



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0023525

(51)⁷ A61K 8/81; A61K 8/45; A61Q 5/12; (13) B
A61Q 1/02; A61Q 19/00; A61Q 5/06;
A61K 8/34; A61K 8/86

(21) 1-2017-00663

(22) 30/06/2015

(86) PCT/JP2015/068861 30/06/2015

(87) WO2016/021338 11/02/2016

(30) 2014-160441 06/08/2014 JP

(45) 27/04/2020 385

(43) 25/05/2017 350A

(73) SHISEIDO COMPANY, LTD. (JP)

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

(72) SUGIYAMA, Yuki (JP); SHIRAKAMI, Hirohito (JP); MIYAZAWA, Kazuyuki (JP)

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NGUYÊN LIỆU THÔ DÙNG CHO MỸ PHẨM

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm chứa thể phân tán microgel loại nhân-vành bao gồm bước: trùng hợp gốc của monome phân tử lớn polyetylen oxit được biểu thị bằng công thức (1), monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức (2), và monome liên kết ngang được biểu thị bằng công thức (3) trong các điều kiện xác định, gồm: (A) tỷ lệ mol giữa monome phân tử lớn polyetylen oxit nêu trên và các monome kỵ nước nêu trên là nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/250 (mol/mol), (B) các monome liên kết ngang nêu trên chiếm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5% khối lượng tính theo các monome kỵ nước nêu trên, (C) monome kỵ nước nêu trên là chế phẩm monome gồm ít nhất một axit metacrylic được chọn từ nhóm gồm các dẫn xuất của axit metacrylic mà có các nhóm alkyl có 1 đến 8 nguyên tử cacbon, (D) dung môi được sử dụng để trùng hợp là dung môi hỗn hợp gồm nước và polyol mà là ít nhất một polyol được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, và isopren glycol, và (E) dung môi hỗn hợp gồm nước và polyol này có tỷ lệ % khối lượng nước/polyol nằm trong khoảng từ 90/10 đến 10/90 ở 20°C.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm, và cụ thể là, sáng chế đề cập đến nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm mà có thể tạo ra mỹ phẩm có độ ổn định tuyệt vời và cảm giác khi sử dụng tuyệt vời, và không gây kích ứng da, và phương pháp sản xuất nguyên liệu thô này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Để phân tán một cách ổn định một chất lỏng nhất định vào một chất lỏng khác, tức là, như khái niệm truyền thống về sự nhũ hóa, cần phải bổ sung chất hoạt động bề mặt (chất nhũ hóa). Chất nhũ hóa này có cấu trúc phân tử lưỡng ái nghĩa là gồm cả gốc phân cực (ưa nước) và gốc không phân cực (kỵ nước) trong phân tử của nó, các gốc này xa cách nhau trong không gian.

Các nhũ tương dầu trong nước được sử dụng trong mỹ phẩm cho phép các thành phần nước và các thành phần dầu được trộn lẫn với nhau một cách ổn định nhờ tác dụng nhũ hóa của chất hoạt động bề mặt thêm vào. Nghĩa là, các giọt chất lỏng được phân tán mịn của pha dầu được bao quanh bằng vỏ chất nhũ hóa và pha bên ngoài là pha nước là pha liên tục; đây được cho là lý do của cảm giác sử dụng ưu việt tạo ra sự tươi mát như sương.

Mặt khác, với sự gia tăng số người tiêu dùng quan tâm hơn đến tầm quan trọng của độ an toàn, một số người dùng rất nhạy cảm yêu cầu nhũ tương dầu trong nước không có chất hoạt động bề mặt mà có thể gây kích ứng hoặc nhũ tương dầu trong nước có hàm lượng chất hoạt động bề mặt đủ thấp để tránh sự gây kích ứng này.

Nhũ tương được điều chế bằng cách hấp thụ bột lên bề mặt chung, mà không sử dụng chất hoạt động bề mặt, thường được biết là nhũ tương Pickering.

Trong những năm đầu 1900, Pickering đã điều chế các nhũ tương parafin/nước mà được ổn định hóa đơn giản bằng cách bổ sung chất rắn dạng keo như đồng sulfat bazơ, sắt sulfat bazơ, hoặc muối với kim loại của axit sulfuric. Do

đó, loại nhũ tương này được gọi là nhũ tương Pickering. Pickering đã nêu các điều kiện đối với độ ổn định của loại nhũ tương này là như sau. (1) Các hạt rắn là thích hợp để ổn định hóa chỉ khi chúng nhỏ hơn đáng kể so với các giọt lỏng ở pha bên trong và chúng không có xu hướng tạo thành các khối kết tụ. (2) Một trong số các tính chất quan trọng của chất rắn dạng keo ổn định hóa nhũ tương là khả năng thấm ướt của nó. Để nhũ tương O/W (dầu/nước) được ổn định hóa, chất rắn dạng keo phải có khả năng thấm ướt bằng nước nhiều hơn, ví dụ, bằng dầu.

Các nhũ tương Pickering ban đầu lộ diện nhờ các hiệu ứng thứ cấp không mong muốn trong nhiều trường hợp trong các quy trình công nghiệp như quy trình thu hồi thứ cấp dầu mỏ, quy trình chiết bitum từ cát dầu nặng, và các quy trình tách khác liên quan đến hai loại chất lỏng không trộn lẫn và các hạt rắn phân tán mịn. Do đó, việc khảo sát các hệ tương ứng như hệ dầu/nước/muối hoặc dầu/nước/bụi đá phiến là tiêu điểm ban đầu của nghiên cứu này.

Các nhũ tương Pickering có thể được thấy trong nhiều quy trình tự nhiên và công nghiệp như quy trình thu hồi dầu thô, tách dầu, quy trình sản xuất mỹ phẩm, và quy trình xử lý nước thải.

Nhiều kết quả nghiên cứu đã được báo cáo khi điều chế các nhũ tương Pickering (ví dụ, tài liệu không phải là sáng chế 1), và ứng dụng của nó cũng đã được đề xuất trong lĩnh vực nước hoa và mỹ phẩm (các tài liệu sáng chế 1 đến 3).

Tuy nhiên, rất khó điều chế được nhũ tương Pickering dầu trong nước mà có thể thỏa mãn tính ổn định theo nhiệt độ và tính ổn định khuấy trong các môi trường khác nhau, mà chủ yếu là khi sử dụng các nhũ tương này làm nước hoa và mỹ phẩm. Ví dụ, trong trường hợp nhũ tương Pickering dầu trong nước như nêu trên, bột thường được hấp thụ lên bề mặt chung và phân tán một cách ổn định các hạt được nhũ hóa trong nhũ tương này nhưng, khi nhũ tương này được khuấy khi nó được vận chuyển, các hạt được nhũ hóa va chạm với nhau và tạm thời biến đổi để lộ ra bề mặt chung trên đó bột không được hấp phụ. Các bề mặt chung bị lộ ra này đôi khi kết lại gây ra sự kết tụ. Do đó, về mặt tính ổn định nhũ hóa, các nhũ tương Pickering dầu trong nước thông thường hầu như không thể sử dụng được làm các sản phẩm như mỹ

phẩm.

Gần đây, đã có công bố rằng chế phẩm nhũ tương dầu trong nước ổn định có thể thu được bằng cách sử dụng kết hợp chất hoạt động bề mặt cation cụ thể, rượu polyhydric, và bột để nhũ hóa pha dầu chứa lipid lưỡng ái như xeromit (xem tài liệu sáng chế 4).

Tuy nhiên, tài liệu sáng chế 4 yêu cầu chất lưỡng ái, mà tạo ra cấu trúc tinh thể lỏng (gel) với chất hoạt động bề mặt để ổn định hóa hệ này, nhưng có xu hướng có sự dính nhót khi sử dụng. Kỹ thuật bổ sung lượng rất nhỏ chất lưỡng ái đã được báo cáo (ví dụ, tài liệu phi sáng chế 2), nhưng khó thu được cái gọi là đủ ổn định đối với nước hoa và mỹ phẩm; ngoài ra, còn có vấn đề mới phát sinh về mặt cảm giác sử dụng như sự dính nhót của sản phẩm do chất lưỡng ái này.

Tương tự, tài liệu sáng chế 5 cũng bộc lộ rằng nhũ tương dầu trong nước mà có tính ổn định nhũ hóa ưu việt, không có sự dính nhót và giảm kích ứng, có thể thu được bằng cách bổ sung lượng cụ thể bột, các thành phần pha dầu, các thành phần pha nước, và chất hoạt động bề mặt cation chứa các alkyl hai chuỗi. Trong sáng chế được mô tả trong tài liệu sáng chế 5, đã phát hiện ra rằng, bằng cách đưa bước xử lý hoạt tính bề mặt cation đối với bột vào quy trình điều chế nhũ tương dầu trong nước, chế phẩm nhũ tương dầu trong nước này có thể thu được một cách dễ dàng.

Tuy nhiên, bột được sử dụng làm chất nhũ hóa trong các nhũ tương Pickering này chủ yếu là bột vô cơ (tài liệu sáng chế 1: các hạt polyalkylsilsesquioxan, tài liệu sáng chế 2: oxit kim loại, tài liệu sáng chế 3: silic oxit/titan dioxit/kẽm oxit, tài liệu sáng chế 4: bột vô cơ và tài liệu sáng chế 5: titan dioxit, sắt oxit đỏ, sắt oxit vàng, sắt oxit đen, và nhôm oxit hạt mịn được làm kỵ nước) và khả năng nhũ hóa của các bột này là kém hơn khả năng nhũ hóa của các chất hoạt động bề mặt, do đó tỷ lệ trộn phải là cao hơn tỷ lệ trộn đối với các chất hoạt động bề mặt thông thường.

Kết quả là, cảm giác rít và bột từ việc sử dụng bột và màu trắng bột sau khi bôi không thể tránh được, và do đó hầu hết các chế phẩm này là kém hơn về mặt cảm giác khi sử dụng.

Tài liệu sáng chế 6 bộc lộ các nhũ tương Pickering sử dụng các hạt hữu cơ hình cầu làm chất nhũ hóa; nhưng tỷ lệ trộn cần thiết, kết hợp với organopolysiloxan giống chất đàn hồi, là 10% hoặc cao hơn và cảm giác bột không được giảm nhiều.

Tài liệu sáng chế 7 bộc lộ rằng nhũ tương monome kỵ nước (nhũ tương Pickering) có thể thu được bằng cách sử dụng hydrophobin làm chất nhũ hóa. Tài liệu phi sáng chế 3 báo cáo rằng nhũ tương Pickering có thể thu được bằng cách sử dụng flavonoid làm chất nhũ hóa. Tuy nhiên, việc sử dụng các flavonoid và các protein như hydrophobin làm tăng mối quan tâm về sự dị ứng và các yếu tố tương tự, và do đó có nhiều vấn đề khi sử dụng các dạng điều chế này ở bên ngoài.

Kết quả của việc khảo sát dựa trên các trường hợp nêu trên là, microgel loại nhân-vành (core-corona) có thể được liệt kê làm chất nhũ hóa cho chế phẩm nhũ tương dầu trong nước. Tài liệu patent 8 đã bộc lộ rằng có thể tạo ra chế phẩm nhũ tương dầu trong nước có độ ổn định nhũ tương tuyệt vời, giảm cảm giác dính nhót, giảm sự kích ứng da, và giảm cảm giác bột và cọ xát do bột, bằng cách sử dụng microgel loại nhân-vành làm chất nhũ hóa. Microgel loại nhân-vành không chỉ làm chất nhũ hóa của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước. Chất làm đục để tạo mỹ phẩm trắng đục được đề xuất trong tài liệu sáng chế 9, và chất bao nang dựa trên khả năng trương nở với dung môi hữu cơ được đề xuất trong các tài liệu sáng chế 10 và 11.

Các phương pháp điều chế microgel loại nhân-vành được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 8 đến 11 và được báo cáo trong tài liệu phi sáng chế 4. Tất cả các chất này đều thu được bằng cách trùng hợp gốc đối với monome phân tử lớn polyetylen oxit cụ thể, monome kỵ nước cụ thể, và monome liên kết ngang cụ thể trong dung môi hỗn hợp nước-etanol. Chất lỏng phân tán được thay thế bằng nước bằng cách thẩm tách dung dịch polyme thu được ra khỏi nước.

Tuy nhiên, xét về việc ứng dụng microgel loại nhân-vành làm chất nhũ hóa, chất làm đục, hoặc chất bao nang, quy trình tinh chế bằng cách thẩm tách là không thích hợp trên quy mô công nghiệp. Trong quy trình loại bỏ dung môi bằng cách gia nhiệt, bay hơi, v.v., sự kết tụ/dung hợp các hạt mịn polyme của microgel loại nhân-vành trở thành mối quan tâm, và quy trình này không thích hợp ở mức sản xuất

khối lượng lớn trong công nghiệp.

Do đó, dung dịch polyme thu được nguyên dạng có thể được xem xét để sử dụng làm thể nguyên liệu thô. Trong dung dịch polyme, microgel loại nhân-vành đã được trùng hợp, các monome còn sót, và dung môi trùng hợp được chứa trong đó; nếu các điều kiện trùng hợp là đủ tối ưu và lượng các monome còn sót có thể được giảm xuống, thì có thể sử dụng dung dịch polyme này dưới dạng nguyên dạng làm thể nguyên liệu thô.

Công bố đơn quốc tế số WO 2013/094298 bộc lộ chất nhũ hóa microgel loại nhân-vành được tạo thành từ copolyme thu được bằng cách polyme hóa monome oxit polyetylen loại lớn, monome kỵ nước và monome liên kết ngang trong điều kiện cụ thể. Tài liệu này còn bộc lộ chế phẩm nhũ tương dầu-trong-nước được đặc trưng bởi chất nhũ hóa microgel loại nhân-vành được sử dụng để nhũ hóa chế phẩm nhũ tương dầu-trong-nước này.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số JP2006 160725 A bộc lộ mỹ phẩm có độ đục mỹ mãn và còn có độ bền bảo quản tuyệt vời chứa copolyme thu được bằng cách polyme hóa monome oxit polyetylen loại lớn cụ thể với monome kỵ nước và monome có thể liên kết ngang được.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số JP2006 161026 A bộc lộ microgel trương nở được trong dung môi hữu cơ. Microgel trương nở được trong dung môi hữu cơ này gồm có copolyme thu được bằng cách polyme hóa (1) monome oxit polyetylen loại lớn cụ thể với (2) monome kỵ nước cụ thể và (3) monome có thể liên kết ngang được cụ thể và thu được bằng cách thực hiện việc polyme hóa gốc các monome từ (1) đến (3) nêu trên trong hỗn hợp dung môi nước-etanol trong điều kiện (A), (B) và (C) sau. (A) Monome oxit polyetylen loại lớn và monome kỵ nước được nạp với tỷ lệ từ (1:10) đến (1:250). (B) Lượng nạp của monome có thể liên kết ngang được là từ 0,1-1,5% khối lượng tính theo lượng nạp của monome kỵ nước. (C) Hỗn hợp dung môi nước-etanol có mặt với tỷ lệ nước:etanol là (90-30):(10-70) (tỷ lệ thể tích ở 20°C).

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số JP2006 161027 bộc lộ microgel

trương nở được trong dung môi hữu cơ và phương pháp sản xuất microgel này. Microgel trương nở được trong dung môi hữu cơ này gồm có copolyme thu được bằng cách polyme hóa gốc monome oxit polyetylen loại lớn cụ thể với hai loại monome kỵ nước cụ thể và monome có thể liên kết ngang được cụ thể trong hỗn hợp dung môi nước-etanol trong điều kiện (A), (B) và (C) sau. (A) Hỗn hợp gồm các monome kỵ nước là chế phẩm thu được bằng cách trộn metyl metacrylat với dẫn xuất axit metacrylic chứa alkyl có từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon với tỷ lệ mol là (90-10):(10-90). (B) Monome oxit polyetylen loại lớn và monome kỵ nước được nạp với tỷ lệ từ (1:10) đến (1:250). (C) Lượng nạp của monome có thể liên kết ngang được là từ 0,1-1,5% khối lượng tính theo lượng nạp của monome kỵ nước. (C) Hỗn hợp dung môi có mặt với tỷ lệ nước:etanol là (90-30):(10-70) (tỷ lệ thể tích ở 20°C).

Tuy nhiên, như được mô tả trên đây, dung môi trùng hợp đối với microgel loại nhân-vành thường là dung môi hỗn hợp nước-etanol. Nếu dung dịch polyme này được sử dụng dưới dạng nguyên dạng làm thể nguyên liệu thô, thì nồng độ etanol cao luôn có trong thể nguyên liệu thô này. Kết quả là, etanol cũng được chứa trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước và trong mỹ phẩm trắng đục khi nó được trộn dưới dạng nguyên liệu thô.

