2).

Danh sách trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-2006-8796

Tài liệu sáng chế 2: JP-A-2005-272389

Tài liệu sáng chế 3: WO 2011/136121

Tài liệu sáng chế 4: WO 2011/155404

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhũ tương dầu trong nước chứa các thành phần (A) đến (C) sau đây:

(A) polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete có nhóm alkyl hoặc alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và có số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn,

(B) dầu mà ở dạng lỏng ở 25°C, và

(C) bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước.

Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế được dùng làm chế phẩm chống nắng để dùng ngoài da. Ngoài ra, sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm nhũ tương dầu trong nước.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là hình chiếu kính hiển vi điện tử của cấu trúc xuất hiện trên bề mặt hạt nhũ hóa (bề mặt pha dầu) của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước của ví dụ 1.

Hình 2 là hình chiếu kính hiển vi của các hạt nhũ hóa của ví dụ 1.

Hình 3 là hình chiếu kính hiển vi của các hạt nhũ hóa của ví dụ so sánh 1.

Hình 4 là hình chiếu kính hiển vi của các hạt nhũ hóa của ví dụ so sánh 2.

Hình 5 là hình chiếu kính hiển vi của các hạt nhũ hóa của ví dụ so sánh 3.

Hình 6 là hình chiếu kính hiển vi của các hạt nhũ hóa của ví dụ so sánh 4.

Mô tả chi tiết sáng chế

Mỹ phẩm nhũ tương dầu trong nước được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 có tính phân tán bột kém trừ khi bột này được sử dụng kết hợp với silicon acrylic làm chất phân tán trong mỹ phẩm nhũ tương dầu trong nước. Hơn nữa là, silicon acrylic gây ra cảm giác căng da, dẫn đến cảm giác sử dụng kém. Ngoài ra, mỹ phẩm nhũ tương dầu trong nước được mô tả trong tài liệu sáng chế 2 kém lan tỏa và lưu lại trong suốt quá trình sử dụng và do đó không thỏa mãn về mặt tiện lợi.

Do đó, sáng chế đề xuất chế phẩm nhũ tương dầu trong nước có tính ổn định tốt khi chứa bột oxit kim loại và có khả năng sử dụng đồng nhất, thích hợp cho da, lan tỏa và lưu lại tốt, sử dụng thuận lợi, làm giảm cảm giác dính và rít, cho tính ổn định tốt theo thời gian, và có tác dụng dưỡng ẩm cao.

Các nhà sáng chế đã tìm ra rằng sự bay hơi nước đáng kể ức chế tác dụng thu được do sử dụng polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete có nhóm alkyl hoặc

alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và có số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn (sau đây, ete này được gọi là polyoxyetylen alkyl ete (A)) đối với chế phẩm chứa nước kết hợp với polyme tan trong nước (tài liệu sáng chế 3). Khi polyoxyetylen alkyl ete (A) được trộn vào pha dầu chứa dầu phân cực, sự bay hơi nước ức chế tác dụng bị giảm đánh kể (tài liệu sáng chế 4). Do đó, các nhà sáng chế thực hiện thử nghiệm chi tiết về cách phản ứng của polyoxyetylen alkyl ete (A) trong pha dầu và do đó, tìm thấy rằng polyoxyetylen alkyl ete (A) có mặt trên bề mặt giữa pha nước và pha dầu để hình thành cấu trúc. Ngoài ra, một vấn đề của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước chứa bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước là bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước trong pha dầu có xu hướng không đồng nhất do kích thước hạt nhũ hóa lớn của nó và do đó, khó có khả năng duy trì tính ổn định theo thời gian. Các nhà sáng chế đã tìm ra rằng chế phẩm nhũ tương dầu trong nước chứa các hạt nhũ hóa được chuyển hóa thành các hạt mịn, cho thấy sự kết tập và kết tủa giảm, có tính ổn định tăng cường đáng kể, còn có khả năng sử dụng được đồng nhất tốt, thích hợp cho da, lan tỏa và lưu lại tốt, làm giảm cảm giác dính và rít, và tác dụng dưỡng ẩm tốt sau khi sử dụng thu được bằng cách cho pha dầu chứa polyoxyetylen alkyl ete (A). Trên cơ sở các phát hiện này, sáng chế được hoàn thành.

Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế chứa các hạt nhũ hóa mịn và đồng đều, tính ổn định tốt theo thời gian và có khả năng sử dụng đồng đều, thích hợp cho da, lan tỏa và lưu lại thuận lợi, làm giảm cảm giác dính và rít, và tác dụng dưỡng ẩm tốt (tác dụng dưỡng ẩm do sự ức chế bay hơi nước từ da).

Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế có thể tốt hơn là được sử dụng để ngăn ngừa sự sạm nắng.

Sau đây, chế phẩm theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế (Ví dụ 1) được quan sát bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử truyền qua dưới các điều kiện được đưa ra dưới đây. Theo kết quả, cấu trúc lớp như trong hình 1 được xác nhận trên bề mặt của các hạt nhũ hóa (bề mặt pha dầu) có đường kính khoảng 5 μm. Do đó, cấu trúc theo sáng chế là cấu trúc lớp như vậy xuất hiện cục bộ trên bề mặt pha dầu. Ngoài ra, cấu trúc lớp này được tìm thấy bằng phương pháp phân tích X-quang là túi đa lớp mỏng được tạo bởi polyoxyetylen alkyl ete (A).

Các điều kiện đo

Thiết bị: kính hiển vi điện tử truyền qua (mẫu JEM-1011 được sản xuất bởi JEOL Ltd.)

Điều kiện: điện áp gia tốc là 100 kV

Phương pháp chuẩn bị mẫu: kỹ thuật sao gãy đông lạnh

Thiết bị chuẩn bị mẫu: kiểu JFD-9010 được sản xuất bởi JEOL Ltd.

Polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete (A) được sử dụng theo sáng chế có nhóm alkyl hoặc alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn.

Nhóm alkyl hoặc alkenyl trong polyoxyetylen alkyl ete (A) có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh và không bị giới hạn bởi cấu trúc của nó. Nhóm alkyl hoặc alkenyl tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng. Số nguyên tử cacbon của nhóm alkyl hoặc alkenyl là 20

hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn, tốt hơn là 21 hoặc nhiều hơn và 23 hoặc ít hơn. Nhóm behenyl có 22 nguyên tử cacbon còn được ưu tiên hơn. Khi nguyên tử cacbon của nhóm alkyl hoặc alkenyl là nhỏ hơn 20, polyoxyetylen alkyl ete (A) thu được không có mặt trên bề mặt pha dầu để hình thành cấu trúc. Số nguyên tử cacbon của nhóm alkyl hoặc alkenyl vượt quá 24 không được ưu tiên cho chế phẩm vì polyoxyetylen alkyl ete (A) thu được rất khó hòa tan trong pha dầu.

Số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung trong polyoxyetylen alkyl ete (A) nằm trong khoảng từ 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn, tốt hơn là 1,5 hoặc nhiều hơn và 3 hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 1,5 hoặc nhiều hơn và 2,5 hoặc ít hơn. Số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là nhỏ hơn 1,5 không được ưu tiên vì polyoxyetylen alkyl ete (A) thu được kết tinh cao và do đó, khó hòa tan trong pha dầu. Ngoài ra, khi số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung vượt quá 4, polyoxyetylen alkyl ete (A) thu được ít có khả năng hình thành cấu trúc trên bề mặt pha dầu. Polyoxyetylen alkyl ete (A) thông thường sẵn có là hỗn hợp có sự phân bố rộng rãi tập trung vào mức độ polyme hóa mong muốn như đối với số mol của etylen oxit được bổ sung. Theo sáng chế, điều quan trọng là số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung nằm trong khoảng được đề cập ở trên.

Các ví dụ của polyoxyetylen alkyl ete (A) theo sáng chế bao gồm polyoxyetylen (2) arachyl ete, polyoxyetylen (3) arachyl ete, polyoxyetylen (4) arachyl ete, polyoxyetylen (2) behenyl ete, polyoxyetylen (3) behenyl ete, polyoxyetylen (4) behenyl ete, polyoxyetylen (2) carnaubyl ete, polyoxyetylen (3) carnaubyl ete, và polyoxyetylen (4) carnaubyl ete và tốt hơn là bao gồm

polyoxyetylen (2) behenyl ete, polyoxyetylen (3) behenyl ete, và polyoxyetylen (4) behenyl ete. Polyoxyetylen alkyl ete (A) theo sáng chế có thể được sử dụng kết hợp với polyoxyetylen alkyl ete khác so với các ví dụ được đề cập trên đây miễn là số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung trong polyoxyetylen alkyl ete (A) được sử dụng nằm trong khoảng theo sáng chế.

Lượng của polyoxyetylen alkyl ete (A) trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,05% khối lượng hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 15% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 5% khối lượng hoặc ít hơn. Khoảng cụ thể tốt hơn là từ 0,01 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 10% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 5% khối lượng. Khoảng này được ưu tiên vì polyoxyetylen alkyl ete (A) thu được có xu hướng tạo cấu trúc trên bề mặt pha dầu và có thể dễ dàng được chứa trong pha dầu.

Dầu (B) là ở dạng lỏng ở 25°C được sử dụng theo sáng chế là dầu trong trạng thái có độ chảy ở 1 atm ở 25°C và bao gồm dầu ở dạng bột nhão. Dầu này bao gồm chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng và dầu để dùng trong chế phẩm mỹ phẩm thông thường (dầu dùng cho mỹ phẩm). Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế tốt hơn là chứa chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng để tăng cường hiệu quả bảo vệ chống tia cực tím.

Các ví dụ của chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng bao gồm 2-etylhexyl p-metoxyxinamat, 2-etoxyetyl p-metoxyxinamat, các hỗn hợp este của axit isopropyl p-metoxyxinamat-diisopropyl xinamic, metyl bis(trimetylsiloxy) silylisopentyl trimetoxyxinamat, amyl p-dimetylaminobenzoat, 2-etylhexyl p-

dimetylaminobenzoat, etylen glycol salixylat, 2-etylhexyl salixylat, benzyl salixylat, homomenthyl salixylat, octocrylen, và dimethicodietyl benzalmalonat.

