



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

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

(11)



1-0025292

(51)⁷ A61K 8/86; A61K 8/34; A61Q 19/00; (13) B
A61Q 17/04; A61K 8/06

(21) 1-2017-00066

(22) 28/05/2015

(86) PCT/JP2015/065434 28/05/2015

(87) WO2015/190305 17/12/2015

(30) 2014-122251 13/06/2014 JP

(45) 25/08/2020 389

(43) 27/03/2017 348A

(73) SHISEIDO COMPANY, LTD. (JP)

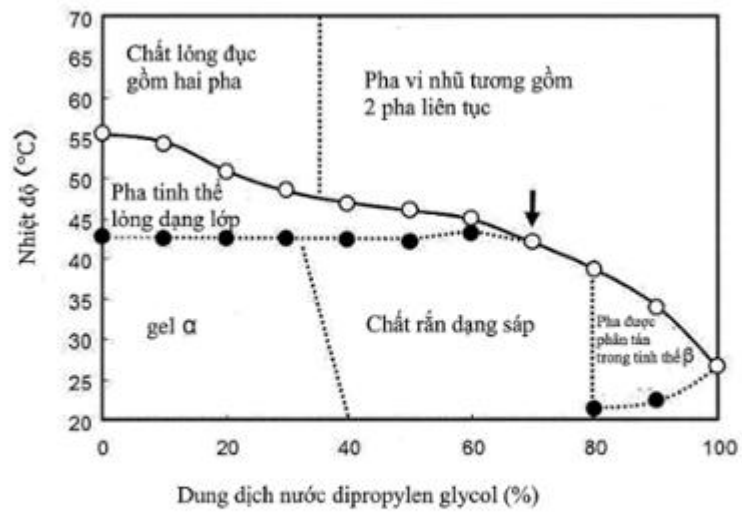
5-5, Ginza 7-chome, Chuo-ku, Tokyo 1040061, Japan

(72) MIYAHARA, Reiji (JP); YONEZAWA, Tetsuro (JP); Miyakawa, Makiyo (JP).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẾ PHẨM TẠO GEL α VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT MỸ PHẨM DẠNG
NHũ TƯƠNG DẦU TRONG NƯỚC CHỨA GEL α

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm trung gian cho phép điều chế một cách dễ dàng và ổn định mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước (O/W) chứa gel α , mỹ phẩm này có sự thay đổi độ nhớt rất nhỏ theo thời gian và độ ổn định nhũ tương tuyệt vời, mà không cần sử dụng thiết bị làm lạnh mà mang lại gánh nặng lớn đối với chi phí và môi trường, và phương pháp sản xuất mỹ phẩm này. Chế phẩm trung gian gel α bao gồm (A) từ 20 % đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 với tỷ lệ phân tử gam là từ 3:2 đến 5:1, và (B) từ 20 đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước với tỷ lệ khối lượng từ 4:6 đến 8:2, và trong đó chế phẩm này là chất lỏng gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C và một chất rắn ở nhiệt độ trong phòng.



Trạng thái pha của hỗn hợp gồm rượu xetostearyl + POE (15) oleyl etc / DPG / nước

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm trung gian dùng để điều chế mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước (O/W) chứa gel α và phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α bằng cách sử dụng chế phẩm trung gian này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong điều chế mỹ phẩm dạng nhũ tương, độ ổn định của nhũ tương là vấn đề cực kỳ quan trọng; vì vậy các công nghệ khác nhau đã được phát triển để cải thiện độ ổn định (ví dụ, Tài liệu phi sáng chế 1 và 2). Ví dụ, trong trường hợp nhũ tương O/W (dầu trong nước), nếu tinh thể lỏng hoặc các lớp gel α được tạo thành xung quanh các hạt nhũ tương, sự kết tập/sự hợp nhất của các hạt nhũ tương bị ức chế theo quy luật tự nhiên; vì vậy độ ổn định được biết là được cải thiện một cách đáng kể (Tài liệu phi sáng chế 1 và 2).

Gel α là một kết tập bao gồm hai lớp mỏng (màng gồm hai phân tử) được tạo thành bởi một chất hoạt động bề mặt ưa nước và một rượu bậc cao mạch thẳng hoặc axit béo không trung hòa có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn với sự có mặt của nước (Tài liệu phi sáng chế 3). Rượu bậc cao và chất hoạt động bề mặt được sắp xếp theo thứ tự trong hai lớp này với tỷ lệ phân tử là 3:1 (một cách cụ thể, nhóm ưa nước của rượu bậc cao nằm ở các góc của lục giác, và nhóm ưa nước của chất hoạt động bề mặt nằm ở tâm của hình lục giác) để tạo thành hệ lục giác (Tài liệu phi sáng chế 3, các trang 81 đến 82). Nó có cấu trúc tương tự như tinh thể lỏng dạng lớp; tuy nhiên, mức độ xếp chặt của mạch alkyl cao hơn tinh thể lỏng dạng lớp. Vì vậy, đặc tính ngăn cản là cao và khả năng giữ nước cũng tuyệt vời; vì vậy công nghệ ổn định đã nêu ở trên trong đó sử dụng gel α được sử dụng rộng rãi trong mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W (ví dụ, Tài liệu sáng chế 1).