Etanol thường được dùng làm dung môi có khả năng cung cấp các tác dụng khác nhau như làm sạch, khử trùng, làm se, và làm hòa tan trong mỹ phẩm. Mặt khác, phản ứng quá mức bị cảm ứng trên da tùy thuộc vào nồng độ và thành phần trộn, và etanol đôi khi trở thành nguyên nhân của sự tấy đỏ, sự ngứa, cảm giác nóng rát, v.v. Các chế phẩm không chứa etanol được thể hiện dưới các thuật ngữ “không cồn” hoặc “không rượu” có thể được cung cấp cho người dùng có da phản ứng quá mức đối với sự kích ứng này (da nhạy cảm). Tuy nhiên, nếu etanol được chứa trong các nguyên liệu thô thì không thể sản xuất được các chế phẩm này.

Tài liệu sáng chế 1: công bố patent Nhật Bản số 2656226.

Tài liệu sáng chế 2: công bố đơn yêu cầu cấp patent chưa được thẩm định quốc tế số 2001-518111.

Tài liệu patent 3: công bố đơn yêu cầu cấp patent chưa được thẩm định quốc tế số 2007-332037.

Tài liệu sáng chế 4: công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản chưa được thẩm định số 2006-36763.

Tài liệu sáng chế 5: công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản chưa được thẩm định số 2008-291026.

Tài liệu sáng chế 6: công bố đơn yêu cầu cấp patent chưa được thẩm định quốc tế số H11-158030.

Tài liệu sáng chế 7: công bố đơn yêu cầu cấp patent chưa được thẩm định quốc tế số 2009-501256.

Tài liệu sáng chế 8: công bố patent Nhật Bản số 5207424.

Tài liệu sáng chế 9: công bố patent Nhật Bản số 4577721.

Tài liệu sáng chế 10: công bố đơn yêu cầu cấp patent chưa được thẩm định quốc tế số 2006-161026.

Tài liệu sáng chế 11: công bố đơn yêu cầu cấp patent chưa được thẩm định quốc tế số 2006-161027.

Tài liệu phi sáng chế 1: Binks et. al, Advances in Colloid and Interface Science, 100-102 (2003).

Tài liệu phi sáng chế 2: Mukul M, Sharma et. al, Journal of Colloid and Interface Science, 157, 244-253 (1993).

Tài liệu phi sáng chế 3: J. Agric. Food Chem., 59, 263-2645 (2011).

Tài liệu phi sáng chế 4: J. Colloid Interface Sci., 274, 49 (2004).

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế được tạo ra dựa trên tình trạng kỹ thuật nêu trên. Mục đích của sáng chế là phát triển phương pháp sản xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm và tạo ra mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước và mỹ phẩm trắng đục mà không gây kích ứng da, có độ ổn định tuyệt vời, và giảm cảm giác dày đặc và cảm giác bột khi sử dụng.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm bao gồm thể phân tán microgel loại nhân-vành bao gồm các bước:

trùng hợp gốc:

monome phân tử lớn polyetylen oxit có công thức hóa học (1);

monome kỵ nước có công thức hóa học (2), và

monome liên kết ngang có công thức hóa học (3);

trong đó:

(A) tỷ lệ mol giữa lượng mol polyetylen oxit cấp vào và lượng mol các monome kỵ nước cấp vào là nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/250 (mol/mol);

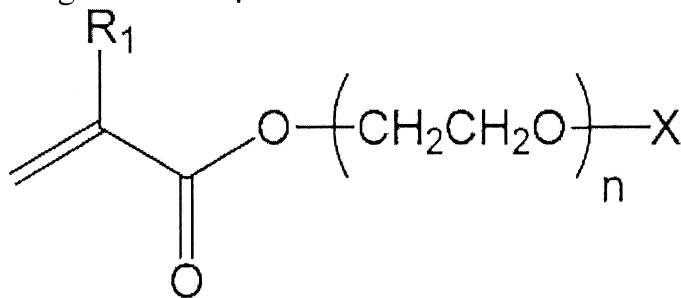
(B) các monome liên kết ngang nêu trên nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5% khối lượng so với các monome kỵ nước nêu trên;

(C) monome kỵ nước nêu trên là chế phẩm monome chứa ít nhất một axit metacrylic được chọn từ nhóm gồm các dẫn xuất của axit metacrylic mà có các nhóm alkyl có 1 đến 8 nguyên tử cacbon;

(D) dung môi được sử dụng để trùng hợp là dung môi hỗn hợp gồm nước và polyol mà là ít nhất một polyol được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, và isopren glycol, và

(E) dung môi hỗn hợp gồm nước và polyol này có tỷ lệ nước/polyol nằm trong khoảng từ 90/10 đến 10/90 % theo khối lượng ở 20°C; và ngoài ra trong đó:

Công thức hóa học 1:

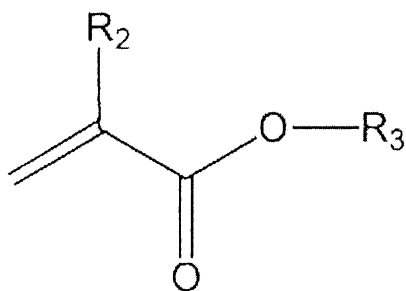


(1)

trong đó R_1 là nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và n là số nằm trong khoảng từ 8 đến 200, và

X là H hoặc CH_3 ;

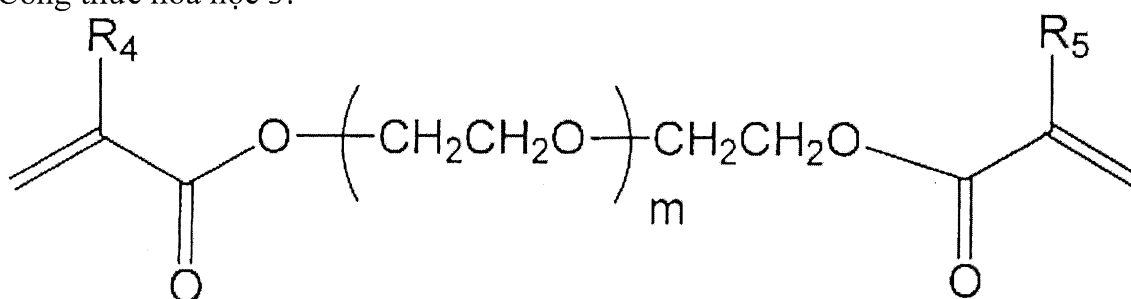
Công thức hóa học 2:



(2)

trong đó R_2 là nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và R_3 là nhóm alkyl có 1 đến 12 nguyên tử cacbon;

Công thức hóa học 3:



(3)

trong đó R_4 và R_5 lần lượt là các nhóm alkyl độc lập có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và

m là số từ 0 đến 2.

Tốt hơn nếu nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm này không chứa etanol.

Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế đề xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm mà với nó có thể dễ dàng thu được mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước và mỹ phẩm trắng đục có độ ổn định tuyệt vời và có cảm giác khi sử dụng tuyệt vời và không có kích ứng đối với da.

(1) Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm thu được bằng phương pháp sản xuất theo sáng chế này có thể được trộn, mà không cần tinh chế, vào mỹ phẩm hướng đến tất cả các loại da. Cụ thể là, khi được trộn trong mỹ phẩm loại dùng cho da nhạy cảm, có thể dễ dàng thu được mỹ phẩm không có sự kích ứng da.

(2) Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế làm chất nhũ hóa trộn trong mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước có các tính chất nhũ hóa ưu việt. Thậm chí nếu lượng trộn nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm là nhỏ thì vẫn có thể thu được chế phẩm nhũ tương dầu trong nước tốt. Tương tự, thậm chí nếu tỷ lệ các thành phần pha dầu/các thành phần pha nước là cao (lượng các thành phần pha dầu là lớn) thì vẫn có thể thu được chế phẩm nhũ tương dầu trong nước tốt.

(3) Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế làm chất nhũ hóa trộn trong mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước có tính ổn định nhũ hóa ưu việt. Không giống như các nhũ tương Pickering thông thường, trạng thái nhũ hóa không bị hư hại bằng việc khuấy hay lắc, và tính ổn định theo nhiệt độ cũng tốt vì có sự thay đổi nhỏ về các tính chất vật lý của chất hoạt động bề mặt do nhiệt độ như các nhũ tương thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt thông thường.

(4) Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế làm chất nhũ hóa trộn trong mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước có cảm giác khi sử dụng ưu việt. Cảm giác bột và rít do sử dụng bột, mà được thấy ở các nhũ tương Pickering thông thường, được giảm đi và không có tính dính nhót do chất hoạt động bề mặt, mà có thể thấy ở các nhũ tương thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt thông thường.

(5) Các mỹ phẩm trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế được trộn làm chất làm đục có độ đục trắng tuyệt vời. Ngay cả khi lượng trộn của chất làm đục là nhỏ thì vẫn có thể thu được độ đục trắng tốt.

(6) Các mỹ phẩm trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế được trộn làm chất làm đục có độ ổn định bảo quản tuyệt vời. Nghĩa là, độ đục trắng là ổn định sau khoảng thời gian bảo quản dài.

(7) Các mỹ phẩm trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế được trộn làm chất làm đục có cảm giác khi sử dụng tuyệt vời. Nghĩa là, có cảm giác có sánh nhiều mà không có sự dính nhót. Ngoài ra, quá trình trộn là nhanh, và khi bôi lên da, có tác dụng ngăn chặn ánh sáng không mong muốn.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là hình ảnh minh họa cơ chế tạo ra microgel trong nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

(a) Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm)

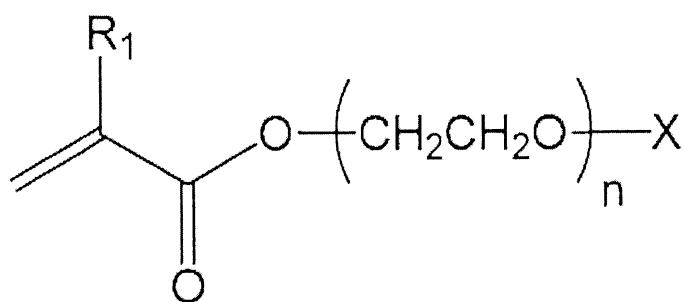
Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế là thể phân tán microgel loại nhân-vành thu được bằng cách trùng hợp gốc, trong các điều kiện cụ thể, đối với các monome được biểu thị bằng các công thức hóa học (1) đến (3) dưới đây.

Đối với các monome phân tử lớn polyetylen oxit có công thức hóa học (1), có thể sử dụng các sản phẩm thương mại có bán trên thị trường của Aldrich hoặc BLEMMER (nhãn hiệu đã đăng ký) được bán bởi NOF Corporation.

Trọng lượng phân tử (tức là, trị số n) của phần polyetylen oxit là nằm trong khoảng $n = 8$ đến 200.

Ví dụ về các monome phân tử lớn này bao gồm BLEMMER (nhãn hiệu đã đăng ký) PME-400, BLEMMER (nhãn hiệu đã đăng ký) PME-1000, và BLEMMER (nhãn hiệu đã đăng ký) PME-4000 của NOF Corporation.

Công thức hóa học 1



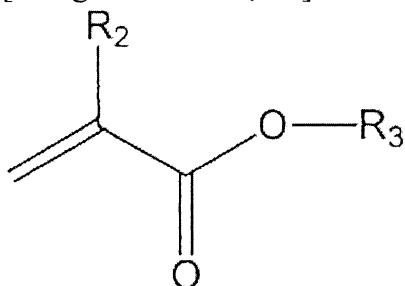
(1)

R_1 là nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và n là số nằm trong khoảng từ 8 đến 200. X là H hoặc CH_3 .

Đối với monome kỵ nước có công thức hóa học (2), có thể sử dụng các sản

phẩm thương mại có bán trên thị trường của Aldrich hoặc Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.

[Công thức hóa học 2]



(2)

R₂ là nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon. R₃ là nhóm alkyl có 1 đến 12 nguyên tử cacbon và tốt hơn nữa là nhóm alkyl có 1 đến 8 nguyên tử cacbon.

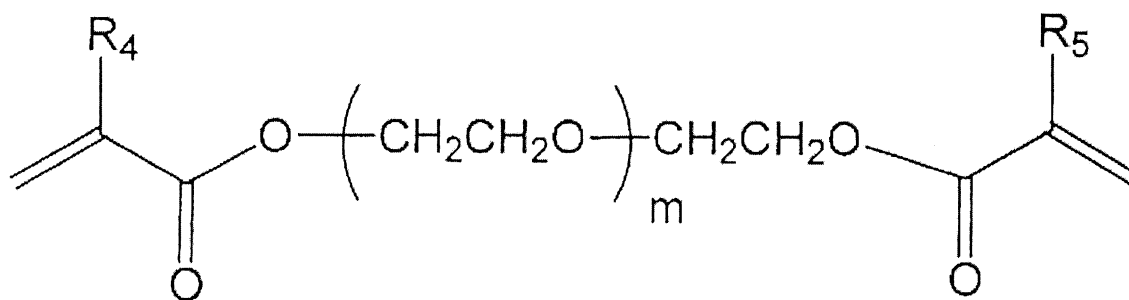
Ví dụ về monome kỵ nước này là metyl acrylat, etyl acrylat, propyl acrylat, butyl acrylat, pentyl acrylat, hexyl acrylat, heptyl acrylat, octyl acrylat, dexyl acrylat, dodexyl acrylat, metyl metacrylat, etyl metacrylat, propyl metacrylat, butyl metacrylat, pentyl metacrylat, hexyl metacrylat, heptyl metacrylat, octyl metacrylat, dexyl metacrylat, và dodexyl metacrylat. Đặc biệt ưu tiên là metyl metacrylat, butyl metacrylat, và tốt hơn là sử dụng octyl metacrylat.

Các monome kỵ nước này là các nguyên liệu thô hàng hóa và chúng cũng có thể dễ dàng thu được dưới dạng các nguyên liệu thô thông thường trong công nghiệp.

Monome liên kết ngang có công thức hóa học (3) có thể thu được dưới dạng sản phẩm có bán trên thị trường hoặc nguyên liệu thô trong công nghiệp. Tốt hơn là monome liên kết ngang này là kỵ nước.

Khoảng trị số m tốt hơn là 0 đến 2. Ví dụ được ưu tiên đặc biệt gồm etylen glycol dimetacrylat (dưới đây đôi khi được viết tắt là EGDMA) của Aldrich và BLEMMER PDE-50 (nhãn hiệu đã đăng ký) của NOF Corporation.

Công thức hóa học 3



(3)

R_4 và R_5 là các nhóm alkyl độc lập có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và m là số từ 0 đến 2.

Chất lỏng phân tán microgel loại nhân-vành, mà là nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế, được điều chế bằng cách đồng trùng hợp các monome nêu trên trong các điều kiện (A) đến (E) dưới đây bằng phương pháp trùng hợp gốc.

(A) tỷ lệ mol giữa lượng mol polyetylen oxit cấp vào/lượng mol các monome kỵ nước cấp vào là nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/250,

(B) lượng các monome liên kết ngang cấp vào là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5% khối lượng tính theo lượng các monome kỵ nước cấp vào,

(C) monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức hỗn hợp (2) dưới đây là chế phẩm monome, trong đó một hoặc nhiều thành phần được chọn từ các dẫn xuất axit metacrylic có các nhóm alkyl có 1 đến 8 nguyên tử cacbon được trộn với nhau,

(D) dung môi trùng hợp là dung môi hỗn hợp nước-polyol, và polyol là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, và isopren glycol, và

(E) thành phần dung môi của dung môi hỗn hợp nước-polyol là nước/ polyol = nằm trong khoảng từ 90/10 đến 10/90 (khối lượng/khối lượng) ở 20°C.

Theo sáng chế, "lượng monome liên kết ngang cấp vào trên lượng monome kỵ nước cấp vào" được định nghĩa như là tỷ trọng liên kết ngang (% theo khối lượng). Do điều kiện (B), tỷ trọng liên kết ngang của microgel loại nhân-vành được sử dụng trong sáng chế, như được định nghĩa như là lượng các monome liên kết ngang cấp vào tính theo lượng monome kỵ nước cấp vào, phải là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5% khối lượng.

(Điều kiện (A))

Đối với lượng mol monome phân tử lớn polyetylen oxit và monome kỵ nước, có thể thực hiện trùng hợp khi tỷ lệ mol giữa lượng mol polyetylen oxit cấp vào/lượng mol các monome kỵ nước cấp vào là nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/250 (tỷ lệ mol) như được quy định trong điều kiện (A). Lượng mol cấp vào tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1/1 đến 1/200 và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1/1 đến 25/100.

Nếu lượng mol monome kỵ nước gấp ít hơn hoặc bằng 10 lần so với lượng mol monome phân tử lớn polyetylen oxit, thì polyme trùng hợp được trở nên hòa tan trong nước và không tạo thành microgel loại nhân-vành. Ngoài ra, nếu lượng mol monome kỵ nước gấp nhiều hơn hoặc bằng 250 lần so với lượng mol monome phân tử lớn polyetylen oxit, thì sự ổn định hóa thể phân tán bằng monome phân tử lớn polyetylen oxit trở nên không đủ, do đó polyme kỵ nước, do monome kỵ nước không hòa tan, có thể kết tụ và kết tủa.