Trong số chúng, 2-etylhexyl p-metoxyxinamat, 2-etylhexyl salixylat, homomenthyl salixylat, octocrylen, hoặc dimethicodietyl benzalmalonat được ưu tiên. Xét về việc có thể cải thiện trạng thái nhũ hóa và tính ổn định theo thời gian, chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng tốt hơn nữa là 2-etylhexyl p-metoxyxinamat, octocrylen, hoặc dimethicodietyl benzalmalonat, còn tốt hơn nữa là 2-etylhexyl p-metoxyxinamat.

Dầu dùng cho mỹ phẩm khác với chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ được chứa trong dầu lỏng là không có giới hạn cụ thể miễn là dầu dùng cho mỹ phẩm là dạng lỏng ở 1 atm ở 25°C. Các ví dụ cụ thể của nó có thể bao gồm: các dầu hydrocarbon như α-olefin oligome, isoparafin lỏng, parafin lỏng, isohexadecan, polyisobuten hydro hóa, và squalan; các triglyxerit như glyxeryl trioctanoat, dầu cây bơ, dầu ô-liu, dầu cây vừng, dầu cám gạo, dầu cây rum, dầu đậu nành, dầu ngô, dầu cải dầu, dầu thầu dầu, dầu hạt bông, và dầu chồn; các axit béo như axit oleic và axit isostearic; các dầu este như isopropyl myristat, butyl myristat, isopropyl palmitat, etyl oleat, etyl linoleat, isopropyl linoleat, xetyl caprylat, hexyl laurat, dexyl myristat, dexyl oleat, oleyl oleat, isostearyl laurat, isotridexyl myristat, isoxetyl myristat, isostearyl myristat, octyldodexyl myristat, octyl palmitat, isoxetyl palmitat, isostearyl palmitat, propylen glycol dioleat, isodexyl oleat, isopropyl isostearat, xetyl 2-etylhexanoat, stearyl 2-etylhexanoat, propylen glycol dicaprat, propylen glycol dioleat, glyxeryl tri-2-etylhexanoat, glyxeryl tri(caprylat-caprat), isononyl isononanoat, diisopropyl sebacat, và propylen glycol isostearat; các rượu cao mạch thẳng hoặc mạch nhánh như 2-

octyldodecanol, rượu isostearyl, và rượu oleyl; và các dầu silicon như dimetylpolysiloxan, decametyltetrasiloxan, dodecametylpentasiloxan, và metylphenylpolysiloxan.

Trong số chúng, octyldodexyl myristat, isoxetyl myristat, xetyl 2-etylhexanoat, glyxeryl tri-2-etylhexanoat, glyxeryl tri(caprylat-caprat), isononyl isononanoat, diisopropyl sebacat, propylen glycol isostearat, isohexadecan, squalan, polyisobuten hydro hóa, hoặc dimetylpolysiloxan được ưu tiên. Từ quan điểm có thể cải thiện cảm giác rít do thành phần (C), dầu dùng cho mỹ phẩm tốt hơn nữa là diisopropyl sebacat, octyldodexyl myristat, hoặc dimetylpolysiloxan, còn tốt hơn nữa là dimetylpolysiloxan.

Lượng của thành phần (B) trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế so với tổng lượng của chế phẩm mỹ phẩm tốt hơn là 0,5% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 30% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 25% khối lượng hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc ít hơn, vì cảm giác dính và rít có thể được giảm và tác dụng bảo vệ chống tia cực tím có thể được duy trì. Cụ thể, lượng tốt hơn là từ 0,5 đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 1 đến 25% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 3 đến 20% khối lượng. Ngoài ra, tỷ lệ khối lượng của chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng trong dầu lỏng tốt hơn là 0,5 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,6 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,7 hoặc nhiều hơn, để làm giảm lượng dầu lỏng trong khi tăng cường hiệu quả bảo vệ chống tia cực tím.

Tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), tốt hơn là 0,02 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,03 hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 1 hoặc

ít hơn, tốt hơn nữa là 0,5 hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 0,2 hoặc ít hơn, đối với cảm giác dính và rít và tính ổn định theo thời gian. Khoảng cụ thể của A/B tốt hơn là từ 0,02 đến 1, tốt hơn nữa là từ 0,03 đến 0,5, còn tốt hơn nữa là từ 0,03 đến 0,2.

Bột oxit kim loại để dùng trong bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước (C) được sử dụng theo sáng chế là không có giới hạn cụ thể miễn là bột oxit kim loại có thể được sử dụng trong lĩnh vực thuốc, mỹ phẩm, và thức ăn. Về mặt dễ dàng sẵn có trên thị trường, các ví dụ ưu tiên của nó có thể bao gồm ít nhất một trong các chất được chọn từ nhóm bao gồm kẽm oxit, titan dioxit, xeri oxit, oxit sắt, và oxit crôm. Đối với việc bảo vệ sự sạm nắng, một hoặc hai hoặc nhiều bột oxit kim loại được chọn từ nhóm bao gồm kẽm oxit, titan dioxit, và xeri oxit có tác dụng phân tán tia cực tím cao tốt hơn là được sử dụng. Ngoài ra, các bột oxit kim loại này có thể chứa hóa trị +2- hoặc nguyên tố vi lượng cao hơn, và các kim loại như sắt, zirconi, canxi, mangan, magie, và ytri có thể được chứa trong bột oxit kim loại hạt mịn riêng rẽ hoặc kết hợp một cách thích hợp của hai hoặc nhiều kim loại.

Ví dụ, FINEX-25, FINEX-50, và FINEX-75 (tất cả được sản xuất bởi Sakai Chemical Industry Co., Ltd.), dòng MZ500 và dòng MZ700 (tất cả được sản xuất bởi Tayca Corp.), và ZnO-350 (được sản xuất bởi Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd.) sẵn có trên thị trường như bột kẽm oxit hạt mịn. Ví dụ, dòng TTO-55 và dòng TTO-51 (tất cả được sản xuất bởi Ishihara Sangyo Kaisha, Ltd.), và dòng JR và dòng JA (được sản xuất bởi Tayca Corp.) sẵn có trên thị trường như bột titan dioxit hạt mịn. Ngoài ra, xeri có độ tinh khiết cao được bán bởi Nikki Corp. hoặc AGC Seimi Chemical Co., Ltd. bao gồm như bột xeri oxit

hạt mịn. Trong số chúng, bột kẽm oxit hạt mịn hoặc bột titan dioxit hạt mịn tốt hơn là được sử dụng.

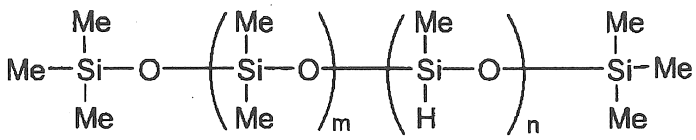
Kích thước hạt trung bình của bột oxit kim loại hạt mịn được sử dụng theo sáng chế tốt hơn là 0,01 μm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,012 μm hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,015 μm hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 1 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 0,8 μm hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 0,5 μm hoặc nhỏ hơn. Kích thước hạt trung bình cụ thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1 μm, tốt hơn nữa là từ 0,012 đến 0,8 μm, còn tốt hơn nữa là từ 0,015 đến 0,5 μm. Kích thước hạt trung bình trong khoảng được ưu tiên vì bột thu được có thể tránh bị kết tập, ổn định, và đảm bảo tính trong suốt của chế phẩm. Theo sáng chế, kích thước hạt trung bình được xác định bởi phương pháp phân tán/nhiễu xạ laze.

Các ví dụ hình dạng của bột oxit kim loại hạt mịn được sử dụng theo sáng chế bao gồm hình cầu, hình gậy, hình con suốt, hình kim, và vô định hình. Bất kỳ hình dạng bột nào có thể được sử dụng miễn là kích thước hạt trung bình của nó nằm trong khoảng đã được đề cập ở trên.

Bước xử lý kỵ nước của bột oxit kim loại hạt mịn là không có giới hạn cụ thể và có thể được thực hiện trước bằng các cách xử lý bề mặt khác nhau, ví dụ, xử lý hợp chất flo, xử lý silicon, xử lý nhựa silicon, xử lý huyền phù, xử lý chất kết nối silan, xử lý chất kết nối titan, xử lý dầu, xử lý lysin N-axylat hóa, xử lý axit polyacrylic, xử lý xà phòng kim loại, xử lý axit amin, xử lý hợp chất vô cơ, xử lý plasma, xử lý hóa cơ học, và xử lý bề mặt với hợp chất silan hoặc hợp chất silazan.

Các ví dụ ưu tiên của nó bao gồm cách xử lý bề mặt bằng silicon hoặc nhựa silicon, xử lý bằng metyl hydro polysiloxan hoặc metyl hydro polysiloxan-

dimetylpolysiloxan copolyme có công thức (1) được đưa ra dưới đây như chất xử lý bề mặt, và xử lý bằng hợp chất silan hoặc hợp chất silazan như chất xử lý bề mặt. Cách xử lý bề mặt bằng silicon hoặc nhựa silicon hoặc cách xử lý bề mặt bằng metyl hydro polysiloxan được ưu tiên hơn.



(1)

trong đó mỗi m và n là số nguyên, và $1 \leq m+n \leq 60$.

Các ví dụ của cách lý bề mặt bằng silicon hoặc nhựa silicon bao gồm phương pháp như được mô tả trong JP-B-3187440 mà có liên quan đến việc phủ oxit kim loại như bột kẽm oxit với ít nhất một hợp chất silicon (ngoại trừ hợp chất silan) được chọn từ nhóm bao gồm các organopolysiloxan và các nhựa silicon trong pha không phải là khí, sau đó bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ từ 600 đến 950°C trong không khí chứa oxy để phủ bề mặt oxit kim loại với oxit silicon.

Hợp chất silan hoặc hợp chất silazan tốt hơn là hợp chất silan hoặc hợp chất silazan có nhóm alkyl hoặc floalkyl có 1 đến 20 nguyên tử cacbon và có khả năng phản ứng với oxit vô cơ, và là hợp chất silan cụ thể có công thức chung (2) được đưa ra dưới đây hoặc hợp chất silazan có công thức chung (3) được đưa ra dưới đây. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp.

$RR^1_nSiX_{3-n}$ (2)

trong đó n là số nguyên bằng 0 hoặc 1; R là nhóm alkyl hoặc floalkyl có 1 đến 20 nguyên tử cacbon (có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh); R^1 là nhóm alkyl có 1 đến 6 nguyên tử carbon; và X là nguyên tử halogen hoặc nhóm alkoxy.