(Điều kiện (B))

Microgel mà phần nhân của nó có polyme kỵ nước liên kết ngang có thể được trùng hợp bằng cách trùng hợp monome liên kết ngang.

Nếu lượng monome liên kết ngang cấp vào là nhỏ hơn 0,1% khối lượng so với lượng monome kỵ nước cấp vào thì tỷ trọng liên kết ngang là thấy và microgel này sẽ vỡ ra khi trương phồng. Nếu lượng này là lớn hơn 1,5% khối lượng, thì sự kết tụ các hạt microgel sẽ diễn ra và không thể trùng hợp các hạt microgel tốt hơn có phổ phân bố cỡ hạt hẹp. Lượng monome liên kết ngang cấp vào tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,8% khối lượng, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,5% khối lượng.

(Điều kiện (C))

Các monome kỵ nước có công thức hóa học (2) tốt hơn là có thành phần monome của hỗn hợp gồm một hoặc nhiều dẫn xuất của axit metacrylic mà có nhóm alkyl có 1 đến 8 nguyên tử cacbon. Nếu số nguyên tử cacbon này là 0 (nếu monome không có đầu liên kết este) thì các monome này có thể là quá ưa nước, không thích

hợp đối với quá trình trùng hợp nhũ hóa tốt. Mặt khác, nếu số nguyên tử cacbon này là lớn hơn hoặc bằng 9 thì sự cản trở không gian xảy ra trong quá trình trùng hợp và cấu trúc liên kết ngang có thể không được tạo ra một cách tốt đẹp.

(Điều kiện (D))

Nhất thiết là, dung môi trùng hợp là dung môi hỗn hợp nước-polyol. Polyol được ưu tiên là loại mà có thể hòa tan monome kỵ nước được biểu thị bằng công thức hóa học (2) và monome liên kết ngang được biểu thị bằng công thức hóa học (3). Nhất thiết là, dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, và isopren glycol được sử dụng trong sáng chế.

Tính đến việc sử dụng dung dịch polyme nguyên dạng làm nguyên liệu thô khả dụng cho quy trình sản xuất công nghiệp mà không cần quy trình tinh chế thêm như quy trình thẩm tách, dung môi được trộn với nước nên không là dung môi hữu cơ như etanol, propanol, hoặc butanol, vì các dung môi này có thể gây ra sự kích ứng khi bôi lên da; do đó polyol mà thường có thể trộn vào mỹ phẩm là sự lựa chọn chắc chắn.

(Điều kiện (E))

Nhất thiết là, tỷ lệ thành phần dung môi của dung môi hỗn hợp nước-polyol, được sử dụng làm dung môi trùng hợp, là nước/polyol nằm trong khoảng từ 90/10 đến 10/90 theo tỷ lệ khối lượng ở 20°C. Tỷ lệ thành phần dung môi của dung môi hỗn hợp nước-polyol, được sử dụng làm dung môi trùng hợp, tốt hơn là nước/polyol nằm trong khoảng từ 90/10 đến 10/90 (% theo khối lượng ở 20°C) và tốt hơn nữa là nước/polyol là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 20/80 (% theo ở 20°C).

Đối với dung môi trùng hợp, nhất thiết là bổ sung polyol để hòa tan đồng đều monome kỵ nước. Tỷ lệ trộn polyol là nằm trong khoảng từ 10 đến 90 (thể tích/thể tích). Nếu thể tích polyol trộn vào là nhỏ hơn 10% thể tích, thì sự hòa tan monome kỵ nước trở nên cực kỳ kém, và quy trình trùng hợp sẽ tiến hành trong tình trạng mà monome như là các giọt, do đó có thể tạo ra các khối không lồ mà không phải là microgel. Nếu thể tích polyol trộn vào vượt quá 90% thể tích, thì nhũ tương của

monome kỵ nước có thể không tạo ra được bằng tương tác kỵ nước, do đó quy trình trùng hợp nhũ tương có thể tiến hành nhưng không thể thu được microgel.

Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm thu được từ đó theo sáng chế không chứa etanol vì dung môi trùng hợp là dung môi hỗn hợp nước-polyol. Bằng việc sử dụng nguyên liệu thô không chứa etanol theo sáng chế, có thể dễ dàng thu được mỹ phẩm không gây kích ứng da cho người sử dụng có da nhạy cảm.

Việc sử dụng các polyol, là nguyên liệu thô được sử dụng rộng rãi trong mỹ phẩm, làm dung môi trùng hợp là không thông thường, và việc sử dụng này hạn chế ở ứng dụng rất đặc biệt như “cho phép dung môi trùng hợp vẫn giữ nguyên dạng như thể nguyên liệu thô” theo sáng chế. Để làm dung môi trùng hợp, các dung môi với độ hòa tan các monome cao thường được chọn; tuy nhiên, nhiều polyol dùng cho mỹ phẩm là kém về mặt này. Ngoài ra, nhiều polyol có độ nhớt cao và có điểm sôi cao, do đó chúng không thích hợp xét về mặt quy trình sản xuất thông thường và quy trình tinh chế (chưng cất, v.v.).

Tuy nhiên, là kết quả của việc khảo sát các dung môi khác nhau của các tác giả sáng chế, polyol được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, và isopren glycol được phát hiện là thích hợp làm dung môi trùng hợp.

Để làm chất khơi mào trùng hợp để sử dụng trong hệ trùng hợp này, có thể dùng các chất khơi mào trùng hợp có bán trên thị trường được sử dụng cho quy trình trùng hợp nhiệt gốc hòa tan trong nước. Với hệ trùng hợp này, có thể thu được các hạt microgel trùng hợp được với phổ phân bố cỡ hạt rất hẹp mà không cần kiểm soát chính xác các điều kiện khuấy.

Các microgel từ các polyme tổng hợp thông thường đều sử dụng các chất điện phân polyme, ví dụ như axit polyacrylic, độ phân tán trong nước của các chất điện phân này lại không có tính kháng axit và/hoặc kháng muối. Tuy nhiên, nếu xem xét các ứng dụng như làm thành phần cho thuốc và/hoặc mỹ phẩm, tính kháng axit và/hoặc tính kháng muối lại là các dấu hiệu rất quan trọng để phù hợp với các điều kiện sinh lý. Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế là microgel được ổn định hóa bằng các chuỗi polyetylen oxit, là polyme không ion, và độ ổn định phân

tán của nó trong nước có thể được kỳ vọng là có tính kháng axit và/hoặc kháng muối.

Phương pháp trùng hợp polyme hạt mịn bằng phương pháp monome phân tử lớn sử dụng các monome phân tử lớn chứa cấu trúc polyme hòa tan trong nước là đã biết, nhưng phương pháp mà sử dụng phương pháp này để liên kết ngang phần nhân bằng các monome liên kết ngang để điều chế microgel là chưa được biết.

Trong microgel được sử dụng trong sáng chế, người ta tin rằng monome phân tử lớn ưa nước và monome kỵ nước được sắp xếp trong dung môi như được thể hiện trên Fig.1 và microgel loại nhân-vành có cỡ hạt hầu như không đổi và phần nhân liên kết ngang được tạo ra.

Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm có thể được trộn trong mỹ phẩm dưới dạng chất làm đục. Độ đục trắng có thể được xác nhận bằng mắt bằng cách trộn chỉ 0,01% (thực lượng) nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế vào nước. Bằng cách trộn nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,1%, có thể thu được độ đục trắng với giá trị L (độ sáng) nằm trong khoảng từ 1 đến 80, đo bằng máy so màu Macbeth.

Theo sáng chế, mỹ phẩm trắng đục có nghĩa là mỹ phẩm mà diện mạo của nó có thể được nhận diện bằng mắt là đục. Giá trị L tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 90.

Việc điều chỉnh sự cân bằng chất hoạt động bề mặt và dầu trong mỹ phẩm trắng đục bằng kỹ thuật thông thường là rất khó khăn, và việc sản xuất ra mỹ phẩm trắng đục ổn định cũng là rất khó khăn. Ngoài ra, các chất hoạt động bề mặt và các dầu mà mỹ phẩm trắng đục có thể được điều chế ra từ đó là giới hạn; kết quả là, khó thu được mỹ phẩm trắng đục có cảm giác khi sử dụng tuyệt vời.

Trong trường hợp nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế được trộn trong mỹ phẩm như mỹ phẩm trắng đục, chúng được sản xuất bằng cách trộn và phân tán nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm vào nước (hoặc pha nước trong đó các thành phần nước được hòa tan) bằng phương pháp thông thường.

Tốt hơn là, lượng trộn nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế trong

mỹ phẩm thường nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10% khối lượng (thực lượng; dưới đây, được biểu thị đơn giản bằng %) trên tổng lượng mỹ phẩm. Nếu lượng trộn microgel là nhỏ hơn 0,01% (thực lượng), thì khó thu được mỹ phẩm ổn định. Nếu lượng trộn lớn hơn 10% (thực lượng), thì có thể không là ưu tiên đối với mỹ phẩm xét về mặt độ ổn định trong thời gian bảo quản dài ở nhiệt độ cao và cảm giác khi sử dụng có thể là kém.

Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế có thể được trộn vào các mỹ phẩm như là chất nhũ hóa nhũ tương Pickering tuyệt vời.

Nghĩa là, nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế tạo ra mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước mà có cấu trúc trong đó chất nhũ hóa microgel loại nhân-vành được hấp phụ lên các giọt dầu của các thành phần pha dầu. Các giọt dầu được phân tán trong các thành phần pha nước sau khi nhũ hóa các thành phần pha dầu và các thành phần pha nước. Do đó, chất nhũ hóa microgel loại nhân-vành theo sáng chế có khả năng nhũ hóa tuyệt vời. Nếu nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế được sử dụng làm chất nhũ hóa thì có thể sản xuất được mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước có độ ổn định nhũ tương tuyệt vời.

Mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế được sản xuất bằng cách trộn và phân tán nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm trong nước hoặc các thành phần pha nước, bổ sung các thành phần pha dầu và các thành phần khác, và nhũ hóa chúng bằng cách khuấy và sử dụng lực cắt bằng phương pháp thông thường.

Trong trường hợp mà nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế được trộn trong mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước, chúng được sản xuất bằng cách trộn và phân tán (a) nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm trong (c) nước hoặc các thành phần pha nước, bổ sung (b) các thành phần pha dầu và các thành phần khác, và nhũ hóa bằng cách khuấy và sử dụng lực cắt bằng phương pháp thông thường. Nghĩa là, nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế có giá trị thương mại tuyệt vời ở chỗ có thể sản xuất được mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước không chứa etanol bằng quy trình sản xuất rất đơn giản.

((b) Thành phần pha dầu)

Ví dụ về các thành phần pha dầu gồm các dầu hydrocarbon, các axit béo cao, các rượu cao, các este tổng hợp, các dầu silicon, các dầu và chất béo dạng lỏng, các dầu và chất béo dạng rắn, các sáp, và các hương liệu mà thường được sử dụng trong mỹ phẩm, các thuốc dùng không cần theo chỉ dẫn của bác sỹ, v.v..

Ví dụ về các dầu hydrocarbon gồm isododecan, isohexadecan, isoparafin, vazolin lỏng, ozocerit, squalan, pristan, parafin, ceresin, squalen, petrolatum, và sáp vi tinh thể.

Ví dụ về các axit béo cao gồm axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit stearic, axit behenic, axit oleic, axit undexylenic, dầu nhựa thông, axit isostearic, axit linolic, axit linoleic, axit eicosapentaenoic (EPA), và axit docosaheptaenoic (DHA).

Ví dụ về các rượu cao gồm các rượu mạch thẳng (ví dụ, rượu lauryl, rượu xetyl, rượu stearyl, rượu behenyl, rượu myristyl, rượu oleyl, và rượu cetostearyl) và các rượu mạch nhánh (ví dụ, monostearyl glyxerin ete (rượu batyl), 2-dexyltetradexynol, rượu lanolinic, cholesterol, phytosterol, hexyl dodecanol, rượu isostearyllic, và octyl dodecanol).

Ví dụ về các dầu este tổng hợp gồm octyl octanoat, nonyl nonanoat, xetyl octanoat, isopropyl myristat, octyl dodexyl myristat, isopropyl palmitat, butyl stearat, hexyl laurat, myristyl myristat, dexyl oleat, hexyl dexyl dimetyloctanoat, xetyl lactat, myristyl lactat, lanolin axetat, isoxetyl stearat, isoxetyl isostearat, cholesteryl 12-hydroxystearat, etylen glycol di-2-etylhexanoat, este của axit béo và dipentaerythritol, n-alkylen glycol monoisostearat, neopentyl glycol dicaprat, tripropylen glycol pivalat, diisostearyl malat, glyxeryl di-2-heptylundecanoat, glyxeryl diisostearat, trimetylolpropan tri-2-etyl hexanoat, trimetylolpropan triisostearat, pentaerythritol tetra-2-etylhexanoat, glyxerin tri-2-etylhexanoat, glyxeryl trioctanoat, glyxerin triisopalmitat, trimetylolpropan triisostearat, xetyl 2-etyl hexanoat, 2-etylhexyl palmitat, glyxerin trimyristat, glyxerit axit tri-2-heptyl undecanoic, metyl este của axit béo dầu thầu dầu, oleyl oleat, axeto glyxerit, 2-heptylundexyl palmitat, diisobutyl adipat, 2-octyldodexyl N-lauroyl-L-glutamat, di-2-heptylundexyl adipat, etyl laurat, di-2-etylhexyl sebacat, 2-hexyldexyl myristat,

2-hexyldexyl palmitat, 2-hexyldexyl adipat, diisopropyl sebacat, 2-ethylhexyl succinat, và trietyl xitrat.

Ví dụ về các dầu silicon gồm các polysiloxan chuỗi (ví dụ, dimethylpolysiloxan, methylphenyl polysiloxan, và diphenyl polysiloxan), các polysiloxan vòng (ví dụ, octametylxyclo-tetrasiloxan, decametyl xyclopenta siloxan, và dodecametyl xyclohexa siloxan), các nhựa silicon tạo thành cấu trúc mạng ba chiều, các cao su silicon, các polysiloxan biến đổi khác nhau (polysiloxan biến đổi amin, polysiloxan biến đổi polyete, polysiloxan biến đổi alkyl, và polysiloxan biến đổi flo), và các acryl silicon.

Ví dụ về các dầu và chất béo dạng lỏng gồm dầu lê tàu, dầu hoa trà đỏ Nhật Bản, axit béo từ rùa biển, dầu hạt mắc ca, dầu ngô, dầu chồn vizon, dầu ôliu, dầu hạt cải dầu, dầu lòng đỏ trứng, dầu vừng, dầu mơ, dầu mầm lúa mì, dầu quả sỏ loại sasanqua, dầu hải ly, dầu hạt lanh, dầu cây rum, dầu hạt bông, dầu tía tô, dầu đậu tương, dầu lạc, dầu hạt chè, dầu hạt nhục đậu khấu Nhật Bản, dầu cám gạo, dầu gimlet Trung Quốc, dầu gimlet Nhật Bản, dầu jojoba, dầu mầm, và triglyxerin.

Ví dụ về các dầu và chất béo dạng rắn gồm bơ cacao, dầu dừa, mỡ ngựa, dầu dừa được hydro hóa, dầu cọ, mỡ bò, mỡ cừu, mỡ bò được hydro hóa, dầu hạt cọ, mỡ lợn, mỡ xương bò, dầu hạt từ sáp nhân quả Nhật Bản, dầu được hydro hóa, dầu chân bò, sáp nhân quả Nhật Bản, và dầu thầu dầu được hydro hóa.

Ví dụ về sáp gồm sáp ong, sáp candelilla, sáp bông, sáp carnauba, sáp thanh mai, sáp cây, sáp cá voi, sáp giòn, sáp cám gạo, mỡ lông cừu, sáp bông gòn, lanolin axetat, mỡ lông cừu dạng lỏng, sáp mía, isopropyl este của axit béo lanolin, hexyl laurat, mỡ lông cừu được khử, sáp jojoba, mỡ lông cừu dạng rắn, sáp sen-lắc, ete của rượu POE lanolin, axetat của rượu POE lanolin, POE cholesterol ete, polyetylen glycol của axit béo lanolin, ete của rượu etyl lanolin hydro hóa POE.

Việc chọn hương liệu không bị giới hạn cụ thể; ví dụ về hương liệu gồm các hương liệu tự nhiên từ động vật hoặc thực vật, các hương liệu tổng hợp được điều chế bằng các quy trình tổng hợp hóa học, và các hỗn hợp hương liệu này. Bằng cách trộn hương liệu, có thể thu được mỹ phẩm có độ bền hương thơm tốt hơn.