$R^2R^3R^4SiNHSiR^5R^6R^7$ (3)

trong đó R^2 đến R^7, là khác nhau hoặc giống nhau, là nhóm alkyl hoặc floalkyl có 1 đến 20 nguyên tử cacbon (có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh).

Các ví dụ cụ thể của hợp chất silan bao gồm hexyltrimetoxysilan, octyltrimetoxysilan, dexyltrimetoxysilan, octadexyltrimetoxysilan, octyltrietoxysilan, triflopropyltrimetoxysilan, và heptadecaflodexyltrimetoxysilan. Trong số chúng, octyltrietoxysilan hoặc octyltrimetoxysilan được ưu tiên. Các ví dụ ưu tiên của hợp chất silazan bao gồm hexametyldisilazan. Các đặc tính của hợp chất silan hoặc hợp chất silazan là hợp chất có thể làm cho dễ dàng xử lý đồng đều, có nguồn cung cấp sẵn, và không đắt từ quan điểm kinh tế. Khi bột oxit kim loại hạt mịn (C) đã được xử lý bề mặt với hợp chất được chứa trong các sản phẩm, các chế phẩm mỹ phẩm thu được được ưu tiên hơn vì có các đặc tính tốt như tính phân tán.

Các ví dụ của phương pháp xử lý với hợp chất silan hoặc hợp chất silazan bao gồm phương pháp liên quan đến việc trộn hợp chất silan hoặc hợp chất silazan với oxit kim loại như bột kẽm oxit trong dung môi hữu cơ như n-hexan, xyclohexan, hoặc rượu thấp, hỗn hợp nghiền tùy ý, sau đó loại bỏ dung môi hữu cơ bằng cách gia nhiệt hoặc dưới áp suất giảm, và cặn được xử lý gia nhiệt tốt hơn là từ 80 đến 250°C để hợp chất silan hoặc hợp chất silazan phản ứng hóa học với nhóm phản ứng bề mặt của oxit kim loại như kẽm oxit.

Các ví dụ thay thế của nó bao gồm phương pháp như được mô tả trong JP-A-2007-326902 mà liên quan đến việc xử lý phủ bột màu mỹ phẩm bằng hợp chất polysiloxan cụ thể, tiếp theo là việc xử lý bề mặt bằng alkylalkoxysilan trong nước.

Lượng chất xử lý bề mặt trong phương pháp phủ lên bột oxit kim loại hạt mịn tốt hơn là 3% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 15% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc ít hơn, so với tổng lượng của bột được sử dụng. Lượng cụ thể của nó trong phương pháp phủ tốt hơn là từ 3 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 5 đến 10% khối lượng. Lượng của chất xử lý bề mặt nằm trong khoảng này cho phép phủ đều bề mặt bột và tránh bị kết tập hoặc lắng đọng trên bề mặt của bột kẽm oxit hoặc các bột tương tự.

Lượng bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước (C) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 30% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 25% khối lượng hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc ít hơn. Khoảng cụ thể tốt hơn là từ 0,1 đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 1 đến 25% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 20% khối lượng. Lượng của bột nằm trong khoảng này có tính phân tán thuận lợi và không có vấn đề về độ nhớt tăng của chế phẩm.

Thành phần (C) tốt hơn là chứa 60% khối lượng hoặc nhiều hơn bột kẽm oxit hạt mịn kỵ nước làm bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước (C) để cải thiện khả năng bảo vệ chống UVA và cải thiện tính ổn định ở nhiệt độ cao.

Trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế, tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần(C), (A/C), tốt hơn là 0,01 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,04 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,05 hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 0,1 hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 0,7 hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 0,6 hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 0,5 hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 0,4 hoặc ít hơn, để thuận tiện về mặt chuyển hóa các hạt nhũ hóa thành các hạt mịn và về mặt sử dụng đồng đều, tính lan tỏa và ở lại trên da, và cảm giác dưỡng ẩm. Khoảng cụ thể của A/C tốt hơn là từ 0,01 đến 0,7, tốt hơn nữa là từ 0,04 đến 0,6, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,6, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,5, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 0,5, còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 0,4.

Trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế, tỷ lệ khối lượng của thành phần (B) so với thành phần (C), (B/C), tốt hơn là 0,62 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,65 hoặc nhiều hơn, để thuận tiện về mặt sử dụng đồng đều, tác dụng bảo vệ chống UV, tính lan tỏa và ở lại trên da, và cảm giác rít. Ngoài ra, tỷ lệ khối lượng (B/C) tốt hơn là 10 hoặc ít hơn từ quan điểm tăng cường tác dụng bảo vệ chống UV. Khoảng cụ thể của B/C tốt hơn là 0,62 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,65 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là từ 0,62 đến 10, còn tốt hơn nữa là từ 0,65 đến 10.

Theo sáng chế, tốt hơn là, polyme tan trong nước (D) còn được sử dụng để tăng cường tính ổn định phân tán của pha dầu. Các ví dụ của polyme tan trong nước được sử dụng theo sáng chế bao gồm các polyme cation tan trong nước, các polyme anion, các polyme không ion, và các polyme lưỡng tính hoặc các polyme lưỡng cực.

Các ví dụ cụ thể của các polyme cation bao gồm hydroxyetylxenluloza có nhóm O-[2-hydroxy-3-(trimetylamonio)propyl] clorua (polyquaternium-10), (vinylpyrolidon-dimetylaminometyletyl metacrylat copolyme dietyl sulfat (polyquaternium-11), và metylvinylimidazolium clorua-vinylpyrolidon copolyme.

Các ví dụ cụ thể của các polyme anion bao gồm carboxyvinyl polyme, carboxymetylxenluloza, carrageenan, gôm xanthan, polystyren sulfonat, agar, gôm ghatti, gôm karaya, pectin, muối alginat, axit acrylic -alkyl metacrylat copolyme, (natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, axit acrylic hoặc các dẫn xuất axit methacrylic như kim loại kiềm và các muối amoni của poly(axit acrylic) hoặc axit acrylic hoặc axit metacrylic, và axit hyaluronic hoặc các muối kim loại kiềm của nó.

Các ví dụ cụ thể của các polyme không ion bao gồm xenluloza ete như hydroxybutylmetylxenluloza, hydroxypropylxenluloza, hydroxypropyl-metylxenluloza, etylhydroxyetylxenluloza, và hydroxyetylxenluloza, propylen glycol alginat, polyacrylamit, poly(etylen oxit), rượu polyvinyl, polyvinyl pyrolidon, gôm hydroxypropyl guar, gôm hạt locust, amyloza, hydroxyetyl amyloza, tinh bột và các dẫn xuất tinh bột, và các hỗn hợp của nó.

Các ví dụ cụ thể của các polyme lưỡng tính hoặc các polyme lưỡng cực bao gồm octylacrylamit/acrylat/butylaminoetyl metacrylat copolyme, polyquaternium-47, và polyquaternium-43.

Các polyme tan trong nước có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều polyme trong số chúng. Về mặt ứng dụng dễ dàng cho các chế phẩm khác nhau, các ví dụ ưu tiên của nó bao gồm một hoặc hai hoặc nhiều

polyme được chọn từ nhóm bao gồm carboxyvinyl polyme, axit acrylic-alkyl metacrylat copolyme, gôm xanthan, hydroxypropylmetylxenluloza, polyacrylamit, (natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, (hydroxyetyl acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, (acrylamit/amoni acrylat) copolyme, polyacrylat-13, và axit hyaluronic hoặc muối kim loại kiềm của nó. Một hoặc hai hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm carboxyvinyl polyme, axit acrylic-alkyl metacrylat copolyme, gôm xanthan, hydroxypropylmetylxenluloza, polyacrylamit, (natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, và axit hyaluronic hoặc muối kim loại kiềm của nó được ưu tiên hơn.

Các thành phần này sẵn có trên thị trường. Các ví dụ của nó bao gồm SEPIGEL 305 (polyacrylamit, polyisobuten hydro hóa (hoặc (C13,14) isoparafin), laureth-7, nước), SEPINOV EMT 10 ((hydroxyetyl acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme), SIMULGEL NS ((hydroxyetyl acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, squalan, polysorbat 60, nước), SIMULGEL FL ((hydroxyetyl acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, isohexadecan, polysorbat 60, nước), SEPIPLUS S ((hydroxyetyl acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, polyisobuten, PEG-7 trimetylolpropan alkyl ete dầu dừa, nước), SIMULGEL EG ((natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, isohexadecan, polysorbat 80, nước), SEPIPLUS 265 ((acrylamit/amoni acrylat) copolyme, polyisobuten, polysorbat 20, nước), và SEPIPLUS 400 (polyacrylat-13, polyisobuten, polysorbat 20, nước) được bán bởi SEPPIC, và KELTROL (gôm xanthan) được bán bởi CP Kelco (các thành phần được chứa được mô tả trong dầu ngoặc đơn).

Lượng của thành phần (D) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,05% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 5% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc ít hơn. Khoảng cụ thể tốt hơn là từ 0,01 đến 5% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 3% khối lượng. Lượng nằm trong khoảng này được ưu tiên vì tính ổn định của chế phẩm được duy trì mà không có cảm giác dính do polyme tan trong nước.

Theo sáng chế, tốt hơn là, chế phẩm nhũ tương dầu trong nước còn chứa (E) rượu monohydric bão hòa có 1 đến 3 nguyên tử carbon, từ quan điểm tăng cường tính lan tỏa trong suốt quá trình sử dụng, giảm cảm giác dính, và tăng cường chống nước và chống mồ hôi. Các ví dụ cụ thể của thành phần (E) bao gồm rượu metyl, rượu etyl, rượu propyl, và rượu isopropyl.

Lượng của thành phần (E) là không có giới hạn cụ thể. Lượng của thành phần (E) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 25% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc ít hơn, và còn tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc ít hơn, từ quan điểm tăng cường tính lan tỏa trong suốt quá trình sử dụng, giảm cảm giác dính, và cải thiện tính chống nước và chống hồ môi. Khoảng cụ thể tốt hơn là từ 1 đến 25% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 3 đến 20% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 15% khối lượng.

Theo sáng chế, tốt hơn là, chế phẩm nhũ tương dầu trong nước còn chứa (F) rượu polyhydric để tăng cường các đặc tính dưỡng ẩm và tính lan tỏa trong suốt quá trình sử dụng. Các ví dụ của thành phần (F) bao gồm: các glycol như

etylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, polyetylen glycol (trọng lượng phân tử trung bình: thấp hơn 650), propylen glycol, dipropylen glycol, polypropylen glycol (trọng lượng phân tử trung bình: thấp hơn 650), isopren glycol, và 1,3-butylen glycol; glyxerin, diglyxerin, và polyglyxerin. Trong số chúng, etylen glycol, dietylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, hoặc 1,3-butylen glycol có thể tốt hơn là được sử dụng. Dipropylen glycol còn được ưu tiên hơn. Các rượu polyhydric này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Lượng của thành phần (F) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,5% khối lượng hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 30% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc ít hơn, từ quan điểm tăng cường các đặc tính dưỡng ẩm và tính lan tỏa trong suốt quá trình sử dụng. Khoảng cụ thể tốt hơn là từ 0,1 đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 20% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 1 đến 15% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 10% khối lượng.

Trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế, lượng nước so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 40% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 45% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 80% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 75% khối lượng hoặc ít hơn, từ quan điểm tạo chế phẩm nhũ tương dầu trong nước với tính ổn định tốt theo thời gian. Khoảng cụ thể tốt hơn là từ 40 đến 80% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 45 đến 75% khối lượng.

Trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế, các thành phần khác thường được chứa trong các chế phẩm mỹ phẩm, ví dụ, các chất hoạt động bề mặt, rượu thấp, các hợp chất flo, nhựa, các chất làm đặc, các chất chống khuẩn hoặc khử trùng, nước hoa, chất dưỡng ẩm, các muối, dung môi, các chất chống oxy hóa, các chất tạo chelat, chất trung hòa, chất điều chỉnh pH, chất đuổi côn trùng, và các thành phần hoạt tính sinh học, có thể được sử dụng ngoài các thành phần được đề cập ở trên, nằm trong khoảng trong đó tác dụng theo sáng chế không bị giới hạn.

Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể bởi việc sử dụng chúng và có thể tốt hơn là được sử dụng trong các chế phẩm mỹ phẩm, thuốc, sản phẩm tựa thuốc, và các dạng tương tự. Chế phẩm nhũ tương theo sáng chế tốt hơn là được sử dụng như chế phẩm dùng ngoài da được giữ trên da mà không bị rửa trôi, vì tác dụng hút giữ dưỡng ẩm của nó. Chế phẩm nhũ tương theo sáng chế tốt hơn là được sử dụng để ngăn ngừa sự sạm nắng và tốt hơn nữa là được áp dụng cho mỹ phẩm chống nắng, chế phẩm rám nắng, chế phẩm mỹ phẩm trang điểm cơ bản, kem nền có khả năng chống lại tia cực tím, và các dạng mỹ phẩm tương tự.

Công thức của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế có thể áp dụng cho, ví dụ, dạng lỏng, nhũ tương, kem, bột nhão, dạng rắn, và các dạng đa lớp và có thể áp dụng vào chế phẩm dạng giấy, các chế phẩm dạng phun, và các chế phẩm dạng bọt.

Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế có thể ngăn ngừa bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước vào pha nước, các hạt nhũ hóa hạt mịn, tăng cường khả năng phân tán của pha dầu, và cho tính ổn định tốt theo thời gian

bằng cách chứa các thành phần (A) đến (C) trong pha dầu. Như cấu trúc của các hạt nhũ hóa trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế, nó được cho rằng thành phần (A) có mặt trên bề mặt các hạt nhũ hóa (pha dầu), như được mô tả trên đây, để tạo thành cấu trúc mềm (cấu trúc túi đa lớp mỏng), và thành phần (C) được phân tán ổn định trong thành phần (B) trong pha dầu. Cấu trúc được tạo như vậy chuyển hóa các hạt nhũ hóa thành các hạt mịn, giảm kết tập và kết tủa, cải thiện đáng kể tính ổn định, và thu được khả năng sử dụng đồng đều tốt, dễ chịu cho da, tính lan tỏa thuận lợi và ở lại trên da, giảm cảm giác dính và rít, và tác dụng dưỡng ẩm thuận lợi sau khi sử dụng.

Kích thước hạt nhũ hóa trung bình của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế tốt hơn là 1 μm hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 30 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 25 μm hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 20 μm hoặc nhỏ hơn, về tính ổn định theo thời gian và sử dụng đồng đều. Khoảng cụ thể tốt hơn là từ 1 đến 30 μm, tốt hơn nữa là từ 1 đến 25 μm, còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 20 μm. Theo sáng chế, kích thước hạt trung bình của các hạt nhũ hóa có thể xác định từ giá trị trung bình dựa trên con số bằng cách đo lặp đi lặp lại kích thước hạt của 20 hạt bất kỳ trong lĩnh vực quan sát bởi hình chiếu kính hiển vi.

Để tăng cường sự định hướng của polyoxyetylen alkyl ete (A) tới bề mặt pha dầu, chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế tốt hơn là được sản xuất bằng cách hòa tan thành phần pha dầu chứa các thành phần (A) đến (C) bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ vượt quá 45°C và nhũ hóa thành phần pha dầu với thành phần pha nước ở nhiệt độ 15 đến 40°C. Cụ thể hơn, các thành phần (A) đến (C) được hòa tan, cùng với các thành phần pha dầu khác, bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ vượt quá 45°C, tốt hơn là nhiệt độ ở 50 đến 80°C, và hỗn hợp

được khuấy và trộn đều. Sau đó, thành phần pha dầu được trộn đều với thành phần pha nước ở nhiệt độ 15 đến 40°C, tốt hơn là 20 đến 30°C, bằng phương pháp như nhũ hóa nghịch pha hoặc nhũ hóa không nghịch pha để tạo chế phẩm nhũ tương dầu trong nước. Sự nhũ hóa này tốt hơn là được thực hiện bằng cách bổ sung dần dần thành phần pha dầu vào thành phần pha nước. Tốt hơn nữa là, pha dầu khuấy đều được bổ sung dần dần vào pha nước (bao gồm thành phần (D)), và hỗn hợp được khuấy và trộn đều, và sau đó được làm mát tới nhiệt độ trong phòng để thu được chế phẩm nhũ tương. Polyoxyetylen alkyl ete (A) hình thành cấu trúc trên bề mặt pha dầu cùng thời điểm bổ sung pha dầu vào pha nước. Theo kết quả, chế phẩm nhũ tương dầu trong nước ổn định có thể thu được.

Liên quan đến các phương án được đề cập trên đây, sáng chế còn mô tả các phương án sau:

<1> chế phẩm nhũ tương dầu trong nước chứa các thành phần (A) đến (C) sau đây:

(A) polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete có nhóm alkyl hoặc alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và có số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn,

(B) dầu lỏng, và

(C) bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước.

<2> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <1>, trong đó số nguyên tử cacbon của nhóm alkyl hoặc alkenyl trong thành phần (A) tốt hơn là 21 hoặc nhiều hơn và 23 hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 22.

<3> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <1> hoặc <2>, trong đó số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung trong thành phần (A) tốt hơn là 1,5 hoặc nhiều hơn và 3 hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 1,5 hoặc nhiều hơn và 2,5 hoặc ít hơn.

<4> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <3>, trong đó thành phần (A) tốt hơn là ít nhất được chọn từ nhóm bao gồm polyoxyetylen (2) arachyl ete, polyoxyetylen (3) arachyl ete, polyoxyetylen (4) arachyl ete, polyoxyetylen (2) behenyl ete, polyoxyetylen (3) behenyl ete, polyoxyetylen (4) behenyl ete, polyoxyetylen (2) carnaubyl ete, polyoxyetylen (3) carnaubyl ete, và polyoxyetylen (4) carnaubyl ete, tốt hơn nữa là ít nhất được chọn từ nhóm bao gồm polyoxyetylen (2) behenyl ete, polyoxyetylen (3) behenyl ete, và polyoxyetylen (4) behenyl ete.

<5> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <4>, trong đó lượng của thành phần (A) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,05% khối lượng hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 15% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 5% khối lượng hoặc ít hơn.

<6> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <5>, trong đó lượng của thành phần (A) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là từ 0,01 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 10% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 5% khối lượng.

<7> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <6>, trong đó thành phần (B) tốt hơn là chứa chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng và dầu dùng cho mỹ phẩm.

<8> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <7>, trong đó chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng tốt hơn là ít nhất được chọn từ nhóm bao gồm 2-etylhexyl p-metoxyxinamat, 2-etoxyetyl p-metoxyxinamat, hỗn hợp este của axit isopropyl p-metoxyxinamat-diisopropyl xinamic, metyl bis(trimetylsiloxy)silylisopentyl trimetoxyxinamat, amyl p-dimetylaminobenzoat, 2-etylhexyl p-dimetylaminobenzoat, etylen glycol salixylat, 2-etylhexyl salixylat, benzyl salixylat, homomenthyl salixylat, octocrylen, và dimethicodietyl benzalmalonat.

<9> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <7> hoặc <8>, trong đó dầu dùng cho mỹ phẩm tốt hơn là ít nhất được chọn từ nhóm bao gồm dầu hydrocarbon, triglyxerit, axit béo, dầu este, rượu cao, và dầu silicon.

<10> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <9>, trong đó lượng của thành phần (B) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,5% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 30% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 25% khối lượng hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc ít hơn.

<11> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <10>, trong đó lượng của thành phần (B) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là từ 0,5 đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 1 đến 25% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 3 đến 20% khối lượng.

<12> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <7> đến <11>, trong đó tỷ lệ khối lượng của chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng trong thành phần (B) tốt hơn là 0,5 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,6 hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 0,7 hoặc nhiều hơn.

<13> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <12>, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần(B), (A/B), tốt hơn là 0,02 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,03 hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 1 hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 0,5 hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 0,2 hoặc ít hơn.

<14> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <13>, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần(B), (A/B), tốt hơn là từ 0,02 đến 1, tốt hơn nữa là từ 0,03 đến 0,5, còn tốt hơn nữa là từ 0,03 đến 0,2.