Ví dụ cụ thể về các hương liệu gồm axetivenol, anise aldehyt, anethol, amyl axetat, amyl salixylat, alyl amyl glycolat, alyl caproat, aldehyt C6-20, ambrettolit, ambrettolit, ambroxan, ionon, Iso E Super, eugenol, auranthiol, galaxolit, calon, cumarin, geraniol, geranyl axetat, Sandalore, santalol, sandela, cyclamen aldehyt, cis-3-hexenyl axetat, cis-3-hexenol, citral, citronellyl axetat, citronellol, cineol, dihydromyrcenol, jasmolacton, rượu xinamic, xinamic aldehyt, styrallyl axetat, cedryl axetat, cedrol, damascon, damascenon, decalacton, terpinyl axetat, terpineol, tonalid, tonalid, triplal, nerol, bacdanol, vanilin, hydroxyxitronelal, phenyletyl axetat, rượu phenyletyl, hexyl salixylat, vetiveryl axetat, hedion, heliotropin, helional, vertofix, benzyl axetat, benzyl salixylat, benzyl benzoat, pentalid, pentalid, bornyl axetat, myol, keton xạ hương, metyl antranilat, metyl dihydrojasmonat, yara yara, oxit vôi, linalyl axetat, linarol, limonen, Lyrall, lilial, rose oxit, rođinol, dầu Angelica, dầu hồi hương, dầu *Artemisia vulgaris*, dầu húng quế, dầu nguyệt quế, dầu Bergamot, dầu thạch xương bồ, dầu long não, dầu hoàng lan, dầu sa nhân, dầu ba đậu, dầu tuyết tùng, dầu cần tây, dầu cúc La Mã, dầu quế, dầu đinh hương, dầu rau mùi, dầu cây thìa là, dầu thìa là, dầu trám, dầu ngải thom, dầu khuynh diệp, dầu thì là, dầu cỏ ca ri, dầu galbanum, dầu cây phong lữ, dầu gừng, dầu bưởi, dầu gỗ gaiac, dầu lá cây bách, dầu trắc bá, dầu cây bách xù, dầu lavandin, dầu oải hương, dầu chanh, dầu cây diền ma, dầu mandarin, dầu ziram, dầu cây trinh nữ, dầu bạc hà cay, dầu bạc hà lục, dầu mill, dầu cây mía, dầu hạt nhục đậu khấu, dầu cây sồi, dầu olibanum, dầu opoponax, dầu cam, dầu mùi tây, dầu hoắc hương, dầu hồ tiêu, dầu tía tô, dầu lá chanh, dầu neroli, dầu hoa cam, dầu pimento, dầu hạt tiêu Gia-mai-ca, dầu thông, dầu hoa hồng, dầu hương thảo, dầu xô thơm, dầu cây xô thơm, dầu đàn hương, dầu bồ đề, dầu taget, dầu xạ hương, dầu hoa huệ, dầu cây nữ lang, dầu vetive, dầu lá cây violet, dầu lộc đề xanh, dầu ngải tây, dầu ilan ilan, dầu yuzu, tinh dầu keo thơm, tinh dầu đậu móng điều, tinh dầu lan dạ hương, tinh dầu cúc trường sinh, tinh dầu hoa nhài, tinh dầu hoa trường thọ, tinh dầu hoa thủy tiên, tinh dầu hoa hồng, tinh dầu lá violet, và benzoin.

Trong trường hợp các chế phẩm nhũ tương thông thường thu được bằng các chất hoạt động bề mặt, các tính chất vật lý của chất hoạt động bề mặt và các tính chất vật lý của thành phần dầu có ảnh hưởng đáng kể đến khả năng nhũ hóa, và sự thay

đổi thành phần dầu sẽ yêu cầu sự thay đổi loại chất hoạt động bề mặt. Tuy nhiên, vì chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế là nhũ tương Pickering sử dụng (a) microgel làm chất nhũ hóa, nên loại thành phần dầu không ảnh hưởng lớn đến khả năng nhũ hóa, độ ổn định và do đó phổ các loại thành phần dầu có thể trộn vào là rộng hơn.

((c) Thành phần pha nước)

Nước, các rượu tan trong nước, các chất làm đặc, v.v. thường được sử dụng trong mỹ phẩm, trong thuốc dùng không cần theo chỉ dẫn của bác sĩ, v.v. có thể được trộn vào làm thành phần pha nước; ngoài ra, lượng thích hợp của chất làm ẩm, chất chelat hóa, chất bảo quản, chất màu, v.v. cũng có thể được trộn vào nếu muốn.

Việc lựa chọn nước chứa trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế là không bị giới hạn một cách cụ thể; các ví dụ cụ thể gồm nước tinh khiết, nước trao đổi ion, và nước máy.

Ví dụ về các rượu tan trong nước gồm các rượu thấp, các rượu polyhydric, các polyme rượu polyhydric, các alkyl ete của rượu dihydric, các ete este của rượu dihydric, các glycerin monoalkyl ete, các rượu đường, các monosacarit, các oligosacarit, các polysacarit, và các dẫn xuất của chúng.

Ví dụ về các rượu thấp gồm etanol, propanol, isopropanol, rượu isobutylic, và rượu t-butylic.

Tuy nhiên, etanol có thể gây kích ứng da đối với da nhạy cảm. Do đó, trong mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước hoặc mỹ phẩm trắng đục theo sáng chế, lượng trộn etanol tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,3% khối lượng và tốt hơn nữa là 0% khối lượng tính theo tổng lượng mỹ phẩm. Có thể thu được các mỹ phẩm không gây kích ứng da đối với người dùng có da nhạy cảm bằng cách không trộn etanol.

Ví dụ về các rượu polyhydric gồm: các rượu dihydric (ví dụ, dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, etylen glycol, trimetylen glycol, 1,2-butylen glycol, tetrametylen glycol, 2,3-butylen glycol, pentametylen glycol, 2-buten-1,4-diol, hexylen glycol, và octylen glycol); các rượu trihydric (ví dụ, glycerin và

trimetylolpropan); các rượu tetrahydric (ví dụ, diglycerin và pentaerythritol như 1,2,6-hexantriol); các rượu pentahydric (ví dụ, xylitol và triglycerin); các rượu hexahydric (ví dụ, sorbitol và manitol); các polyme rượu polyhydric (ví dụ, dietylen glycol, dipropylen glycol, trietylen glycol, polypropylen glycol, tetraetylen glycol, diglycerin, triglycerin, tetraglycerin, và polyglycerin); các alkylete của rượu dihydric (ví dụ, etylen glycol monometyl ete, etylen glycol monoetyl ete, etylen glycol monobutyl ete, etylen glycol monophenyl ete, etylen glycol monohexyl ete, etylen glycol mono 2-metyl hexyl ete, etylen glycol isoamyl ete, etylen glycol benzyl ete, etylen glycol isopropyl ete, etylen glycol dimetyl ete, etylen glycol dietyl ete, etylen glycol dibutyl ete, dietylen glycol monometyl ete, dietylen glycol monoetyl ete, dietylen glycol monobutyl ete, dietylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol dietyl ete, dietylen glycol butyl ete, dietylen glycol metyletyl ete, trietylen glycol monometyl ete, trietylen glycol monoetyl ete, propylen glycol monometyl ete, propylen glycol monoetyl ete, propylen glycol monobutyl ete, propylen glycol isopropyl ete, dipropylen glycol metyl ete, dipropylen glycol etyl ete, và dipropylen glycol butyl ete); các ete este của rượu dihydric (ví dụ, etylen glycol monometyl ete axetat, etylen glycol monoetyl ete axetat, etylen glycol monobutyl ete axetat, etylen glycol monophenyl ete axetat, etylen glycol diadipat, etylen glycol disuccinat, dietylen glycol monoetyl ete axetat, dietylen glycol monobutyl ete axetat, propylen glycol monometyl ete axetat, propylen glycol monoetyl ete axetat, propylen glycol monopropyl ete axetat, và propylen glycol monophenyl ete axetat); các glycerin mono alkyl ete (ví dụ, rượu xylyl, rượu selachyl, và rượu batyl); các rượu đường (ví dụ, maltotriosa, manitol, sucroza, erytritol, glucoza, fructoza, đường phân giải từ tinh bột, maltoza, và các rượu điều chế được bằng cách khử đường phân giải từ tinh bột); glysolid; rượu tetrahydro furfuryl; rượu POE-tetrahydro furfuryl; POP-butyl ete; POP/POE-butyl ete; tripolyoxypropylen glycerin ete; POP-glycerin ete; POP-glycerin ete axit phosphoric; POP/POE-pentan erytritol ete; và polyglycerin.

Ví dụ về các monosacarit gồm: các trioza (ví dụ, D-glyxeryl aldehyt và dihydroxyaxeton); các tetroza (ví dụ, D-etythroza, D-erythruloza, D-threoza, và erytritol); các pentoza (ví dụ, L-arabinoza, D-xyloza, L-lyxoza, D-arabinoza, D-riboza, D-ribuloza, D-xyluloza, và L-xyluloza); các hexoza (ví dụ, D-glucoza,

D-taloza, D-psicoza, D-galactoza, D-fructoza, L-galactoza, L-mannoza, và D-tagatoza); các heptoza (ví dụ, aldoheptoza và heproza); các octoza (ví dụ, octuroza); các đường khử oxy (ví dụ, 2-deoxy-D-riboza, 6-deoxy-L-galactoza, và 6-deoxy-L-mannoza); các amino đường (ví dụ, D-glucosamin, D-galactosamin, axit sialic, axit amino uronic, và axit muramic); và axit uronic (ví dụ, axit D-glucuronic, axit D-mannuronic, axit L-guluronic, axit D-galacturonic, và axit L-iduronic).

Ví dụ về các oligosacarit gồm sucroza, gentianoza, umbelliferoza, lactoza, planteoza, isolignoza, α , α -trehaloza, raffinosa, lignoza, umbilicin, stachyoza và verbascoza.

Ví dụ về các polysacarit bao gồm xenluloza, hạt mộc qua, tinh bột, galactan, dermatan sulfat, glycogen, gồm arabic, heparan sulfat, gồm traganth, keratan sulfat, chondroitin, gồm xanthan, gồm guar, dextran, kerato sulfat, gồm đậu locust, và succinoglucan.

Ví dụ về các polyol gồm polyoxyetylen metyl glucosit (Glucam E-10) và polyoxypropylen metyl glucosit (Glucam P-10).

Ví dụ về các chất làm đặc gồm: gồm arabic, gồm carrageenan, gồm karaya, gồm tragacanth, gồm carob, hạt mộc qua (*Cydonia oblonga*), casein, dextrin, gelatin, natri pectat, natri arginat, metyl xenluloza, etyl xenluloza, CMC, hydroxy etyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, PVA, PVM, PVP, natri polyacrylat, carboxy vinyl polyme, gồm đậu locust, gồm guar, gồm tamarind, xenluloza dialkyl dimetylmoni sulfat, gồm xanthan, nhôm magie silicat, bentonit, hectorit, AlMg silicat (beagum), laponit, và anhydrit axit silixic.

Ví dụ về các polyme tự nhiên hòa tan trong nước gồm: các polyme có nguồn gốc thực vật (ví dụ, gồm arabic, gồm tragacanth, galactan, gồm guar, gồm carob, gồm karaya, carrageenan, pectin, aga, hạt mộc qua (*Cydonia oblonga*), các chất keo có nguồn gốc từ tảo (chiết xuất tảo nâu), các tinh bột (gạo, ngô, khoai tây, và lúa mỳ), và axit glycyrrhizic); các polyme có nguồn gốc từ vi sinh vật (ví dụ, gồm xanthan, dextran, succinoglucan, và pullulan); và các polyme có nguồn gốc từ động vật (ví dụ, collagen, casein, albumin, và gelatin).

Ví dụ về các polyme bán tổng hợp hòa tan trong nước gồm: các polyme loại tinh bột (ví dụ, carboxymetyl tinh bột và metylhydroxypropyl tinh bột); các polyme xenluloza (ví dụ, metyl xenluloza, etyl xenluloza, metylhydroxypropyl xenluloza, hydroxyetyl xenluloza, xenluloza natri sulfat, hydroxypropyl xenluloza, carboxymetyl-xenluloza, natri carboxymetyl xenluloza, xenluloza tinh thể, và bột xenluloza); và các polyme loại axit alginic (ví dụ, natri alginat và propylen glycol alginat).

Ví dụ về các polyme tổng hợp hòa tan trong nước gồm: các polyme vinyl (ví dụ, rượu polyvinyl, polyvinyl metyl ete, polyvinylpyrrolidon, carboxy vinyl polyme); các polyme loại polyoxyetylen (ví dụ, polyetylen glycol 20.000, 40.000, 60.000, v.v.); các polyme acrylic (ví dụ, natri polyacrylat, polyetylacrylat, và polyacrylamit); polyetylenimin; và các polyme có tính cation.

Ví dụ về các chất làm ẩm gồm chondroitin sulfat, axit hyaluronic, axit mucoitin sulfuric, axit charonic, atelocollagen, cholesteryl-12-hydroxy stearat, natri lactat, muối mật, muối của dl-pyrrolidon và axit carboxylic, collagen hòa tan mạch ngắn, sản phẩm cộng diglyxerin (EO)PO, chiết xuất quả cây hồng hạt dẻ (chestnut rose), chiết xuất cỏ thi, và chiết xuất cây nhãn hương.

Ví dụ về các chất chelat hóa gồm axit 1-hydroxy etan-1,1-diphosphonic, muối tetranatri của axit 1-hydroxy etan-1,1-diphosphonic, dinatri edetat, trinatri edetat, tetranatri edetat, natri xitrat, natri polyphosphat, natri metaphosphat, axit gluconic, axit phosphoric, axit xitric, axit ascorbic, axit succinic, và trinatri etylendiaminhydroxyetyl triaxetat.

Ví dụ về các axit amin gồm các axit amin trung tính (ví dụ, threonin và xystein) và các axit amin kiềm tính (ví dụ, hydroxylysin). Ví dụ về các dẫn xuất axit amin gồm natri axyl sarcosinat (natri N-lauroyl sarcosinat), axyl glutamat, natri axyl β -alanin, và glutathion.

Ví dụ về các chất điều chỉnh độ pH gồm các chất đệm như axit lactic-natri lactat, axit xitric-natri xitrat, và axit succinic-natri succinat.

Lượng trộn của các thành phần pha dầu và các thành phần pha nước trong chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế không được quy định cụ thể. Bằng cách sử dụng (a) nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm làm chất nhũ hóa, có thể thu được chế phẩm nhũ tương dầu trong nước có khoảng tỷ lệ rộng giữa các thành phần pha dầu/các thành phần pha nước, từ các phương án có tỷ lệ các thành phần pha dầu/các thành phần pha nước nhỏ hơn, tức là, tỷ lệ trộn các thành phần pha dầu (tinh dầu, nhũ tương, v.v.) nhỏ hơn đến các phương án có tỷ lệ trộn các thành phần pha dầu (kem tẩy rửa, kem chống nắng, kem dưỡng tóc, v.v.) lớn hơn.

Các thành phần khác thường dùng trong các dạng điều chế dùng bên ngoài như mỹ phẩm và trong các thuốc dùng không cần theo chỉ dẫn của bác sỹ, có thể được trộn nếu cần trong mỹ phẩm theo sáng chế miễn là hiệu quả của sáng chế không bị tác động một cách bất lợi; ví dụ về các thành phần này gồm các chất hấp thụ tia tử ngoại, các bột, các amin hữu cơ, các nhũ tương polyme, các vitamin, và các chất chống oxy hóa.

Ví dụ về các chất hấp thụ tia tử ngoại hòa tan trong nước gồm các chất hấp thụ tia tử ngoại loại benzophenon như 2,4-dihydroxybenzophenon, 2,2'-dihydroxy-4-metoxi benzophenon, 2,2'-dihydroxy-4,4'-dimetoxibenzophenon, 2,2',4,4'-tetrahydroxy benzophenon, 2-hydroxy-4-metoxi benzophenon, 2-hydroxy-4-metoxi-4'-metylbenzophenon, 2-hydroxy-4-metoxi benzophenon-5-sulfonat, 4-phenyl benzophenon, 2-ethylhexyl-4'-phenyl-benzophenon-2-carboxylat, 2-hydroxy-4-n-octoxy benzophenon, và 4-hydroxy-3-carboxy benzophenon, chất hấp thụ tia tử ngoại loại benzimidazol như axit phenylbenzimidazol-5-sulfonic và các muối của nó và axit phenylen-bis-benzimidazol-tetrasulfonic và các muối của nó, cũng như 3-(4'-metylbenzyliden)-d,l-camphor, 3-benzyliden-d,l-camphor, axit urocanic, và etyl este của axit urocanic.