<15> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <14>, trong đó thành phần (C) tốt hơn là sản phẩm kỵ nước của một hoặc hai hoặc nhiều bột oxit kim loại được chọn từ nhóm bao gồm kẽm oxit, titan dioxit, và xeri oxit.

<16> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <15>, trong đó kích thước hạt trung bình của thành phần (C) tốt hơn là 0,01 μm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,012 μm hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,015 μm hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 1 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 0,2 μm hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 0,1 μm hoặc nhỏ hơn.

<17> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <16>, trong đó kích thước hạt trung bình của thành phần (C)

tốt hơn là từ 0,01 đến 1 μm, tốt hơn nữa là từ 0,012 đến 0,2 μm, còn tốt hơn nữa là từ 0,015 đến 0,1 μm.

<18> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <17>, trong đó việc xử lý kỵ nước của bột oxit kim loại hạt mịn tốt hơn là xử lý hợp chất flo, xử lý silicon, xử lý silicon nhựa, xử lý huyền phù, xử lý chất kết nối silan, xử lý chất kết nối titan, xử lý dầu, xử lý lysin N-axylat hóa, xử lý axit polyacrylic, xử lý xà phòng kim loại, xử lý axit amin, xử lý hợp chất vô cơ, xử lý plasma, xử lý hóa cơ học, hoặc xử lý bề mặt với hợp chất silan hoặc hợp chất silazan, tốt hơn nữa là ít nhất việc xử lý bề mặt được chọn từ phương pháp xử lý bề mặt bằng silicon hoặc nhựa silicon và phương pháp xử lý bề mặt bằng metyl hydro polysiloxan.

<19> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <18>, trong đó lượng kỵ nước của thành phần (C) so với tổng lượng bột tốt hơn là 3% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 15% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc ít hơn.

<20> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <19>, trong đó lượng của thành phần (C) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 30% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 25% khối lượng hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc ít hơn.

<21> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <20>, trong đó lượng của thành phần (C) so với tổng lượng của

chế phẩm tốt hơn là từ 0,1 đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 1 đến 25% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 20% khối lượng.

<22> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <21>, trong đó thành phần (C) tốt hơn là chứa 60% khối lượng hoặc nhiều hơn hạt mịn bột kẽm oxit kỵ nước.

<23> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <22>, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần (C), (A/C), tốt hơn là 0,01 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,04 hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 0,1 hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 0,7 hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 0,6 hoặc ít hơn, còn tốt hơn nữa là 0,4 hoặc ít hơn.

<24> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <23>, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần (C), (A/C), tốt hơn là từ 0,01 đến 0,7, tốt hơn nữa là từ 0,04 đến 0,6, còn tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 0,4.

<25> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <24>, còn chứa (D) polyme tan trong nước.

<26> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <25>, trong đó thành phần (D) tốt hơn là một hoặc hai hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm carboxyvinyl polyme, axit acrylic-alkyl metacrylat copolyme, gôm xanthan, hydroxypropylmetylxenluloza, polyacrylamit, (natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, (hydroxyetyl acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, (acrylamit/amoni acrylat) copolyme, polyacrylat-13, và axit hyaluronic hoặc muối kim loại kiềm của nó, tốt hơn nữa là một hoặc hai hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm carboxyvinyl polyme, axit acrylic-alkyl

metacrylat copolyme, gôm xanthan, hydroxypropylmetylxenluloza, polyacrylamit, (natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, và axit hyaluronic hoặc muối kim loại kiềm của nó.

<27> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <25> hoặc <26>, trong đó lượng của thành phần (D) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,05% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 5% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc ít hơn.

<28> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <25> đến <27>, trong đó lượng của thành phần (D) so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là từ 0,01 đến 5% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 3% khối lượng.

<29> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <28>, trong đó lượng nước so với tổng lượng của chế phẩm tốt hơn là 40% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 45% khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 80% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 75% khối lượng hoặc ít hơn.

<30> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <29>, trong đó chế phẩm tốt hơn là được sử dụng để ngăn ngừa sự sạm nắng.

<31> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <30>, trong đó kích thước hạt nhũ hóa trung bình của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước tốt hơn là 1 μm hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 30

μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 25 μm hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 20 μm hoặc nhỏ hơn.

<32> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <31>, trong đó kích thước hạt trung bình của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước tốt hơn là từ 1 đến 30 μm, tốt hơn nữa là từ 1 đến 25 μm, còn tốt hơn nữa là từ 1 đến 20 μm.

<33> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <32>, trong đó chế phẩm thu được bởi thành phần pha dầu hòa tan bao gồm các thành phần (A) đến (C) bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ tốt hơn là vượt quá 45°C, tốt hơn nữa là 50 đến 80°C và nhũ hóa thành phần pha dầu với thành phần pha nước tốt hơn là 15 đến 40°C, tốt hơn nữa là 20 đến 30°C.

<34> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <33>, trong đó sự nhũ hóa tốt hơn là được thực hiện bằng cách bổ sung dần dần thành phần pha dầu vào thành phần pha nước.

<35> Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <34> trong đó chế phẩm chống nắng để dùng ngoài da.

<36> Phương pháp sản xuất chế phẩm nhũ tương dầu trong nước, bao gồm bước hòa tan thành phần pha dầu chứa các thành phần (A) đến (C) sau đây bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ vượt quá 45°C và bước nhũ hóa thành phần pha dầu với thành phần pha nước có nhiệt độ là 15 đến 40°C:

(A) polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete có nhóm alkyl hoặc alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và có số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn,

(B) dầu lỏng, và

(C) bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước.

<37> Phương pháp sản xuất chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm <36>, trong đó bước nhũ hóa được thực hiện bằng cách bổ sung dần dần thành phần pha dầu vào thành phần pha nước.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn với các ví dụ. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

Các phương pháp để thử nghiệm tính chống nước và sự đánh giá cảm quan được sử dụng trong các ví dụ và các ví dụ so sánh dưới đây sẽ được mô tả đối với các mục đích minh họa.

(1) Đánh giá trạng thái nhũ hóa

Mỗi mẫu được chỉ ra trong bảng 1 được quan sát dưới kính hiển vi ngay sau khi điều chế và được đánh giá theo các tiêu chí được đưa ra dưới đây. Khi các hạt nhũ hóa đồng nhất hình cầu được tạo trong quá trình quan sát kính hiển vi, kích thước hạt trung bình của các hạt nhũ hóa này được xác định từ giá trị trung bình bằng cách đo lặp đi lặp lại kích thước hạt của 20 hạt bất kỳ trong lĩnh vực quan sát trong hình chiếu kính hiển vi.

Tiêu chí đánh giá trạng thái nhũ hóa bằng việc quan sát bằng kính hiển vi

3: Bột được đưa vào pha nội (pha dầu), và các hạt nhũ hóa đồng nhất hình cầu được hình thành.

2: Hình dạng và kích thước của các hạt nhũ hóa là không đều, dù bột được đưa vào pha nội.

1: Bột rò rỉ ra pha ngoài (pha nước).

(2) Thử nghiệm các đặc tính hút giữ

Thiết bị lọc màng thấm nước (MF-Millipore GSWP02500, được sản xuất bởi Millipore Japan Co., Ltd.; đường kính lỗ: 0,22 μm, thiết bị lọc được cắt thành đường kính 15 mm và sau đó được sử dụng) được bổ sung 100 μl của mỗi mẫu được chỉ ra trong bảng 1 hoặc 2. Thiết bị lọc được sấy hoàn toàn trên đĩa nóng ở 37°C để thu được thiết bị lọc màng khô của mẫu. 5 g nước tinh khiết được đặt trong ô, được đậy với thiết bị lọc màng khô của mẫu. Sự thay đổi về trọng lượng được xác định ở độ ẩm là 30% và nhiệt độ là 30°C. Các kết quả được vẽ như là các giác trị tuyệt đối khi n trong (nX + m trong đó X là thời gian (h)) được tính toán bởi phương pháp bình phương tối thiểu được xác định như tốc độ bay hơi nước (đơn vị: mg/h). Trung bình của ba lần đo mỗi mẫu được xác định. Theo sáng chế, tốc độ bay hơi nước nghĩa là sự bay hơi nước là không có ở tốc độ bay hơi nước nhỏ hơn.

(3) Đánh giá khả năng sử dụng đồng đều

Mỗi mẫu được chỉ ra trong bảng 1 hoặc 2 được sử dụng đồng đều với tỷ lệ là 2 mg/cm^2 trên tấm PMMA và sau đó được sấy. Sau khi sấy mẫu, hệ số truyền (%) của phổ hấp thụ (bước sóng: 370 nm) trong 8 vùng tiền xác định của mẫu trên tấm PMMA được đo sử dụng thiết bị phân tích SPF (SPF 290S plus, được sản xuất bởi Optometricus USA, Inc.). Sự khác biệt giữa giá trị tối đa và tối thiểu (giá trị tối đa - giá trị tối thiểu) của hệ số truyền của 8 vùng được tính toán. Giá trị của sự khác biệt được tính toán càng nhỏ, tính sử dụng đồng đều càng cao.

(4) Thử nghiệm khả năng bảo vệ chống UV

Mỗi mẫu và mẫu của ví dụ tham khảo 1 được sử dụng riêng rẽ với tỷ lệ là 2 mg/cm^2 trên tấm PMMA và sau đó được sấy. Sau đó, khả năng bảo vệ chống tia cực tím được đo bằng thiết bị phân tích SPF (SPF 290S plus, được sản xuất bởi Optometricus USA, Inc.) trong 8 vùng được xác định trước của mẫu trên tấm PMMA. Tốc độ cải thiện khả năng bảo vệ chống UV của mỗi mẫu được so sánh với mẫu của ví dụ tham khảo được xác định theo công thức sau đây, và việc đánh giá được thực hiện theo tiêu chí đánh giá được đưa ra dưới đây:

Tốc độ cải thiện khả năng bảo vệ chống UV (%) = (Giá trị SPF trung bình của mẫu) / (Giá trị SPF trung bình của mẫu của ví dụ tham khảo 1) × 100.

Tiêu chí đánh giá tốc độ cải thiện khả năng bảo vệ chống UV

4: Vượt quá 110%

3: 90% hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 110%

2: 70% hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 90%

1: Nhỏ hơn 70%

(5) Đánh giá cảm quan

10 chuyên gia được sử dụng mỗi mẫu được chỉ ra trong bảng 2 và đánh giá khả năng sử dụng của nó [tính lan tỏa và ở lại trên da (lan tỏa đồng nhất mà không gây mất cân bằng) và cho hoặc không cho cảm giác dưỡng ẩm, cảm giác dính, và cảm giác rít] theo tiêu chí đánh giá được đưa ra dưới đây. Điểm trung bình được chỉ ra trong bảng.

(Tiêu chí đánh giá)

(a) Tính lan tỏa và ở lại trên da

5: Tính lan tỏa và ở lại trên da rất tốt

4: Tính lan tỏa và ở lại trên da tốt

3: Tính lan tỏa và ở lại trên da bình thường

2: Tính lan tỏa và ở lại trên da kém

1: Tính lan tỏa và ở lại trên da rất kém

(b) Cảm giác dưỡng ẩm

5: Cảm giác ẩm rất mạnh ở da

4: Cảm giác ẩm mạnh ở da

3: Bình thường

2: Cảm giác ẩm ở da kém

1: Cảm giác ẩm ở da rất kém

(c) Cảm giác dính

5: Cảm giác dính rất kém

4: Cảm giác dính kém

3: Bình thường

2: Cảm giác dính mạnh

1: Cảm giác dính rất mạnh

(d) Cảm giác rít

5: Cảm giác rít rất kém

4: Cảm giác rít kém

3: Bình thường

2: Cảm giác rít mạnh

1: Cảm giác rít rất mạnh

Sau đây, mỗi bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước được sử dụng theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Ví dụ điều chế 1: Điều chế bột bông của kẽm oxit được xử lý bề mặt với octyltrietoxysilan

Bùn bao gồm 93 phần khối lượng bột kẽm oxit dạng bông (kích thước hạt trung bình: 0,3 μm, độ dày hạt trung bình: 0,032 μm, tỷ lệ tấm: 9, lượng nguyên tố sắt: 0,01 mol%), 7 phần khối lượng octyltrietoxysilan, và toluen được điều chế và sau đó được ép và nghiền sử dụng thiết bị nghiền hạt (DYNO-MILL được sản xuất bởi Shinmaru Enterprises Corp.). Sau đó, toluen được chưng cất bằng cách gia nhiệt dưới áp suất giảm. Sau đó, cặn được gia nhiệt ở 150°C trong 4 giờ sử dụng máy sấy dạng thổi khí thu được bột kẽm oxit dạng bông được xử lý bề mặt với octyltrietoxysilan.

Ví dụ điều chế 2: Điều chế bột kẽm oxit hạt mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan

Bùn bao gồm 95 phần khối lượng bột kẽm oxit hạt mịn (về cơ bản là hình cầu, kích thước hạt trung bình: 20 nm), 5 phần khối lượng metyl hydro polysiloxan (KF-99P, được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), và rượu isopropyl được điều chế và sau đó được khuấy và ép. Sau đó, dung môi được chưng cất bằng cách gia nhiệt dưới áp suất giảm. Cặn được gia nhiệt ở 150°C trong 4 giờ trong không khí thu được bột kẽm oxit hạt mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan.

Ví dụ điều chế 3: Điều chế bột titan dioxit hạt mịn được xử lý bề mặt với octyltrietoxysilan

Bùn bao gồm 93 phần khối lượng bột titan dioxit hạt mịn (về cơ bản là hình cầu, kích thước hạt trung bình: 0,017 μm), 7 phần khối lượng octyltrietoxysilan, và toluen được điều chế và sau đó được ép và nghiền sử dụng

thiết bị nghiền hạt (DYNO-MILL được sản xuất bởi Shinmaru Enterprises Corp.). Sau đó, toluen được chưng cất bằng cách gia nhiệt dưới áp suất giảm. Sau đó, cặn được gia nhiệt ở 150°C trong 4 giờ sử dụng máy sấy dạng thổi khí thu được bột oxit titan được xử lý bề mặt với octyltrietoxysilan.

Ví dụ điều chế 4: Điều chế bột titan dioxit hạt mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan

Bùn bao gồm 95 phần khối lượng bột titan dioxit hạt mịn (về cơ bản là hình cầu, kích thước hạt trung bình: 0,017 μm), 5 phần khối lượng metyl hydro polysiloxan (KF-99P, được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), và rượu isopropyl được điều chế và sau đó được khuấy và ép. Sau đó, dung môi được chưng cất bằng cách gia nhiệt dưới áp suất giảm. Cặn được gia nhiệt ở 160°C trong 4 giờ trong không khí thu được bột titan dioxit hạt mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan.

Nghiên cứu về loại polyoxyetylen alkyl ete

Ví dụ 1 và các ví dụ so sánh 1 đến 4

Mỗi mỹ phẩm chống nắng dầu trong nước được điều chế theo công thức được chỉ ra trong bảng 1. Các thử nghiệm được mô tả trên đây được thực hiện sử dụng các mẫu này. Các kết quả thử nghiệm được chỉ ra trong bảng 1.

Bảng 1

Thành phần			Ví dụ 1	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4
1	A	Polyoxyetylen (2) behenyl ete	1				
2		Polyoxyetylen (5) behenyl ete			1		
3		Polyoxyetylen (2) stearyl ete				1	
4		Polyoxyetylen (2) xetyl ete					1
5	B	Dimethicon (độ nhớt động học (25°C) 6 mm^2/s)	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5
6	B	2-Etylhexyl p-metoxyxinamat *1	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5
7	B	Octocrylen *2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
8	C	Bột kẽm oxit dạng bông được xử lý bề mặt với octyltrietoxysilan (Ví dụ điều chế 1)	4	4	4	4	4
9	C	Bột kẽm oxit hạt mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan (Ví dụ điều chế 2)	6	6	6	6	6
10		Glyxerin	2	2	2	2	2
11		Etanol	5	5	5	5	5
12	D	(Natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme *3	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
13	D	Gôm xanthan	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
14		Dinatri edetat	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02

15		Nước tinh khiết	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng
Đáng giá		Đánh giá trạng thái nhũ hóa	A (7,4 μm)	A (47,5 μm)	A (22,9 μm)	B	B
		Đáng giá các đặc tính hút giữ	4,3	5,2	5,3	5,4	5,5
		Đáng giá khả năng sử dụng đồng đều	3,2	11,5	9,3	9,4	10,1

*1 Uvinul MC-80 (được sản xuất bởi BASF Japan Ltd.)

*2 PARSOL 340 (được sản xuất bởi DSM Nutrition Japan K.K.)

*3 SIMULGEL EG (được sản xuất bởi SEPPIC)

Phương pháp sản xuất

a: Các thành phần (1) đến (9) được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C và được trộn đều.

b: Các thành phần (10) đến (15) được trộn đều ở nhiệt độ trong phòng (25°C ± 3°C).

c: Trong khi sản phẩm thu được trong bước b được khuấy, sản phẩm thu được trong bước a được bổ sung dần dần. Hỗn hợp được trộn đều.

d: Hỗn hợp thu được trong bước c được làm mát tới nhiệt độ trong phòng.

Trong mẫu của ví dụ 1 sử dụng polyoxyetylen (2) behenyl ete, bột được đưa vào pha nội (pha dầu), và thu được các hạt nhũ hóa mịn và đồng nhất (kích thước hạt nhũ hóa trung bình: 7,4 μm) (Hình 2). Mẫu này có khả năng sử dụng đồng đều

tốt. Ngoài ra, tác dụng hút giữ dưỡng ẩm của nó sau khi sử dụng là tốt. Ngược lại, mẫu của ví dụ so sánh 1 không có polyoxyetylen (2) behenyl ete có các hạt nhũ hóa lớn hơn so với của mẫu của ví dụ 1 (kích thước hạt nhũ hóa trung bình: 47,5 μm) (Hình 3) và có khả năng sử dụng đồng đều kém, dù bột được đưa vào pha nội (pha dầu) để hình thành các hạt nhũ hóa tương đối đồng nhất.

Các mẫu của các ví dụ so sánh 2 đến 4 trong đó polyoxyetylen (2) behenyl ete được thay thế bằng polyoxyetylen (5) behenyl ete, polyoxyetylen (2) stearyl ete, và polyoxyetylen (2) xetyl ete, tương ứng, có kích thước hạt nhũ hóa lớn hơn so với của mẫu của ví dụ 1 hoặc các dạng và các kích thước của các hạt nhũ hóa không đồng đều, dẫn đến khả năng sử dụng được kém (các hình 4 đến 6). Các tác dụng hút giữ dưỡng ẩm này sau khi sử dụng gần như bằng với tác dụng thu được trong ví dụ so sánh 1. Việc bổ sung polyoxyetylen (5) behenyl ete, polyoxyetylen (2) stearyl ete, hoặc polyoxyetylen (2) xetyl ete không mang lại tác dụng hút giữ dưỡng ẩm.