Ví dụ về các chất hấp thụ tia tử ngoại hòa tan trong dầu gồm: các chất hấp thụ tia tử ngoại loại axit benzoic như axit paraminobenzoic (PABA), este PABA monoglycerin, N,N-dipropoxy PABA etyl este, N,N-dietoxy PABA etyl este, N,N-dimetyl PABA etyl este, và N,N-dimetyl PABA butyl este; các chất hấp thụ tia

tử ngoại loại axit antranilic như homo mentyl-N-axetyl antranilat; các chất hấp thụ tia tử ngoại loại axit salixylic như amyl salixylat, mentyl salixylat, homo mentyl salixylat, octyl salixylat, phenyl salixylat, benzyl salixylat, và p-isopropanol phenyl salixylat; các chất hấp thụ tia tử ngoại loại axit xamic như octyl xamat, etyl-4-isopropyl xamat, metyl-2,5-diisopropyl xamat, etyl-2,4-diisopropyl xamat, metyl-2,4-di isopropyl xamat, propyl-p-metoxi xamat, isopropyl-p-metoxi xamat, isoamyl-p-metoxi xamat, octyl-p-metoxi xamat, 2-ethylhexyl-p-metoxi xamat, 2-etoxyetyl-p-metoxi xamat, xyclohexyl-p-metoxi xamat, etyl- α -xyano-.beta.-phenyl xamat, 2-ethylhexyl- α , α -xyano- β -phenyl xamat, glyxeryl mono-2-etyl hexanoyl-diparametoxi xamat, và 3-metyl-4-[metylbis(trimetylsiloxy)silyl]butyl 3,4,5-trimetoxi xamat; 2-phenyl-5-metyl benzoxazol, 2,2'-hydroxy-5-metylphenyl benzotriazol, 2-(2'-hydroxy-5'-t-octylphenyl)benzotriazol, 2-(2'-hydroxy-5'-metylphenyl)benzotriazol, dibenzaladin, dianisoylmetan, 4-metoxi-4'-t-butyl dibenzoyl-metan, và 5-(3,3'-dimetyl-2-norbornyliden)-3-pentan-2-on, và octocrylen.

Ví dụ về các thành phần bột gồm các bột vô cơ (ví dụ, talc, kaolin, mica, serixit, muscovit, phlogopit, mica tổng hợp, lepidolit, biotit, vermiculit, magie cacbonat, canxi cacbonat, nhôm silicat, bari silicat, canxi silicat, magie silicat, stronti silicat, muối của kim loại với axit vonfram, magie, silic oxit, zeolit, bari sulfat, canxi sulfat được nung đốt (thạch cao nung đốt), canxi phosphat, floapatit, hydroxy apatit, bột ceramic, xà phòng kim loại (ví dụ, kẽm myristat, canxi palmitat, và nhôm stearat), và bo nitrua); các bột hữu cơ (ví dụ, bột nhựa polyamit (bột nylon), bột polyetylen, bột poly-metyl metacrylat, bột polystyren, bột nhựa copolyme của styren và axit acrylic, bột nhựa benzoguanamin, bột polytetrafloetylen, và bột xenluloza); các chất màu trắng vô cơ (ví dụ, titan dioxit và kẽm oxit); chất màu đỏ vô cơ (ví dụ, sắt oxit (sắt oxit đỏ) và sắt titanat); các chất màu nâu vô cơ (ví dụ, .gamma.-sắt oxit); các chất màu vàng vô cơ (ví dụ, sắt oxit vàng và hoàng thổ); các chất màu đen vô cơ (ví dụ, sắt oxit đen và các oxit titan bậc thấp); các chất màu tím vô cơ (ví dụ, tím xoài, tím cô-ban); các chất màu xanh lá cây vô cơ (ví dụ, crom oxit, crom hydroxit, và coban titanat); các chất màu xanh da trời vô cơ (ví dụ, xanh biếc và xanh Berlin);

chất màu ngọc trai (ví dụ, mica phủ titan oxit, bismut oxycolorua phủ titan oxit, talc phủ titan oxit, mica phủ titan oxit nhuộm màu, bismut oxycolorua, các mảnh hình vảy cá); các chất màu bột kim loại (ví dụ, bột nhôm, bột đồng); các chất màu hữu cơ như màu đỏ tía ziriconi, bari hoặc nhôm (ví dụ, các chất màu hữu cơ như đỏ 201, đỏ 202, đỏ 204, đỏ 205, đỏ 220, đỏ 226, đỏ 228, đỏ 405, cam 203, cam 204, vàng 205, vàng 401 và xanh da trời 404, cũng như đỏ 3, đỏ 104, đỏ 106, đỏ 227, đỏ 230, đỏ 401, đỏ 505, cam 205, vàng 4, vàng 5, vàng 202, vàng 203, xanh lá cây 3 và xanh da trời 1); và các màu tự nhiên (ví dụ, chất diệp lục và .beta.-caroten).

Ví dụ về các amin hữu cơ gồm monoetanolamin, dietanolamin, trietanolamin, morpholin, tetrakis(2-hydroxypropyl)etylendiamin, triisopropanolamin, 2-amino-2-metyl-1,3-propandirol, và 2-amino-2-metyl-1-propanol.

Ví dụ về các nhũ tương polyme gồm các nhũ tương nhựa acrylic, các nhũ tương etyl polyacrylat, các chất lỏng nhựa acryl, các nhũ tương este alkyl polyacrylat, các nhũ tương nhựa polyvinyl axetat, và nhựa cây cao su tự nhiên.

Ví dụ về các vitamin gồm các vitamin A, B1, B2, B6, C và E cũng như các dẫn xuất của chúng, axit pantothenic và các dẫn xuất của nó, và biotin.

Ví dụ về các chất chống oxy hóa gồm các tocopherol, dibutyl hydroxytoluen, butyl hydroxyanisol, và este của axit galic.

Ví dụ về các chất trợ chống oxy hóa gồm axit phosphoric, axit xitric, axit ascorbic, axit maleic, axit malonic, axit succinic, axit fumaric, xephalin, hexametaphosphat, axit phytic, và axit etylen diamin tetraaxetic.

Ví dụ về các thành phần khả dĩ khác gồm các chất khử trùng (metylparaben, etylparaben, butylparaben, và phenoxietanol); các chất chống viêm (ví dụ, các dẫn xuất của axit glycyrrhizic, các dẫn xuất của axit glycyrrhetinic, các dẫn xuất của axit salixylic, hinokitiol, kẽm oxit, và allantoin); các chất làm trắng (ví dụ, chiết xuất nhau thai, chiết xuất cây creeping saxifrage, và arbutin); các chất chiết xuất khác (ví dụ, cây Phellodendri Cortex, cây goldthread, rễ cỏ ngọc (lithospermum), cây Paeonia lactiflora, cây Swertia japonica, cây Birch, cây xô thơm, cây sơn trà Nhật Bản, cây cà

rót, cây lô hội, cây *Malva sylvestris*, cây diên vĩ (*Iris*), cây nho, cây Coix ma-yuen, cây mướp hương (sponge gourd), cây huệ tây (cây ly), cây nghệ tây, cây *Cnidium officinale*, cây sheng jiang, cây *Hypericum erectum*, cây *Ononis*, cây tỏi, cây tiêu Guinea, cây trần bì, cây *Ligusticum acutlobum*, và rong biển), các chất hoạt hóa (sữa ong chúa, các chất nhạy quang, và các dẫn xuất cholesterol); các chất thúc đẩy sự tuần hoàn máu (ví dụ, axit nonyl valenyl amit, các este benzyl nicotinat, các este .beta.-butoxy etyl nicotinat, capsaixin, gingeron, cồn thuốc ban miêu (cantharis tincture), Ichthammol, axit tanic, α -borneol, tocopherol nicotinat, inositol hexanicotinat, xyclandelat, xinarizin, tolazolin, axetylcholin, verapamil, cepharanthin, và .gama.-orizanol); các chất chống tăng tiết bã nhờn (ví dụ, lưu huỳnh và thiantol); và các chất chống viêm (ví dụ, axit tranexamic, thiotaurin, và hypotaurin).

Ngoài ra, không làm chất nhũ hóa nhưng nhằm mục đích kiểm soát cảm giác thuộc xúc giác trong quá trình sử dụng, kiểm soát sự thẩm thấu thuốc và yếu tố tương tự, hoặc cải thiện khả năng rửa sạch khi được trộn vào các chất tẩy rửa dùng cho da và tóc, các chất hoạt động bề mặt có thể được trộn vào pha nước hoặc pha dầu của chế phẩm nhũ tương dầu trong nước theo sáng chế.

Chất hoạt động bề mặt lưỡng tính có ít nhất một nhóm chức cation và một nhóm chức anion, sẽ có tính cation khi dung dịch có tính axit và có tính anion khi dung dịch có tính kiềm, và có các đặc tính tương tự như chất hoạt động bề mặt không ion xung quanh điểm đẳng điện.

Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính được phân loại, dựa trên loại nhóm anion, thành loại axit carboxylic, loại sulfuric este, loại axit sulfonic, và loại phosphoric este. Đối với sáng chế, loại axit carboxylic, loại sulfuric este, và loại axit sulfonic là được ưu tiên. Loại axit carboxylic được phân loại tiếp thành loại axit amin và loại betain. Đặc biệt được ưu tiên là loại betain.

Các ví dụ cụ thể gồm: các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính loại imidazolin (ví dụ, muối 2-undexyl-N,N,N-(hydroxyetyl carboxymetyl)-2-imidazolin natri và muối 2-cocoyl-2-imidazolini hydroxit-1-carboxyetyloxy 2 natri); và các chất hoạt

động bề mặt loại betain (ví dụ, 2-heptadexyl-N-carboxymetyl-N-hydroxyetyl imidazolini betain, axit lauryldimetylaminoaxetic betain, alkyl betain, amit betain, và sulfobetain).

Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt cation gồm các muối amoni bậc bốn như xetyltrimetylamoni clorua, stearyltrimetylamoni clorua, behenyltrimetylamoni clorua, behenyldimetylhydroxyetylamoni clorua, stearyldimetylbenzylamoni clorua, và xetyltrimetylamoni metyl sulfat. Các ví dụ khác gồm các hợp chất amit amin như stearic dietylaminoetylamit, stearic dimetylaminoetylamit, palmitic dietylaminoetylamit, palmitic dimetylaminoetylamit, myristic dietylaminoetylamit, myristic dimetylaminoetylamit, behenic dietylaminoetylamit, behenic dimetylaminoetylamit, stearic dietylaminopropylamit, stearic dimetylaminopropylamit, palmitic dietylaminopropylamit, palmitic dimetylaminopropylamit, myristic dietylaminopropylamit, myristic dimetylaminopropylamit, behenic dietylaminopropylamit, và behenic dimetylaminopropylamit.

Các chất hoạt động bề mặt anion được phân loại thành loại carboxylat như các xà phòng axit béo, N-axyl glutamat, và alkyl ete axetat, loại axit sulfonic như α -olefin sulfonat, alkan sulfonat, và alkylbenzen sulfonat, loại sulfuric este như các muối este của axit sulfuric với rượu cao, và các muối este của axit phosphoric. Được ưu tiên là loại carboxylat, loại axit sulfonic, và loại muối este của axit sulfuric; đặc biệt được ưu tiên là loại muối este của axit sulfuric.

Ví dụ cụ thể gồm các xà phòng axit béo (ví dụ, natri laurat và natri palmitat); các muối este của axit sulfuric với alkyl cao (ví dụ, natri lauryl sulfat và kali lauryl sulfat); các muối este của axit sulfuric với alkyl ete (ví dụ, POE-trietanolamin lauryl sulfat và natri POE-lauryl sulfat); các axit N-axyl sarcosinic (ví dụ, natri lauroyl sarcosinat); các muối của axit sulfonic và amit axit béo cao (ví dụ, natri N-myristoyl N-metyl taurat, natri cocoyl metyl taurat, và natri laurylmetyl taurat); các muối este của axit phosphoric (ví dụ, natri POE-oleyl ete phosphat và POE stearyl ete axit phosphoric); các sulfosuccinat (ví dụ natri di-2-ethylhexylsulfosuccinat, natri monolauroyl monoetanol amit polyoxyetylen sulfosuccinat, và natri lauryl

polypropylen glycol sulfosuccinat); các alkyl benzen sulfonat (ví dụ, natri dodexyl (mạch thẳng) benzen sulfonat, trietanolamin dodexyl (mạch thẳng) benzen sulfonat, và axit dodexyl (mạch thẳng) benzen sulfonic); các sulfat este của axit béo cao (ví dụ, glyxerin natri sulfat axit béo dầu dừa hydro hóa); các N-axyl glutamat (ví dụ, mono natri N-lauroylglutamat, dinatri N-stearoylglutamat, và natri N-myristoyl-L-glutamat); các dầu sulfat hóa (ví dụ, dầu đỏ Thổ Nhĩ Kỳ); POE-alkyl ete carboxylic; POE-alkyl aryl ete carboxylat; α -olefin sulfonat; các sulfonat este của axit béo cao; các sulfat rượu bậc hai; các alkyl amit sulfat với axit béo cao; natri lauroyl monoetanolamin succinat; ditrietanolamin N-palmitoylaspartat; và natri caseinat.

Chất hoạt động bề mặt không ion là chất hoạt động bề mặt mà không bị ion hóa để mang điện tích trong dung dịch nước. Đối với nhóm kỵ nước, loại mà sử dụng các alkyl và loại mà sử dụng dimetyl silicon đã được biết trong số nhiều loại khác. Ví dụ cụ thể về loại sử dụng alkyl gồm các este của glyxerol và axit béo, các dẫn xuất etylen oxit của các este của glyxerol và axit béo, các este của polyglyxerol và axit béo, các este của propylen glycol và axit béo, các dẫn xuất etylen oxit của các este của propylen glycol và axit béo, các este của polyetylen glycol và axit béo, các polyetylen glycol alkyl ete, các polyetylen glycol alkyl phenyl ete, các dẫn xuất dầu thầu dầu polyetylen glycol, và các dẫn xuất dầu thầu dầu hydro hóa polyetylen glycol. Ví dụ về loại sử dụng dimetyl silicon gồm silicon được biến đổi polyete và silicon được biến đổi polyglyxerin. Ưu tiên là loại mà sử dụng alkyl cho nhóm kỵ nước.

Ví dụ cụ thể về các chất hoạt động bề mặt không ion ưa béo gồm các este sorbitan của axit béo (ví dụ, sorbitan mono oleat, sorbitan mono isostearat, sorbitan mono laurat, sorbitan mono palmitat, sorbitan mono stearat, sorbitan sesquioleat, sorbitan trioleat, diglyxerol sorbitan penta-2-etylhexylat, diglyxerol sorbitan tetra-2-etylhexylat); các axit glyxerin polyglyxerin aliphatic (ví dụ, glyxerin mono axit béo dầu hạt bông, glyxeryl monoerucat, glyxerin sesquioleat, glyxeryl monostearat, α , α' -glyxerin oleat pyroglutamat, monostearat glyxerin axit malic); các este của propylen glycol và axit béo (ví dụ, propylen glycol monostearat); các dẫn

xuất dầu thầu dầu hydro hóa; và các glyxerin alkylete.

Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt không ion ưa nước gồm các este POE-sorbitan của axit béo (ví dụ, POE-sorbitan monooleat, POE-sorbitan monostearat, POE-sorbitan monooleat, và POE-sorbitan tetraoleat); các este POE sorbitol của axit béo (ví dụ, POE sorbitol monolaurat, POE-sorbitol monooleat, POE-sorbitolpentaoleat, và POE-sorbitol monostearat); các este POE-glyxerin của axit béo (ví dụ, các POE-monooleat như POE-glyxerin monostearat, POE-glyxerin monoisostearat, và POE-glyxerin triisostearat); các este POE-axit béo (ví dụ, POE-distearat, POE-monodioleat, và etylen glycol distearat); các POE-alkylete (ví dụ, POE-lauryl ete, POE-oleyl ete, POE-stearyl ete, POE-behenyl ete, POE-2-octyl dodexyl ete, và POE-cholestanol ete); các pluaronic (ví dụ, pluaronic); POE.cndot. Các POP-alkylete (ví dụ, POE.cndot. POP-xetyl ete, POE.cndot. POP-2-dexyl tetradexyl ete, POE.cndot. POP-monobutyl ete, POE.cndot. POP-lanolin hydrat, và POE.cndot. POP-glyxerin ete); tetra POE.cndot. các phần ngưng tetra POP-etylendiamino (ví dụ, tetronic); các dẫn xuất dầu thầu dầu hydro hóa dầu thầu dầu-POE (ví dụ, POE-dầu thầu dầu, POE-dầu thầu dầu hydro hóa, POE-dầu thầu dầu hydro hóa monoisostearat, POE-dầu thầu dầu hydro hóa triisostearat, POE-dầu thầu dầu hydro hóa monopyroglutamic monoisostearic dieste, và POE-dầu thầu dầu hydro hóa axit maleic); các dẫn xuất POE-sáp ong-lanolin (ví dụ, POE-sorbitol sáp ong); các alkanol amit (ví dụ, dầu cọ axit béo dietanol amit, laurat monoetanolamit, và axit béo isopropanol amit); các este POE-propylen glycol của axit béo; các POE-alkylamin; các POE-axit béo amit; các este sucroza của axit béo; các alkyl etoxydimetylamin oxit; và axit trioetyl phosphoric.