Nghiên cứu về tỷ lệ lượng

Các ví dụ 2 đến 16 và ví dụ tham khảo 1

Bảng 2

Thành phần			Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14	Ví dụ 15	Ví dụ 16	Ví dụ tham khảo 1
1	A	Polyoxyetylen (2) behenyl ete	1	1	1	1	1	5	1	1	1	1	0,1	0,5	8	0,5	8	1
2	B	Dimethicon (độ nhớt động học (25°C) 6 mm^2/s)	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	4,5	15	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	4	5,5
3	B	2-Etylhexyl p-metoxyxinamat *1	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	1,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	3,5	7,5
4	B	Octocrylen *2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
5	C	Bột kẽm oxit dạng bông được xử lý bề mặt với octyltriet-oxysilan (Ví dụ điều chế 1)	12	9	2,4	2	1,6	4	4	4		12	12	12	4		6	4
6	C	Bột kẽm oxit hạt	8	6	3,6	3	2,4	6	6	6			8	8	6	1	5	6

	mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan (Ví dụ điều chế 2)																				
7	C	Bột titan dioxit hạt mịn được xử lý về mặt với octyltriet-oxysilan (Ví dụ điều chế 3)											12	8							
8	C	Bột titan dioxit hạt mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan (Ví dụ điều chế 4)											8								
9		Glyxerin	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
10		1,3-Butylen glycol	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
11		Etanol	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

12	D	(Natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme *3	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
13	D	Gôm xanthan	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
14		Dinatri edetat	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
15		Nước tinh khiết	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng
		A/B	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,379	0,161	0,044	0,076	0,076	0,008	0,038	0,606	0,038	1,039	
		A/C	0,050	0,067	0,167	0,200	0,250	0,500	0,100	0,100	0,050	0,050	0,005	0,025	0,800	0,500	0,727	
		B/C	0,660	0,880	2,200	2,640	3,300	1,320	0,620	2,270	0,660	0,660	0,660	0,660	1,320	13,200	0,700	
Đáng giá		Đáng giá khả năng sử dụng đồng đều	3	3,5	3,2	3,3	3,5	3,5	5,8	3,6	3,1	3,0	5,3	4,2	4,8	3,2	5,1	
		Tác dụng bảo vệ chống UV	4	3	4	4	1	3	1	3	4	4	4	4	3	1	2	
		Tính lan tỏa và ở	4,1	4,3	4,6	4,8	4,8	4,1	3,8	4,5	4	4,1	4,1	4,2	4	4,4	3,8	

lại trên da																		
Cảm giác dưỡng ẩm	4,2	4,1	4,3	4,2	4,3	4,6	4,2	4,6	4,2	4,3	4,1	4,2	4,6	4,3	4,5			
Cảm giác dính	4,6	4,6	4,4	4,5	4,4	4	4,5	4,1	4,5	4,4	4,2	4,3	4	4,3	4,2			
Cảm giác rít	4	4,1	4,3	4,8	4,8	4,1	4	4,5	4	4	3,8	4	4	4,8	3,8			

Phương pháp sản xuất

a: Các thành phần (1) đến (8) được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C và được trộn đều.

b: Các thành phần (9) đến (15) được trộn đều ở nhiệt độ trong phòng (25°C ± 3°C).

c: Trong khi sản phẩm thu được trong bước b được khuấy, sản phẩm thu được trong bước a được bổ sung dần dần. Hỗn hợp được trộn đều.

d: Hỗn hợp thu được trong bước c được làm mát tới nhiệt độ trong phòng.

Các mẫu của các ví dụ 2 đến 16 thu được các điểm tốt trong toàn bộ đánh giá về tính lan tỏa và ở lại trên da, cảm giác dưỡng ẩm, không có cảm giác dính, và không có cảm giác rít. Mặc dù các mẫu của các ví dụ có khả năng bảo vệ chống UV thấp hơn được so sánh với mẫu của ví dụ tham khảo 1 trong thử nghiệm khả năng bảo vệ chống UV trong bảng 2 có thể được ưu tiên sử dụng làm mỹ phẩm chống nắng được sử dụng hằng ngày mà không cần khả năng bảo vệ chống UV.

Sau đây, Ví dụ công thức của chế phẩm nhũ tương theo sáng chế sẽ được đưa ra. Công thức được mong đợi là tan tỏa và lưu lại tốt, làm giảm cảm giác rít và dính, có tính ổn định và khả năng bảo vệ chống UV tốt, và còn cho tác dụng dưỡng ẩm tốt.

Ví dụ công thức 1 (mỹ phẩm chống nắng dầu trong nước)

Các thành phần	Lượng (% khối lượng)
[Thành phần (A)]	
Polyoxyetylen (2) behenyl ete	1

[Thành phần (B)]	
2-Etylhexyl p-metoxyxinamat	8,0
Octyldodexyl myristat	1,0
Dimetylpolysiloxan (6 mm^2/s)	4,5
[Thành phần (C)]	
Bột kẽm oxit dạng bông được xử lý bề mặt với octyltrietoxysilan (Ví dụ điều chế 1)	4,0
Bột kẽm oxit hạt mịn được xử lý bề mặt với metyl hydro polysiloxan (Ví dụ điều chế 2)	5,0
[Thành phần (D)]	
(Natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme	2,5
Gôm xanthan	0,1
Axit hyaluronic	0,1
[Thành phần (F)]	
Glyxerin	0,5
1,3-Butylen glycol	1,5
[Thành phần (E)]	10
Etanol	
[Các thành phần khác]	
Dinatri edetat	0,02
Phenoxyetanol	0,1
Phần chiết Alga (được sản xuất bởi Maruzen	0,1

Pharmaceuticals Co., Ltd.; Phần chiết Alga M)	
Collagen thủy phân (được sản xuất bởi Seiwa Kasei Co., Ltd.; PROMOIS WU-32R)	0,1
Phần chiết sữa ong chúa (được sản xuất bởi Ichimaru Pharcos Co., Ltd.; Phần chiết sữa ong chúa)	0,1
Job's tears (*Coix lacryma-jobi* var. *ma-yuen*) phần chiết hạt (được sản xuất bởi Maruzen Pharmaceuticals Co., Ltd.; Coix Seed Extract BG-S)	0,1
Firethorn (*Pyracantha fortuneana*) phần chiết (được sản xuất bởi Maruzen Pharmaceuticals Co., Ltd.; Firethorn)	0,1
Cải xoong (*Nasturtium oficinale*) phần chiết (được sản xuất bởi Silab; NướcCress-KB)	0,1
Nước tinh khiết	Cân bằng

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước chứa các thành phần (A) đến (C) sau đây:

(A) polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete có nhóm alkyl hoặc alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và có số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn,

(B) dầu lỏng, và

(C) bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước,

trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần(C), (A/C), là 0,01 hoặc nhiều hơn và 0,7 hoặc ít hơn.

2. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm 1, trong đó lượng của thành phần (C) so với tổng lượng của chế phẩm là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn và 30% khối lượng hoặc ít hơn.

3. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm 1 hoặc 2, trong đó thành phần (C) là sản phẩm kỵ nước của một hoặc hai hoặc nhiều bột oxit kim loại được chọn từ nhóm bao gồm kẽm oxit, titan dioxit, và xeri oxit.

4. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó việc xử lý kỵ nước của bột oxit kim loại hạt mịn là ít nhất một cách xử lý bề mặt được chọn từ cách xử lý bề mặt sử dụng silicon hoặc nhựa silicon và cách xử lý bề mặt sử dụng metyl hydro polysiloxan.

5. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó thành phần (B) chứa chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng và dầu dùng cho mỹ phẩm.

6. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm 5, trong đó chất hấp thụ tia cực tím hữu cơ lỏng ít nhất là một trong số các chất được chọn từ nhóm bao gồm 2-etylhexyl p-metoxyxinamat, 2-etoxyetyl p-metoxyxinamat, hỗn hợp este của axit isopropyl p-metoxyxinamat-diisopropyl xinamic, metyl bis(trimetylsiloxy)silylisopentyl trimetoxyxinamat, amyl p-dimetylaminobenzoat, 2-etylhexyl p-dimetylaminobenzoat, etylen glycol salixylat, 2-etylhexyl salixylat, benzyl salixylat, homomenthyl salixylat, octocrylen, và dimethicodietyl benzalmalonat.

7. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó lượng của thành phần (B) so với tổng lượng của chế phẩm là 0,5% khối lượng hoặc nhiều hơn và 30% khối lượng hoặc ít hơn.

8. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó chế phẩm còn chứa (D) polyme tan trong nước.

9. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm 8, trong đó thành phần (D) là một hoặc hai hoặc nhiều polyme được chọn từ nhóm bao gồm carboxyvinyl polyme, axit acrylic-alkyl metacrylat copolyme, gôm xanthan, hydroxypropylmetylxenluloza, polyacrylamit, (natri acrylat/natri acryloyldimetyl taurat) copolyme, và axit hyaluronic hoặc muối kim loại kiềm của nó.

10. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), là 0,02 hoặc nhiều hơn và 1 hoặc ít hơn.

11. Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó chế phẩm nhũ tương dầu trong nước có kích thước hạt nhũ hóa trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 30 μm.

12. Phương pháp sản xuất chế phẩm nhũ tương dầu trong nước, bao gồm bước hòa tan thành phần pha dầu chứa các thành phần (A) đến (C) sau đây bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ vượt quá 45°C và bước nhũ hóa thành phần pha dầu với thành phần pha nước có nhiệt độ từ 15 đến 40°C:

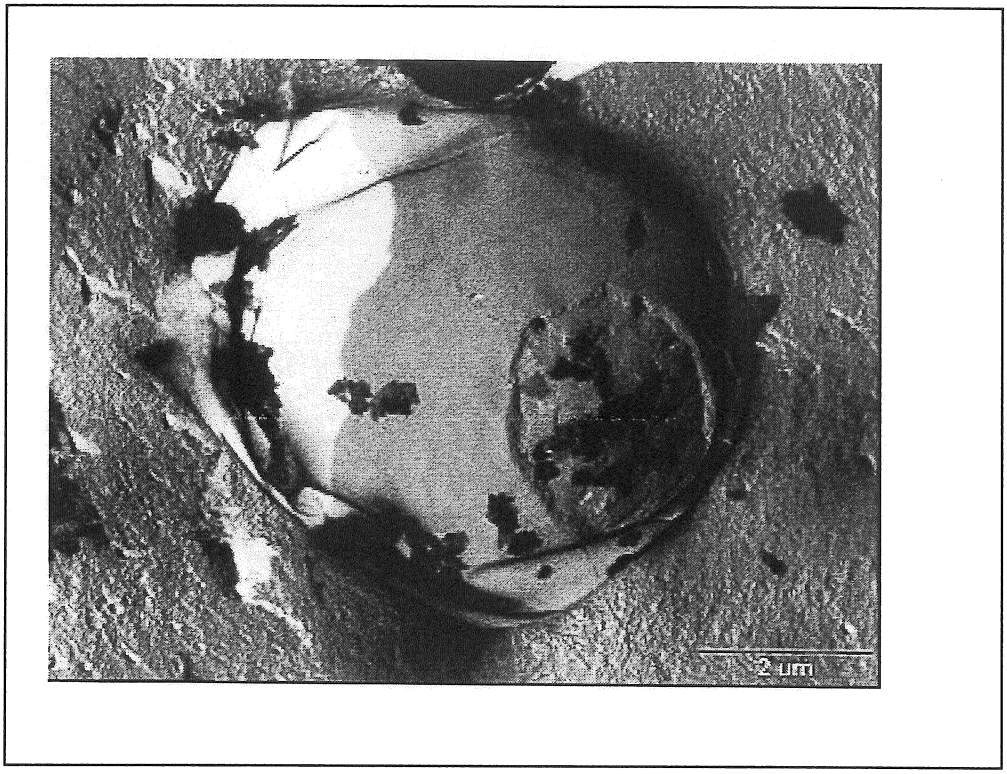
(A) polyoxyetylen alkyl hoặc alkenyl ete có nhóm alkyl hoặc alkenyl có 20 hoặc nhiều hơn và 24 hoặc ít hơn nguyên tử cacbon và có số mol trung bình của etylen oxit được bổ sung là 1,5 hoặc nhiều hơn và 4 hoặc ít hơn,