Ứng dụng của mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước và mỹ phẩm trắng đục theo sáng chế là không bị hạn chế; vì nó ngăn chặn sự kích ứng da và thể hiện có cảm giác khi sử dụng ưa việt nên nó có thể được thương mại hóa dưới dạng các mỹ phẩm dùng cho da, các mỹ phẩm dùng cho tóc, các dạng điều chế dùng ngoài da, v.v.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả thêm trong các ví dụ sau. Tuy nhiên, sáng chế không

chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Đầu tiên, các ví dụ sản xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm (chất lỏng phân tán microgel loại nhân-vành) được sử dụng trong các ví dụ sẽ được mô tả. Trừ khi có quy định khác, lượng trộn của mỗi thành phần sẽ được biểu thị dưới dạng % khối lượng. Các ví dụ sản xuất được tiến hành bằng phương pháp không nằm trong phạm vi yêu cầu bảo hộ là các ví dụ tham khảo được đánh dấu bằng dấu hoa thị (*).

<Phương pháp sản xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm (thể phân tán microgel loại nhân-vành)>

Cho monome phân tử lớn polyetylenoxit, monome kỵ nước, và monome liên kết ngang vào 200g dung môi hỗn hợp nước-polyol trong bình ba cổ đã lắp ống hồi lưu và ống cấp nitơ. Sau khi hòa tan và phân tán đủ, 1% mol chất khơi mào trùng hợp, 2,2'-azobis(2-metylpropionamidin) dihydroclorua, tính theo tổng lượng monome, được hòa tan trong lượng nhỏ nước và được bổ sung vào đó, và quy trình hòa tan hoặc phân tán thêm được tiến hành tiếp. Dung dịch trùng hợp đã hòa tan hoặc phân tán đồng đều được thổi khí nitơ trong 20 phút để loại bỏ oxy hòa tan, sau đó để trùng hợp 8 giờ với việc khuấy bằng cách dùng máy khuấy từ trong khi nhiệt độ được duy trì ở mức nằm trong khoảng từ 65 đến 70°C trong bồn dầu. Sau khi hoàn thành quá trình trùng hợp, đưa nhiệt độ dung dịch polyme về nhiệt độ trong phòng; từ đó thu được thể phân tán microgel loại nhân-vành.

Để làm monome phân tử lớn polyetylenoxit, BLEMMER PME-400, BLEMMER PME-1000, và BLEMMER PME-4000 (sản xuất bởi NOF Corporation, monome phân tử lớn được biểu thị bằng công thức hóa học (1) (lần lượt tương ứng với $n=9$, $n=23$, và $n=90$)) được sử dụng. Để làm monome kỵ nước, metyl metacrylat (MMA), butyl metacrylat (n-BMA), 2-etylhexyl metacrylat (EHMA) được sử dụng. Để làm monome liên kết ngang, etylen glycol dimetacrylat (EGDMA) được sử dụng.

<Phương pháp đo cỡ hạt và mức độ phân tán>

Cỡ hạt của microgel loại nhân-vành (sau đây đôi khi được viết tắt là “microgel”) được đo bằng cách sử dụng dụng cụ đo Zetasizer của Malvern

Instruments Ltd. Các mẫu đo chất lỏng phân tán microgel với nồng độ microgel khoảng 0,1% được điều chế bằng cách pha loãng với nước. Sau khi loại bỏ bụi bằng máy lọc cỡ 0,45 μ m, cường độ tán xạ ở 25°C được đo ở góc tán xạ 173° (ánh sáng tán xạ ngược), cỡ hạt trung bình và mức độ phân tán được tính bằng phần mềm phân tích được cài trên thiết bị đo. Cỡ hạt được phân tích bằng phương pháp phân tích nửa bất biến. Mức độ phân tán là giá trị chuẩn hóa của giá trị nửa bất biến bậc hai thu được bằng phương pháp phân tích nửa bất biến. Mức độ phân tán là thông số thường được sử dụng, và phương pháp phân tích tự động là khả dĩ bằng cách sử dụng thiết bị đo tán xạ ánh sáng động có bán trên thị trường. Đối với độ nhớt của dung môi, là yếu tố cần thiết đối với việc phân tích cỡ hạt, độ nhớt của nước tinh khiết ở 25°C, tức là, 0,89 mPas, được sử dụng.

(Các polyol được sử dụng làm dung môi trùng hợp)

Trong các điều kiện trùng hợp được mô tả trong bảng 1 và bảng 2 dưới đây, các nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên. Đối với các ví dụ tương ứng, việc xác định diện mạo và việc đo cỡ hạt và mức độ phân tán đều được thực hiện. Kết quả được thể hiện trên bảng 3.

Trong các bảng dưới đây, các polyol được biểu thị bằng các chữ viết tắt dưới đây. EtOH: etanol, DPG: dipropylen glycol, BG: 1,3-butylen glycol, IPG: isopren glycol, DG: glyxerin.

[Bảng 1]

	Monome phân tử lớn	Monome kỵ nước		Monome liên kết ngang	Dung môi trùng hợp		
	PME-4000	MMA	<i>n</i> -BMA	EGDMA	Nước	Các polyol	Lượng các polyol
	Công thức hóa học (1)	Công thức hóa học (2)		Công thức hóa học (3)			
Ví dụ sản xuất 1*	8,11	4,89	6,95	0,059	120	EtOH	80
Ví dụ sản xuất 2	8,11	4,89	6,95	0,059	120	DPG	80
Ví dụ sản xuất 3	8,11	4,89	6,95	0,059	120	BG	80
Ví dụ sản xuất 4	8,11	4,89	6,95	0,059	120	IPG	80
Ví dụ sản xuất 5	8,11	4,89	6,95	0,059	120	DG	80

※ Tất cả các đơn vị của các trị số trong bảng 1 đều là gam.

[Bảng 2]

	(A) Monome phân tử lớn/ monome kỵ nước (mol/mol)	(B) Lượng monome liên kết ngang cấp vào (% khối lượng)	(C) Nguyên tử cacbon của monome kỵ nước	(D) Các polyol	(E) Nước/polyol (tỷ lệ dung môi hỗn hợp)
Ví dụ sản xuất 1*	1/50	0,5	1, 4	EtOH	60/40
Ví dụ sản xuất 2	1/50	0,5	1, 4	DPG	60/40
Ví dụ sản xuất 3	1/50	0,5	1, 4	BG	60/40
Ví dụ sản xuất 4	1/50	0,5	1, 4	IPG	60/40
Ví dụ sản xuất 5	1/50	0,5	1, 4	DG	60/40

[Bảng 3]

	Diện mạo	Cỡ hạt (nm)	Mức độ phân tán
Ví dụ sản xuất 1*	Dung dịch trắng đục	206,1	0,052
Ví dụ sản xuất 2	Dung dịch trắng đục	211,8	0,019
Ví dụ sản xuất 3	Dung dịch trắng đục	212,1	0,035
Ví dụ sản xuất 4	Dung dịch trắng đục	205,2	0,029
Ví dụ sản xuất 5	tạo ra các khối không lồ	—	—

Trong các ví dụ sản xuất 1 đến 4, trong đó nước-etanol, nước-dipropylen glycol, nước-1,3-butylen glycol, hoặc nước-isopren glycol được sử dụng làm dung môi trùng hợp, thu được thể phân tán trắng đục sau khi trùng hợp, và đánh giá về cỡ hạt và mức độ phân tán là khả dĩ, do đó sự tạo thành microgel có thể được xác nhận. Mặt khác, trong ví dụ sản xuất 5, trong đó nước-glyxerin được sử dụng làm dung môi trùng hợp, các khối khổng lồ được tạo ra sau khi trùng hợp và không thể tạo ra được hạt microgel mịn. Quá trình trùng hợp microgel được xem như là không tiến hành do glyxerin có ái lực thấp với monome kỵ nước so với etanol, dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, hoặc isopren glycol.

(Tỷ lệ thành phần nước-polyol)

Trong các điều kiện trùng hợp được mô tả trong bảng 4 và bảng 5 dưới đây, các nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên. Đối với các ví dụ tương ứng, việc xác định diện mạo và việc đo cỡ hạt và mức độ phân tán đều được thực hiện. Kết quả được thể hiện trên bảng 6.

[Bảng 4]

	Monome phân tử lớn	Monome kỵ nước		Monome liên kết ngang	Dung môi trùng hợp		
	PME-4000	MMA	<i>n</i> -BMA	EGDMA	Nước	Các polyol	Lượng các polyol
	Công thức hóa học (1)	Công thức hóa học (2)		Công thức hóa học (3)			
Ví dụ sản xuất 6	8,11	4,89	6,95	0,059	40	DPG	160
Ví dụ sản xuất 7	8,11	4,89	6,95	0,059	80	DPG	120
Ví dụ sản xuất 8	8,11	4,89	6,95	0,059	120	DPG	80
Ví dụ sản xuất 9	8,11	4,89	6,95	0,059	160	DPG	40
Ví dụ sản xuất 10	8,11	4,89	6,95	0,059	180	DPG	20
Ví dụ sản xuất 11	8,11	4,89	6,95	0,059	40	BG	160
Ví dụ sản xuất 12	8,11	4,89	6,95	0,059	180	BG	20
Ví dụ sản xuất 13	8,11	4,89	6,95	0,059	40	IPG	160
Ví dụ sản xuất 14	8,11	4,89	6,95	0,059	180	IPG	20
Ví dụ sản xuất 15*	8,11	4,89	6,95	0,059	40	EtOH	160
Ví dụ sản xuất 16*	8,11	4,89	6,95	0,059	180	EtOH	20

※ Tất cả các đơn vị của các trị số trong bảng 4 đều là gam.

[Bảng 5]

	(A) Monome phân tử lớn/ monome kỵ nước (mol/mol)	(B) Lượng monome liên kết ngang cấp vào (% khối lượng)	(C) Nguyên tử cacbon của monome kỵ nước	(D) Các polyol	(E) Nước/polyol (tỷ lệ dung môi hỗn hợp)
Ví dụ sản xuất 6	1/50	0,5	1, 4	DPG	20/80
Ví dụ sản xuất 7	1/50	0,5	1, 4	DPG	40/60
Ví dụ sản xuất 8	1/50	0,5	1, 4	DPG	60/40
Ví dụ sản xuất 9	1/50	0,5	1, 4	DPG	80/20
Ví dụ sản xuất 10	1/50	0,5	1, 4	DPG	90/10
Ví dụ sản xuất 11	1/50	0,5	1, 4	BG	20/80
Ví dụ sản xuất 12	1/50	0,5	1, 4	BG	90/10
Ví dụ sản xuất 13	1/50	0,5	1, 4	IPG	20/80
Ví dụ sản xuất 14	1/50	0,5	1, 4	IPG	90/10
Ví dụ sản xuất 15*	1/50	0,5	1, 4	EtOH	20/80
Ví dụ sản xuất 16*	1/50	0,5	1, 4	EtOH	90/10

[Bảng 6]

	Diện mạo	Cỡ hạt (nm)	Mức độ phân tán
Ví dụ sản xuất 6	Dung dịch trắng đục	244,6	0,052
Ví dụ sản xuất 7	Dung dịch trắng đục	216,2	0,041
Ví dụ sản xuất 8	Dung dịch trắng đục	211,8	0,019
Ví dụ sản xuất 9	Dung dịch trắng đục	153,6	0,083
Ví dụ sản xuất 10	Dung dịch trắng đục	200,8	0,284
Ví dụ sản xuất 11	Dung dịch trắng đục	248,2	0,02
Ví dụ sản xuất 12	Dung dịch trắng đục	145,1	0,08
Ví dụ sản xuất 13	Dung dịch trắng đục	189	0,058
Ví dụ sản xuất 14	Dung dịch trắng đục	153,1	0,069
Ví dụ sản xuất 15*	dung dịch đồng nhất trong mờ	—	—
Ví dụ sản xuất 16*	Dung dịch trắng đục	214,3	0,105

Trong các ví dụ sản xuất 6 đến 14, trong đó nước-dipropylen glycol, nước-1,3-butylen glycol, hoặc nước-isopren glycol được sử dụng làm dung môi trùng hợp và thành phần dung môi là nước/polyol = khoảng từ 20/80 đến 90/10, và trong ví dụ sản xuất 16, trong đó dung môi trùng hợp là nước/etanol = 90/10, thể phân tán màu trắng đục thu được sau quá trình trùng hợp. Đánh giá cỡ hạt và mức độ phân tán là khả dĩ, do đó có thể xác nhận sự tạo thành microgel.

Mặt khác, trong ví dụ sản xuất 15, trong đó nước/etanol = 20/80 được sử dụng làm dung môi trùng hợp, nó vẫn ở trạng thái dung dịch đồng nhất trong mờ ngay cả sau quá trình trùng hợp, và không thể tạo ra được các hạt microgel mịn. Quá trình trùng hợp nhũ tương được xem như là không tiến hành và không thể tạo ra được các hạt microgel mịn trong dung môi trùng hợp với thành phần etanol nồng độ cao vì

etanol có độ hòa tan cao đối với monome kỵ nước và không thể tạo ra được nhũ tương trong đó monome kỵ nước là nhân.

(Tỷ lệ monome phân tử lớn/monome kỵ nước, lượng monome liên kết ngang, và loại monome kỵ nước)

Trong các điều kiện trùng hợp được mô tả trong bảng 4 và bảng 5 dưới đây, các nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm được sản xuất bằng phương pháp sản xuất nêu trên. 60g nước và 140g dipropylen glycol được sử dụng làm dung môi trùng hợp.

Đối với các ví dụ tương ứng, việc xác định diện mạo và việc đo cỡ hạt và mức độ phân tán đều được thực hiện. Kết quả được thể hiện trên bảng 6.

[Bảng 7]

	Monome phân tử lớn			Monome kỵ nước			Monome liên kết ngang
	PME-4000	PME-1000	PME-400	MMA	<i>n</i> -BMA	EHMA	EGDMA
	Công thức hóa học (1)			Công thức hóa học (2)			Công thức hóa học (3)
Ví dụ sản xuất 17	3,7	—	—	6,7	9,52	—	0,081
Ví dụ sản xuất 18	11,54	—	—	3,48	4,94	—	0,042
Ví dụ sản xuất 19	8,12	—	—	4,9	6,95	—	0,036
Ví dụ sản xuất 20	8,08	—	—	4,88	6,92	—	0,12
Ví dụ sản xuất 21	9,04	—	—	10,91	—	—	0,055
Ví dụ sản xuất 22	7,35	—	—	—	12,589	—	0,063
Ví dụ sản xuất 23	5,88	—	—	—	—	14,05	0,07

Ví dụ sản xuất 24	—	3,18	—	6,92	9,82	—	0,084
Ví dụ sản xuất 25	—	—	1,66	7,54	10,71	—	0,091

※ Tất cả các đơn vị của các trị số trong bảng 7 đều là gam.

[Bảng 8]

	(A) Monome phân tử lớn/ monome kỵ nước (mol/mol)	(B) Lượng monome liên kết ngang cấp vào (% khối lượng)	(C) Nguyên tử cacbon của monome kỵ nước	(D) Các polyol	(E) Nước/polyol (tỷ lệ dung môi hỗn hợp)
Ví dụ sản xuất 17	1/150	0,5	1, 4	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 18	1/25	0,5	1, 4	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 19	1/50	0,3	1, 4	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 20	1/50	1	1, 4	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 21	1/50	0,5	1	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 22	1/50	0,5	4	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 23	1/50	0,5	8	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 24	1/50	0,5	1, 4	DPG	30/70
Ví dụ sản xuất 25	1/50	0,5	1, 4	DPG	30/70

[Bảng 9]

	Diện mạo	Cỡ hạt (nm)	Mức độ phân tán
Ví dụ sản xuất 17	Dung dịch trắng đục	278,5	0,166
Ví dụ sản xuất 18	Dung dịch trắng đục	194,5	0,052
Ví dụ sản xuất 19	Dung dịch trắng đục	240	0,127
Ví dụ sản xuất 20	Dung dịch trắng đục	331,6	0,136
Ví dụ sản xuất 21	Dung dịch trắng đục	263,8	0,28
Ví dụ sản xuất 22	Dung dịch trắng đục	286	0,224
Ví dụ sản xuất 23	Dung dịch trắng đục	264,3	0,061
Ví dụ sản xuất 24	Dung dịch trắng đục	319,3	0,15
Ví dụ sản xuất 25	Dung dịch trắng đục	472	0,103

Trong các ví dụ sản xuất 17 đến 25, trong đó nước/dipropylen glycol = 30/70 được sử dụng làm dung môi trùng hợp, và điều kiện (A) tỷ lệ mol nạp giữa monome phân tử lớn/monome kỵ nước, điều kiện (B) lượng monome liên kết ngang nạp vào, điều kiện (C) số nguyên tử cacbon của monome kỵ nước, và các điều kiện (D) và (E), là các điều kiện về dung môi trùng hợp, tất cả đều được thỏa mãn, thu được thể phân tán màu trắng đục sau quá trình trùng hợp trong tất cả các trường hợp, và đánh giá về cỡ hạt và mức độ phân tán là khả dĩ; do đó có thể xác nhận sự tạo thành microgel.