(B) dầu lỏng, và

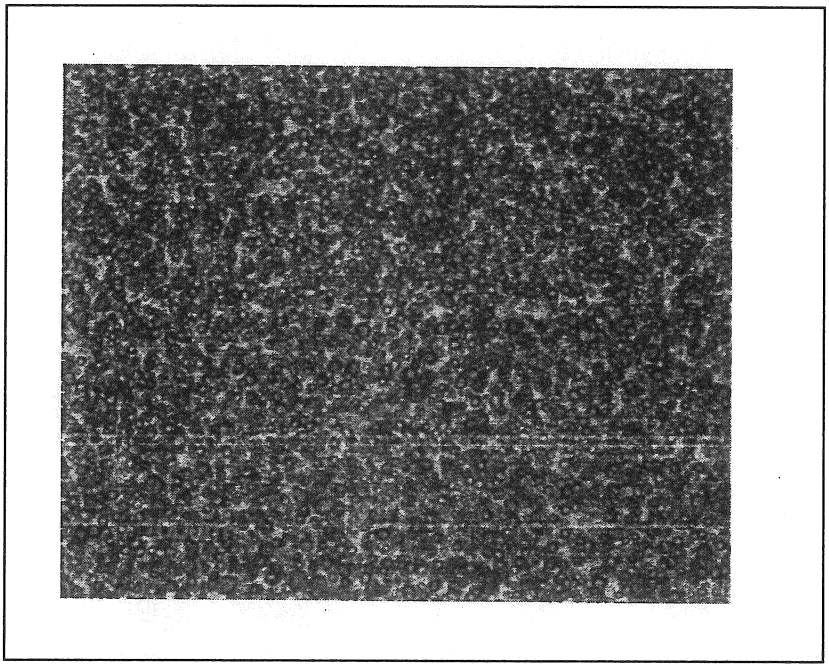
(C) bột oxit kim loại hạt mịn kỵ nước.

13. Phương pháp sản xuất chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo điểm 12, trong đó bước nhũ hóa được thực hiện bằng cách bổ sung dần dần thành phần pha dầu vào thành phần pha nước.

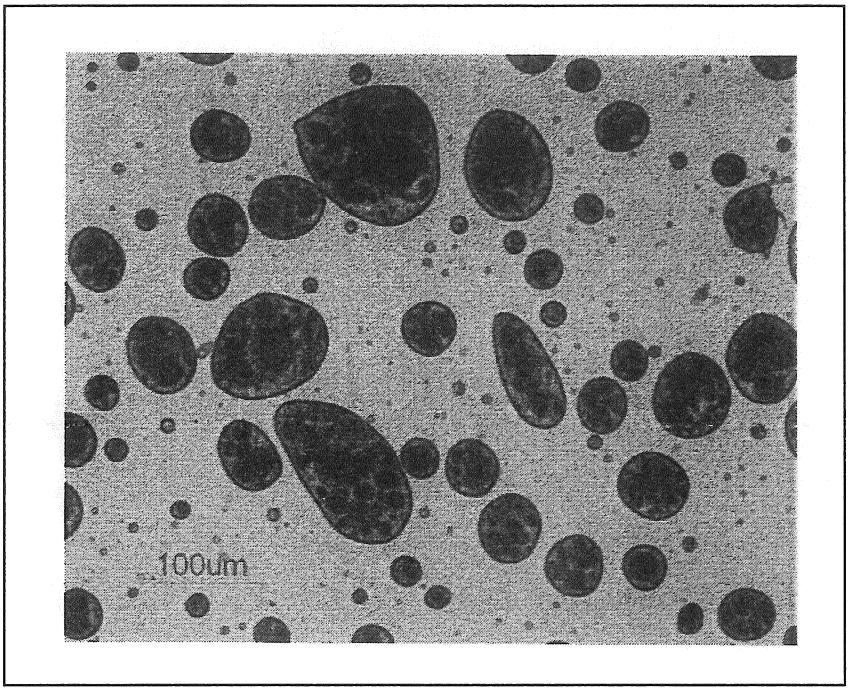
Hình 1



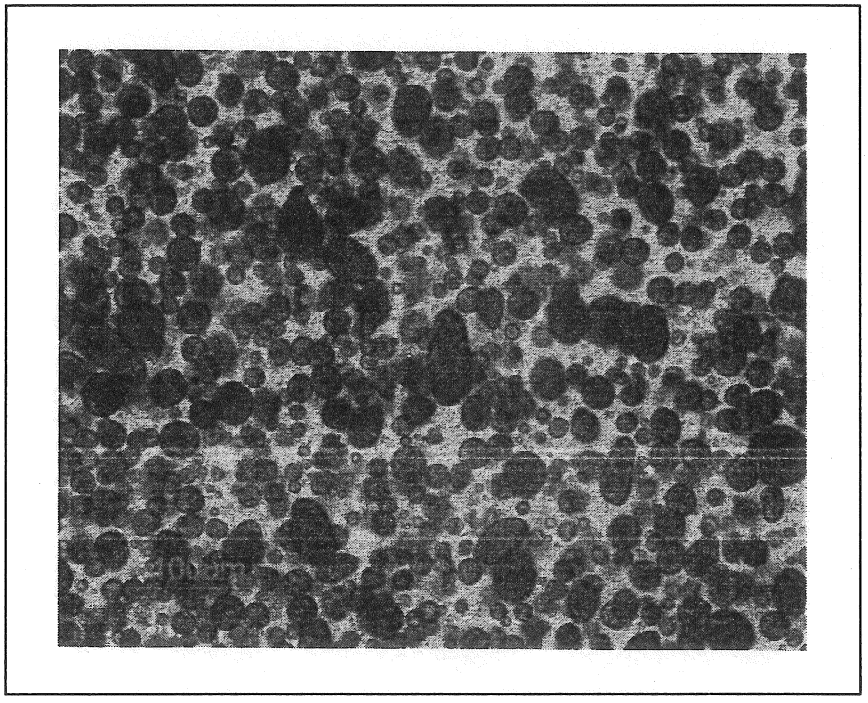
Hình 2



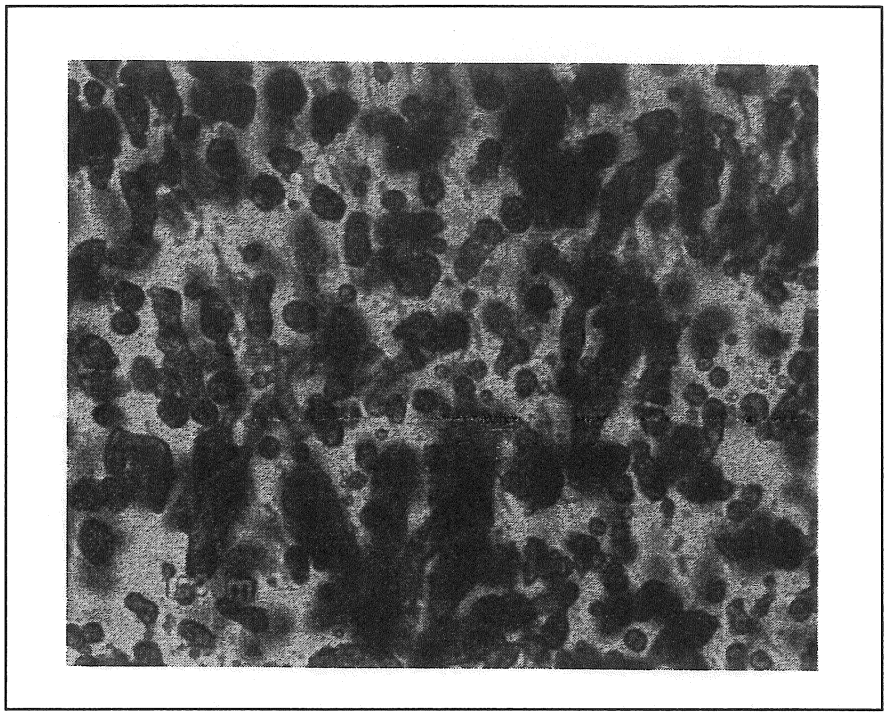
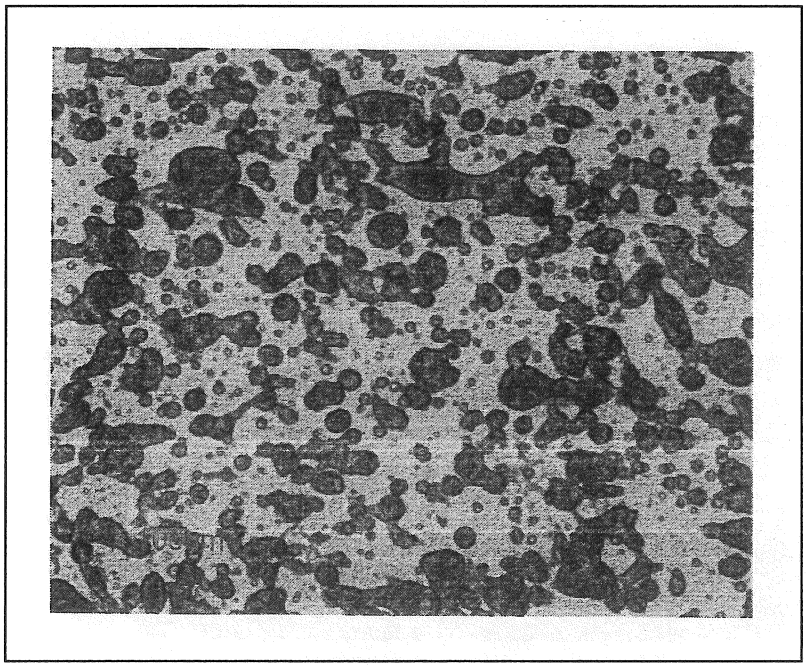
Hình 3



Hình 4



Hình 5



Hình 6