Phần mô tả dưới đây thể hiện các ví dụ về các mỹ phẩm trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm của các ví dụ sản xuất nêu trên được trộn.

Trước khi minh họa các ví dụ này, các phương pháp kiểm tra đánh giá được sử dụng trong sáng chế sẽ được trình bày.

Chỉ tiêu đánh giá (1): Độ trong suốt (độ trắng đục)

Các mẫu được đo bằng quang phổ kế V-630 (sản xuất bởi JASCO

Corporation) ở bước sóng 600nm, và việc đánh giá được thực hiện dựa trên mức độ truyền ánh sáng trông thấy (độ dài đường truyền sáng: 1 cm). Nước trao đổi ion được sử dụng làm tham chiếu.

Chỉ tiêu đánh giá (2-1): Độ ổn định (diện mạo)

Vào ngày sau khi điều chế mẫu, diện mạo của mẫu được quan sát bằng mắt.

- A: Mẫu là đồng nhất và không thấy có sự kết tụ hoặc sự tách dầu.
- B: Mẫu hầu như là đồng nhất nhưng thấy có sự tách dầu nhẹ.
- C: Mẫu không đồng nhất hoặc thấy có sự tách dầu hoặc sự kết tụ bột đáng kể.

Chỉ tiêu đánh giá (2-2): Độ ổn định nhũ tương (các hạt nhũ tương)

Các hạt nhũ hóa của mẫu được quan sát bằng kính hiển vi quang học.

- A: Mẫu là đồng nhất và không thấy có sự kết tụ hoặc sự hợp nhất.
- B: Mẫu hầu như là đồng nhất và nhưng thấy có sự hợp nhất và/hoặc sự kết tụ nhẹ.
- C: Mẫu không đồng nhất, hoặc thấy có sự hợp nhất hoặc sự kết tụ bột đáng kể.

Chỉ tiêu đánh giá (3): Kiểm tra sự kích ứng da

Miếng dán hút được dán lên phần bên trong của cánh tay của 10 người có da nhạy cảm trong 24 giờ và da được đánh giá dựa trên các tiêu chuẩn sau.

- 0 ... Hoàn toàn không thấy có bất thường.
- 1 ... Thấy có sự hóa đỏ nhẹ.
- 2 ... Thấy có sự hóa đỏ.
- 3 ... Thấy có sự hóa đỏ và có nốt sần.

Các tiêu chuẩn đánh giá của "thử nghiệm sự kích ứng da" là như sau:

- A: Điểm trung bình được cho bởi 10 người đánh giá là 0 hoặc cao hơn nhưng dưới 0,15.
- B: Điểm trung bình được cho bởi 10 người đánh giá là 0,15 hoặc cao hơn nhưng dưới 0,2.
- C: Điểm trung bình được cho bởi 10 người đánh giá là 0,2 hoặc cao hơn nhưng dưới 0,3.

D: Điểm trung bình được cho bởi 10 người đánh giá là 0,3 hoặc cao hơn.

Chỉ tiêu đánh giá (4): Cảm giác khi sử dụng

Cảm giác khi sử dụng (“không dính”, “cảm giác giàu”, và “tính tương thích với da nhanh”), khi mẫu được bôi lên da, được đánh giá bằng 10 chuyên gia dựa trên các tiêu chuẩn sau.

A: 7 người hoặc nhiều hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự dễ chịu”.

B: 5 người hoặc nhiều hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự dễ chịu”.

C: 3 người hoặc nhiều hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự dễ chịu”.

D: 2 người hoặc ít hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự dễ chịu”.

Chỉ tiêu đánh giá (5): Độ ổn định theo thời gian

Chế phẩm nhũ tương dầu trong nước được quan sát bằng mắt thường một tháng sau khi điều chế.

A: Mẫu được duy trì trạng thái nhũ hóa nguyên dạng như khi được điều chế.

B: Thấy có sự lắng cặn/nổi lên nhất định; tuy nhiên, mẫu gần như được duy trì ở trạng thái nhũ tương.

C: Thấy có sự lắng cặn/nổi lên của các hạt nhũ tương và còn thấy có sự hợp nhất của các hạt.

D: Thấy có sự lắng cặn/nổi lên/hợp nhất của nhũ tương và pha dầu bị phân ly hoàn toàn.

Chỉ tiêu đánh giá (6): Độ bền hương thơm

Độ bền hương thơm được đánh giá bằng 10 chuyên gia dựa trên các tiêu chuẩn sau.

A: 7 người hoặc nhiều hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự bền”.

B: 5 người hoặc nhiều hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự bền”.

C: 3 người hoặc nhiều hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự bền”.

D: 2 người hoặc ít hơn trong số 10 người trả lời là “tốt” hoặc “thực sự bền”.

<Ví dụ 1: Mỹ phẩm trắng đục>

Các tác giả sáng chế đã sản xuất các mỹ phẩm trắng đục (lotion), trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm nêu trên được trộn với các thành phần trộn được liệt kê trong bảng 10 dưới đây, bằng phương pháp sản xuất thông thường. Đối với các mẫu tương ứng, việc đánh giá được thực hiện bằng các phương pháp đánh giá (1), (2-1), (3), và (4) nêu trên. Kết quả được thể hiện trong bảng 10.

Trong tất cả các trường hợp, dung môi trùng hợp vẫn còn trong nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm (thể phân tán microgel loại nhân-vành). Dung môi trùng hợp, nước và etanol hoặc polyol, cũng được chứa trong mỹ phẩm trắng đục; do đó, nồng độ của chúng cũng được thể hiện trong bảng này.

[Bảng 10]

	Các ví dụ thử nghiệm (%)							
	1-1*	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8*
Nước được trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng
Glyxerin	5	5	5	5	5	5	5	5
Polyetylglycol 1000	1	1	1	1	1	1	1	1
Dung dịch chiết xuất rễ cây mẫu đơn bụi (<i>Paeonia suffruticosa</i>)	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Dung dịch chiết xuất quả mâm xôi đỏ (<i>Rubus idaeus</i>)	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Dung dịch chiết xuất cây <i>Saxifraga sarmentosa</i>	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Tinh dầu bạc hà	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Axit xitric (thực phẩm)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Natri xitrat	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
Natri hexametha phosphat	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
Phenoxyetanol	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Hương liệu	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 1	1	—	—	—	—	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 2	—	1	—	—	—	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 3	—	—	1	—	—	—	—	—

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 4	—	—	—	1	—	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 10	—	—	—	—	1	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 12	—	—	—	—	—	1	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 14	—	—	—	—	—	—	1	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 16	—	—	—	—	—	—	—	1
Nồng độ microgel loại nhân-vành trong chất lỏng phân tán microgel	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Nồng độ nước trong chất lỏng phân tán microgel	0,54	0,54	0,54	0,54	0,81	0,81	0,81	0,81
Nồng độ etanol trong chất lỏng phân tán microgel	0,36	—	—	—	—	—	—	0,09
Nồng độ dipropylen glycol trong chất lỏng phân tán microgel	—	0,36	—	—	0,09	—	—	—
Nồng độ 1,3-butylen glycol trong chất lỏng phân tán microgel	—	—	0,36	—	—	0,09	—	—
Nồng độ isopren glycol trong chất lỏng phân tán microgel	—	—	—	0,36	—	—	0,09	—
Chỉ tiêu đánh giá (1): mức độ trong suốt 600nm (%)	36,7	48,2	45,7	50,3	35,5	84	83,3	56,2
Chỉ tiêu đánh giá (2-1): Độ ổn định	A	A	A	A	A	A	A	A
Chỉ tiêu đánh giá (3): Kích ứng da	C	A	A	B	A	A	B	C
Chỉ tiêu đánh giá (4-1): Không dính	A	A	A	A	A	A	A	A
Chỉ tiêu đánh giá (4-2): Cảm giác giàu	B	A	A	A	B	B	B	B
Chỉ tiêu đánh giá (4-3): Tính tương thích với da nhanh	B	A	A	A	B	B	B	B

Như được thể hiện trên bảng 10, tất cả các mỹ phẩm trắng đục của các ví dụ thử nghiệm 1-1 đến 1-8, trong đó chất lỏng phân tán microgel của các ví dụ sản xuất 1 đến 4, 10, 12, 14, hoặc 16 được trộn vào, đều thể hiện diện mạo đục với độ trắng đục đến trong mờ nhạt và đều có độ ổn định và cảm giác khi sử dụng tuyệt vời. Tuy nhiên, các lotion trắng đục của các ví dụ thử nghiệm 1-1 và 1-8, trong đó chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 1 hoặc ví dụ sản xuất 16 chứa etanol được trộn vào, gây ra sự kích ứng nhất định đối với da của người thử nghiệm có da nhạy cảm.

Do đó, các mỹ phẩm trắng đục không chứa etanol, trong đó thể phân tán microgel loại nhân-vành, được sản xuất bằng cách sử dụng polyol làm dung môi trùng hợp thay cho etanol, được trộn vào, thể hiện không chỉ độ ổn định và cảm giác khi sử dụng tốt mà còn ít gây kích ứng.

<Ví dụ 2: Mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước>

Sau đó, các tác giả sáng chế đã sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước, trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm nêu trên được trộn với các thành phần trộn được liệt kê trong bảng 11 dưới đây, bằng phương pháp sản xuất được mô tả dưới đây. Đối với các mẫu tương ứng, việc đánh giá được thực hiện bằng các phương pháp đánh giá (2) đến (5) nêu trên. Kết quả được thể hiện trong bảng 11.

Trong tất cả các trường hợp, dung môi trùng hợp vẫn còn trong nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm (thể phân tán microgel loại nhân-vành). Dung môi trùng hợp, nước và etanol hoặc polyol, cũng được chứa trong mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước; do đó, nồng độ của chúng cũng được thể hiện trong bảng này.

• Phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước

Các thành phần pha nước khác nhau như các polyol và các chất làm đặc được bổ sung vào nước tinh khiết và trộn. Bổ sung nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế vào hỗn hợp, và khuấy và trộn. Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm và các thành phần pha nước được phân tán đồng nhất, và bổ sung các thành phần pha dầu vào đó, sau đó trộn cắt bằng máy trộn đồng nhất cho đến khi đồng nhất để thu được chế phẩm nhũ hóa dầu trong nước.

[Bảng 11]

	Các ví dụ thử nghiệm (%)							
	2-1*	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7	2-8
Nước được trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng
Parafin lỏng	10	10	10	10	10	10	10	10
Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	10	10	10	10	10	10	10	10
Dimethylpolysiloxan (6cs)	10	10	10	10	10	10	10	10
Carboxyvinylpolyme	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Kali hydroxit	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Phenoxyetanol	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Chất tạo chelat	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp
Hương liệu	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 1	10	—	—	—	—	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 2	—	10	—	—	—	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 3	—	—	10	—	—	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 4	—	—	—	10	—	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 6	—	—	—	—	10	—	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 8	—	—	—	—	—	10	—	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 9	—	—	—	—	—	—	10	—
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 10	—	—	—	—	—	—	—	10
Nồng độ microgel loại nhân-vành trong chất lỏng phân tán microgel	1	1	1	1	1	1	1	1
Nồng độ nước trong chất lỏng phân tán microgel	5,4	5,4	5,4	5,4	1,8	3,6	7,2	8,1
Nồng độ etanol trong chất lỏng phân tán microgel	3,6	—	—	—	—	—	—	—
Nồng độ dipropylen glycol trong chất lỏng phân tán microgel	—	3,6	—	—	7,2	5,4	1,8	0,9
Nồng độ 1,3-butylen glycol trong chất lỏng phân tán microgel	—	—	3,6	—	—	—	—	—

Nồng độ isopren glycol trong chất lỏng phân tán microgel	—	—		3,6	—	—	—	—
Tiêu chí đánh giá (2-1): Độ ổn định nhũ tương (diện mạo)	A	A	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2-2): Độ ổn định nhũ tương (Hạt)	A	A	A	A	A	A	A	A
Chỉ tiêu đánh giá (3): Kích ứng da	D	A	A	B	B	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (4-1): Tươi mát như sương	A	A	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (4-2): không có cảm giác cọ xát	A	A	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (4-3): không có cảm giác bột	A	A	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (5): Độ ổn định theo thời gian	A	A	A	A	A	A	C	C

Như được thể hiện trên bảng 11, tất cả các mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước của các ví dụ thử nghiệm 2-1 đến 2-8, trong đó chất lỏng phân tán microgel của các ví dụ sản xuất 1 đến 4, 6, hoặc 8 đến 10 được trộn làm chất nhũ hóa, đều thể hiện độ ổn định nhũ tương, cảm giác khi sử dụng, và độ ổn định theo thời gian tuyệt vời. Tuy nhiên, mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước của ví dụ thử nghiệm 2-1, trong đó chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 1 chứa etanol được trộn vào, gây ra sự kích ứng đối với da của người thử nghiệm có da nhạy cảm.

Do đó, các mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước không chứa etanol, trong đó thể phân tán microgel loại nhân-vành, được sản xuất bằng cách sử dụng polyol làm dung môi trung hợp thay cho etanol, được trộn vào, thể hiện không chỉ độ ổn định và cảm giác khi sử dụng tốt mà còn ít gây kích ứng.

Sau đó, các tác giả sáng chế đã sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước, trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm nêu trên (ví dụ sản xuất 11) được trộn với các thành phần trộn được liệt kê trong bảng 12 dưới đây, bằng phương pháp sản xuất được mô tả dưới đây. Đối với các mẫu tương ứng, việc đánh giá được thực hiện bằng các phương pháp đánh giá (2) đến (5) nêu trên. Kết quả được thể hiện trong bảng 12.

[Bảng 12]

	Các ví dụ thử nghiệm (%)					
	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6
Nước được trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng	cân bằng
Isododecan	3	5	10	20	30	40
Xetyl octanoat	3	5	10	20	30	40
Carboxyvinylpolyme	0,2	0,2	0,15	0,1	0,05	—
Kali hydroxit	0,12	0,12	0,09	0,06	0,03	—
Phenoxyetanol	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Chất tạo chelat	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 11	10	10	10	10	10	10
Tiêu chí đánh giá (2-1): Độ ổn định nhũ tương (điện mao)	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (2-2): Độ ổn định nhũ tương (Hạt)	A	A	A	A	A	A
Chỉ tiêu đánh giá (3): Kích ứng da	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (4-1): Tươi mát như sương	A	A	A	A	B	B
Tiêu chí đánh giá (4-2): không có cảm giác cọ xát	B	B	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (4-3): không có cảm giác bột	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (5): Độ ổn định theo thời gian	A	A	A	A	A	A

※Nồng độ microgel loại nhân-vành trong chất lỏng phân tán nhân-vành: 1%

Nồng độ nước trong chất lỏng phân tán nhân-vành: 1,8%

Nồng độ 1,3-butylen glycol trong chất lỏng phân tán nhân-vành: 7,2%

Như được thể hiện trên bảng 12, tất cả các mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước của các ví dụ thử nghiệm 3-1 đến 3-6, trong đó chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 11 được trộn làm chất nhũ hóa, đều thể hiện độ ổn định nhũ tương, cảm giác khi sử dụng, và độ ổn định theo thời gian tuyệt vời, và mức độ kích ứng là thấp.

Do đó, các mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước, trong đó thể phân tán

microgel loại nhân-vành, được sản xuất bằng cách sử dụng polyol, 1,3-butylen glycol làm dung môi trùng hợp thay cho etanol, được trộn vào, thể hiện không chỉ độ ổn định và cảm giác khi sử dụng tốt mà còn ít gây kích ứng.

Tiếp theo, các tác giả sáng chế đã sản xuất các mỹ phẩm hương thơm dạng nhũ tương dầu trong nước (ví dụ thử nghiệm 4-1 đến 4-3), trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế (ví dụ sản xuất 19) được trộn vào, bằng phương pháp sản xuất nêu trên. Hơn nữa, các tác giả sáng chế đã sản xuất các mỹ phẩm hương thơm thông thường (ví dụ thử nghiệm 4-4 đến 4-6) bằng phương pháp sản xuất thông thường. Đối với các mẫu tương ứng, việc đánh giá được thực hiện bằng các phương pháp đánh giá (2) đến (6) nêu trên. Kết quả được thể hiện trong bảng 13.

[Bảng 13]

	Các ví dụ thử nghiệm (%)					
	4-1	4-2	4-3	4-4*	4-5*	4-6*
Nước được trao đổi ion	cân bằng	cân bằng	cân bằng	—	—	—
Etanol	—	—	—	cân bằng	cân bằng	cân bằng
Polyme liên kết ngang dimethylacrylamit/natri acryloyldimetyltaurat	1	1	1	1	1	1
Hương liệu hương hoa trong bảng 14	5	8	20	5	8	20
Phenoxyetanol	0,3	0,3	0,3	—	—	—
Chất tạo chelat	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp	lượng thích hợp
Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 19	15	15	15	—	—	—
Tiêu chí đánh giá (2-1): Độ ổn định nhũ tương (diện mạo)	A	A	A	—	—	—
Tiêu chí đánh giá (2-2): Độ ổn định nhũ tương (Hạt)	A	A	A	—	—	—
Chỉ tiêu đánh giá (3): Kích ứng da	A	A	B	D	D	D
Tiêu chí đánh giá (4-1): Tươi mát như sương	A	A	A	C	C	C
Tiêu chí đánh giá (4-2): không có cảm giác cọ xát	A	A	A	D	C	C

Tiêu chí đánh giá (4-3): không có cảm giác bột	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (5): Độ ổn định theo thời gian	A	A	A	A	A	A
Tiêu chí đánh giá (6): Độ bền của hương thơm	B	B	A	D	D	C

※Nồng độ microgel loại nhân-vành trong chất lỏng phân tán microgel loại

nhân-vành: 1,5%

Nồng độ nước trong chất lỏng phân tán microgel loại nhân-vành: 4,05%

Nồng độ 1,3-butylen glycol trong chất lỏng phân tán microgel loại nhân-vành: 9,45%

Thành phần hương liệu hương hoa được thể hiện dưới đây.

[Bảng 14]

	(%)
Dầu cam	4
Dầu chanh	3
Dihydromyrcenol	3
Linalool	15
Nền hoa hồng	12
Terpineol	5
β -metyl ionon	5
β -ionon	5
Vertofix	10
Hedione	18
Florosa (FLOROSA, sản xuất bởi Quest Int.)	20

Như được thể hiện trên bảng 13, tất cả các mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước được trộn hương liệu của các ví dụ thử nghiệm 4-1 đến 4-3, trong đó chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 19 được trộn làm chất nhũ hóa, đều thể hiện độ ổn định nhũ tương, cảm giác khi sử dụng, và độ ổn định theo thời gian tuyệt vời. Các mẫu của các ví dụ thử nghiệm 4-1 đến 4-3 là ít kích ứng da và có độ lưu hương tuyệt vời so với các mẫu thuộc loại nền hương thông thường, trong đó hương liệu được hòa tan trong etanol (các ví dụ thử nghiệm 4-4 đến 4-6).

Phân dưới đây liệt kê các ví dụ công thức phối chế các mỹ phẩm khác nhau, trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo sáng chế, được trùng hợp trong hệ dung môi nước-polyol, được trộn; tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ

này. Tất cả các mỹ phẩm thu được từ các ví dụ công thức phối chế dưới đây đều biểu hiện độ ổn định cao, mức kích ứng da thấp, và cảm giác khi sử dụng ưu việt.

Ví dụ 1: Lotion làm trắng

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 18	3
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 0,3%, nước: 0,81%, dipropylen glycol: 1,89%)	
Dipropylen glycol	1
Polyetylen glycol 1000	1
Polyoxyetylen metyl glycosit	1
Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	0,1
Dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen	0,2
Polyglyxeryl diisostearat	0,15
Natri N-stearoyl-L-glutamat	0,1
Axit xitric	0,05
Natri xitrat	0,2
Kali hydroxit	0,4
Dikali glycyrrhizinat	0,1
Arginin hydroclorua	0,1
Chiết xuất cây tầm ma	0,1
Axit tranexamic	2
Kali 4-metoxysalixylat	1
Trinatri edetat	0,05
2-etylhexyl parametoxi xinamat	0,01
Dibutyl hydroxytoluen	lượng thích hợp
Paraben	lượng thích hợp
Nước biển sâu	3
Nước tinh khiết	cân bằng
Hương liệu	lượng thích hợp

Ví dụ 2: Lotion đặc

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 19	1
---	---

(Microgel trong chất lỏng phân tán: 0,1%, nước: 0,27%, dipropylen glycol: 0,63%)

Glyxerin	0,5
Dipropylen glycol	2,0
1,3-butylen glycol	6
Dầu hương thảo	0,01
Dầu cây xô thơm	0,01
Axit xitric	0,02
Natri xitrat	0,08
Natri hexametha phosphat	0,03
Hydroxypropyl- β -cyclodextrin	0,1
Chiết xuất vỏ bồ hòn	0,1
Chiết xuất quả tường vi	0,1
Chiết xuất búp hoa ly	0,1
Chiết xuất vỏ cây hoàng bá	0,1
Chiết xuất quả cây hồng Rosa roxburghii	0,1
Chiết xuất quả mâm xôi đỏ	0,1
Dầu oải hương	0,1
Chiết xuất hạt đào	0,1
Retinol	0,02
Natri alginat	0,001
Nước tinh khiết	cân bằng

Ví dụ 3: Chiết phẩm làm đẹp

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 20	1,0
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 0,1%, nước: 0,27%, dipropylen glycol: 0,63%)	
Glyxerin	1,0
1,3-butylen glycol	5,0
Octyl metoxy xinamat	0,2
Parafin lỏng	0,02
Natri hexametha phosphat	0,03

Trimetyl glyxin	1,0	
Natri polyaspartat	0,1	
Muối kali dieste của axit 2-L-ascorbic và axit α -tocopherol phosphoric		0,1
Thiotaurin	0,1	
Chiết xuất trà xanh	0,1	
Chiết xuất lá bạc hà Âu	0,1	
Chiết xuất rễ cây Iris florentina	0,1	
Trinatri etylendiamintetraaxetat	0,1	
Carboxyvinylpolyme	0,05	
Kali hydroxit	0,02	
Phenoxy etanol		lượng thích hợp
Nước tinh khiết		cân bằng
Hương liệu		lượng thích hợp

Ví dụ 4: Lotion thể sữa

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 21	5	
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 0,5%, nước: 1,35%, dipropylen glycol: 3,15%)		
Dimethylpolysiloxan 6cs	3	
Glyxerin	6	
1,3-butylen glycol	5	
Octyl metoxy xinamat	3	
Dầu hướng dương	1	
Squalan	2	
Kali hydroxit	0,1	
Natri hexametha phosphat	0,05	
Hydroxypropyl- β -cyclodextrin	0,1	
Dikali glycyrrhizinat	0,05	
Chiết xuất lá nhót tây (Eriobotrya japonica)	0,1	
Natri L-glutamat	0,05	
Chiết xuất quả tiểu hồi hương (Foeniculum vulgare)	0,1	

Chiết xuất nấm men	0,1
Dầu oải hương	0,1
Chiết xuất <i>Rehmannia chinensis</i>	0,1
Dimorpholino pyridazinon	0,1
Gôm xanthan	0,1
Carboxyvinylpolyme	0,1
Colcothar	lượng thích hợp
Sắt oxit vàng	lượng thích hợp
Paraben	lượng thích hợp
Nước tinh khiết	cân bằng

Ví dụ 5: Kem làm ẩm

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 22	8
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 0,8%, nước: 2,16%, dipropylen glycol: 5,04%)	
Parafin lỏng	10
Dimethylpolysiloxan 6cs	5
Squalan	15
Pentaerythritol tetra-2-ethylhexanoat	5
Glyxeryl tri-2-ethylhexanoat	10
Glyxerin	10
1,3-butylen glycol	2
Erythritol	1
Polyetylen glycol 1500	5
Kali hydroxit	0,1
Natri hexametha phosphat	0,05
Tocopherol axetat	0,05
Este p-hydroxybenzoat	lượng thích hợp
Hydroxypropylmetyl xenluloza	0,3
Rượu polyvinyl	0,1
Carboxyvinylpolyme	0,2

Nước tinh khiết cân bằng

Ví dụ 6: Kem làm sạch

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 23	15
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1,5%, nước: 4,05%, dipropylen glycol: 9,45%)	
α -olefin oligome	20
Va-dơ-lin	5
Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	20
Dimetylpolysiloxan 6cs	2
Metylphenyl polysiloxan	15
Rượu batyl	0,5
Copolyme polyoxyetylen/metylpolysiloxan	1
Glyxerin	7
Dung dịch sorbitol (70%)	18
Dầu thầu dầu hydro hóa polyoxyetylen (60)	1
Polyoxyetylen (25) polyoxypropylen glycol (30)	2
Natri axit béo dầu dừa metyl taurin	1
L-serin	0,1
Chiết xuất vỏ cây hoàng bá	0,1
Natri alginat	0,1
Nước tinh khiết	cân bằng
Hương liệu	lượng thích hợp

Ví dụ 7: Lotion thể sữa chống nắng

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 24	10
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1%, nước: 2,7%, dipropylen glycol: 6,3%)	
Isododecan	8
Octyl octanoat	5
Etylhexyl metoxyxinamat	5
Octocrylen	2

Bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin	3
Oxybenzon	1
Etanol	5
1,3-butylen glycol	5
Trietanol amin	0,1
Gôm xanthan	0,1
Copolymer (acrylat/alkyl acrylat(C10-30))	0,1
Carbomer	0,1
Axit tranexamic	2
Talc	3
Phenoxy etanol	lượng thích hợp
Dinatri edetat	lượng thích hợp
Nước tinh khiết	cân bằng
Hương liệu	lượng thích hợp

Ví dụ 8: Lotion làm sạch

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 25	10
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1%, nước: 2,7%, dipropylen glycol: 6,3%)	
Parafin lỏng	10
Va-dơ-lin	5
Xetanol	1
Diglyxerin	0,5
1,3-butylen glycol	5
Polyetylen glycol 1500	3
Axit stearic	2
Polyoxyetylen sorbitan (20 E.O.) monolaurat	0,2
Trietanol amin	1
Tocopherol axetat	0,1
Carboxyvinylpolyme	0,03
Paraben	lượng thích hợp

Nước tinh khiết	cân bằng
-----------------	----------

Ví dụ 9: Kem dưỡng tóc

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 2	10
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1%, nước: 5,4%, dipropylen glycol: 3,6%)	
Parafin lỏng	5
Va-dơ-lin	2
Dimethylpolysiloxan 6cs	5
Xetanol	4
Rượu stearyl	1
1,3-butylen glycol	10
Polyoxypropylen glyxeryl	2
Glyxeryl monostearat ưa béo	2
Polyme JR-400	0,5
Este p-hydroxybenzoat	lượng thích hợp
Nước tinh khiết	cân bằng
Hương liệu	lượng thích hợp

Ví dụ 10: Kem tạo kiểu tóc

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 3	10
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1%, nước: 5,4%, 1,3-butylen glycol: 3,6%)	
Isoparafin dễ bay hơi	5
Dimethylpolysiloxan 6cs	2
Metyl polysiloxan trùng hợp cao	2
Glyxerin	5
Polyoxyetylen decaglyxeryl ete	5
Axit isostearic	1
Natri hydroxit	0,15
Este p-hydroxybenzoat	lượng thích hợp
Phenoxy etanol	lượng thích hợp

Trinatri edetat	lượng thích hợp
Gôm xanthan	0,5
Carrageenan	0,3
Copolymer vinyl axetat/vinyl pyrrolidon	2
Carboxyvinylpolyme	0,5
Nước tinh khiết	cân bằng

Ví dụ 11: Kem dầu dưỡng tóc

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 4	10
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1%, nước: 5,4%, isopren glycol: 3,6%)	
Polyisobuten hydro hóa	cân bằng
Oxybenzon	lượng thích hợp
Metyl polysiloxan trùng hợp cao	10

Ví dụ 12: Chế phẩm xử lý tóc

Thể phân tán microgel của ví dụ sản xuất 6	10
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1%, nước: 1,8%, dipropylen glycol: 7,2%)	
Dimethylpolysiloxan 6cs	2
Xetanol	0,5
Rượu behenyl	3
Glyxerin	3
Xetyl 2-ethylhexanoat	1
Stearyltrimetylamonium clorua	0,7
Axit xitric	0,05
Dung dịch natri lactat	0,01
Dikali glycyrrhizinat	0,1
Chiết xuất búp hoa ly	0,1
Hydroxyetyl xenluloza	0,1
Este p-hydroxybenzoat	lượng thích hợp
Nước tinh khiết	cân bằng

Hương liệu

lượng thích hợp

Ví dụ 13 Kem nền nhũ tương

Chất lỏng phân tán microgel của ví dụ sản xuất 7	10
(Microgel trong chất lỏng phân tán: 1%, nước: 1,8%, dipropylen glycol: 7,2%)	
Titan oxit được phủ bằng nhựa silicon được biến đổi alkyl	9,0
Titan oxit hạt siêu mịn được phủ bằng nhựa silicon được biến đổi alkyl (40 nm)	5,0
Sắt oxit (đỏ) được phủ bằng nhựa silicon được biến đổi alkyl	0,5
Sắt oxit (vàng) được phủ bằng nhựa silicon được biến đổi alkyl	1,5
Sắt oxit (đen) được phủ bằng nhựa silicon được biến đổi alkyl	0,2
Organopolysiloxan được biến đổi polyoxyalkylen	0,5
Decametylpentacyclosiloxan	5,0
Octyl p-metoxysinamat	5,0
Acryl silicon	4,0
Glyxerin dynamit	6,0
Gôm xanthan	0,1
Carboxymetyl xenluloza	0,3
Copolyme natri acryloyldimetyl taurin/hydroxyetyl acrylat (hàm lượng: 35 đến 40% khối lượng)	1,5
Nước được trao đổi ion	cân bằng

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm bao gồm thể phân tán microgel loại nhân-vành bao gồm các bước:

trùng hợp gốc:

monome phân tử lớn polyetylen oxit có công thức hóa học (1);

monome kỵ nước có công thức hóa học (2), và

monome liên kết ngang có công thức hóa học (3);

trong đó:

(A) tỷ lệ mol giữa lượng mol polyetylen oxit cấp vào và lượng mol các monome kỵ nước cấp vào là nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/250 (mol/mol);

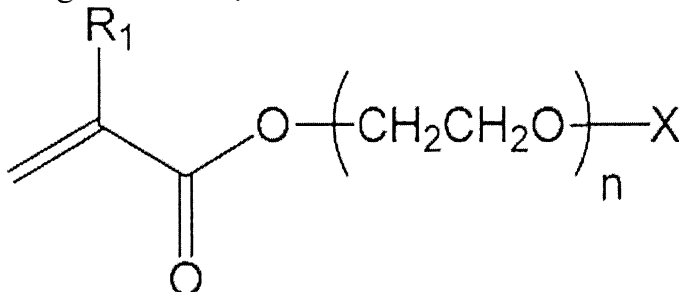
(B) các monome liên kết ngang nêu trên nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5% khối lượng so với các monome kỵ nước nêu trên;

(C) monome kỵ nước nêu trên là chế phẩm monome chứa ít nhất một axit metacrylic được chọn từ nhóm gồm các dẫn xuất của axit metacrylic mà có các nhóm alkyl có 1 đến 8 nguyên tử cacbon;

(D) dung môi được sử dụng để trùng hợp là dung môi hỗn hợp gồm nước và polyol mà là ít nhất một polyol được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol, 1,3-butylen glycol, và isopren glycol, và

(E) dung môi hỗn hợp gồm nước và polyol này có tỷ lệ nước/polyol nằm trong khoảng từ 90/10 đến 10/90 % theo khối lượng ở 20°C; và ngoài ra trong đó:

Công thức hóa học 1:

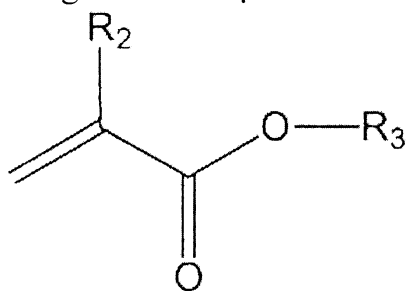


(1)

trong đó R₁ là nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và n là số nằm trong khoảng từ 8 đến 200 và

X là H hoặc CH₃;

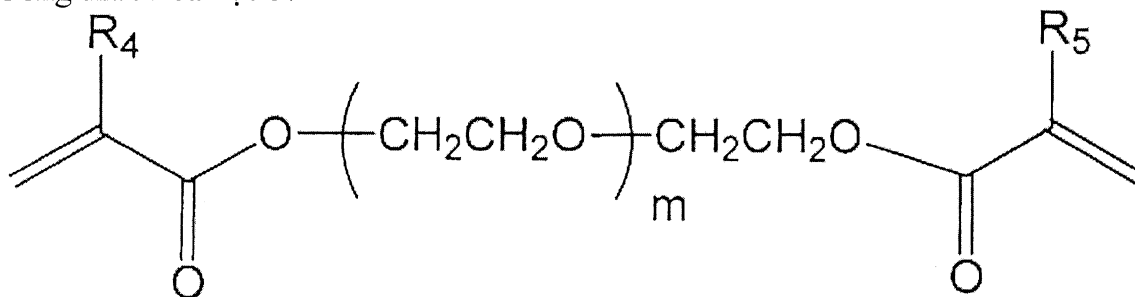
Công thức hóa học 2:



(2)

trong đó R₂ là nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và R₃ là nhóm alkyl có 1 đến 12 nguyên tử cacbon;

Công thức hóa học 3:



(3)

trong đó R₄ và R₅ lần lượt là các nhóm alkyl độc lập có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và

m là số từ 0 đến 2.

2. Phương pháp sản xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm theo điểm 1, trong đó nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm không chứa etanol.

FIG.1