Tuy nhiên, mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α trong pha bên ngoài (trong

sáng chế này, nó được gọi là mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α) có tính ổn định độ nhớt thấp theo thời gian, và được biết rằng độ nhớt tăng theo thời gian (nghĩa là, sản phẩm dần dần cứng lại).

Ngoài ra, quy trình làm lạnh nhũ tương không dễ dàng trong quá trình sản xuất. Nếu tốc độ làm lạnh rất chậm, một lượng lớn gel α được tạo thành trong pha ngoài và mỹ phẩm quá cứng. Nếu việc làm lạnh quá nhanh, tinh thể của rượu bậc cao sẽ lắng xuống và đôi khi tạo ra khối kết tập. Vì vậy quá trình này thường được thực hiện trong khi tốc độ làm lạnh được điều chỉnh bởi thiết bị làm lạnh (Onlator v.v.). Tuy nhiên, cần có một lượng lớn năng lượng; ngoài ra, một lượng lớn nước thải được tạo ra trong quá trình rửa thiết bị làm lạnh; do vậy tạo ra gánh nặng lớn đối với chi phí và môi trường.

Hơn nữa, trong phương pháp sản xuất thông thường, việc điều chế thể nhũ tương với cỡ hạt nhũ tương nhỏ (cụ thể là, cỡ hạt bằng 1 μm hoặc nhỏ hơn) được biết là khó khăn.

Liên quan đến vấn đề cỡ hạt nhũ tương trong số các vấn đề nêu trên mà mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α phải đối mặt với, tác giả sáng chế đã chỉ ra rằng mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có cỡ hạt nhũ tương bằng 1 μm hoặc nhỏ hơn có thể được điều chế bằng cách ban đầu điều chế nhũ tương dạng W/O và sau đó chuyển ngược nó thành nhũ tương dạng O/W (Tài liệu sáng chế 2).

Liên quan đến gánh nặng đã nêu trên về chi phí và môi trường, việc giảm gánh nặng này đã không thành công bằng cách điều chế chế phẩm trung gian với nồng độ cao. Trong Tài liệu sáng chế 3, các tác giả sáng chế đã báo cáo rằng mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có thể được điều chế mà không cần sử dụng thiết bị làm lạnh bằng cách điều chế phần nhũ tương nồng độ cao bằng cách nhũ hóa, ở 70°C hoặc cao hơn, pha dầu chứa rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt không phân ly, mà cùng với nhau có thể tạo thành gel α , thành phần dầu, và chỉ một phần pha nước và bằng cách pha loãng phần nhũ tương nồng độ cao này bằng pha nước còn lại ở gần nhiệt độ trong phòng. Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ

phương pháp điều chế mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W bằng cách điều chế gel dầu mịn (phần nhũ tương dạng dầu-gel) bằng cách bổ sung pha dầu đã được gia nhiệt kèm theo khuấy vào pha nước, ở đó dung môi có thể hòa tan trong nước ở nồng độ cao và chất hoạt động bề mặt không phân ly được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở khoảng 70°C, và sau đó bằng cách phân tán gel dầu này trong pha nước (cụ thể, xem Ví dụ 3 của Tài liệu sáng chế 4).

Tuy nhiên, liên quan đến sự thay đổi độ nhớt theo thời gian, mà đây là vấn đề lớn nhất đối với mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α , không có biện pháp hữu hiệu nào để ức chế sự thay đổi này được công bố. Ngoài ra, các chế phẩm trung gian nêu trên (phần nhũ tương nồng độ cao và phần nhũ tương dầu-gel) ở trạng thái không được cân bằng về mặt nhiệt động học; do đó cần có chế phẩm trung gian ổn định khi bảo quản.

Tài liệu liên quan

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Đơn sáng chế Nhật bản có số công bố 3829048

Tài liệu sáng chế 2: Đơn sáng chế Nhật bản có số công bố 5047369

Tài liệu sáng chế 3: Đơn sáng chế Nhật bản có số công bố 4709320

Tài liệu sáng chế 4: Đơn sáng chế Nhật bản có số công bố H02-51665

Tài liệu phi sáng chế

Tài liệu phi sáng chế 1: Yakugaku Zasshi, Vol. 104, No. 9, pages 986–989, 1894.

Tài liệu phi sáng chế 2: Toshiyuki Suzuki, Journal of SCCJ, Vol. 44, No. 2, pages 103–117, 2010. Tài liệu phi sáng chế 3: “Physical Chemistry of Cetyl Alcohol”, authored by Shoji Fukushima, published by Fragrance Journal Ltd., pages 79–83, 1992.

Tài liệu phi sáng chế 4: “Latest Functional Creation/Material Development/Applied Technology for Cosmetics”, authored by Masahiko Abe, Toshiyuki Suzuki, and Hiroshi Fukui, published by Gijutsu Kyoiku Shuppansha, 2007.

Tài liệu phi sáng chế 5: “Systematic Organic Qualitative Analysis (Edition for Mixtures)”, authored by Makoto Fujita and Masami Akatsuka, published by Kyoritsu Shuppan Co., Ltd., 1974.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết

Sáng chế được tạo ra khi xem xét vấn đề nêu trên của tình trạng kỹ thuật thông thường, và mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α một cách dễ dàng và bền vững, trong đó sự thay đổi độ nhớt là rất ít theo thời gian và độ ổn định nhũ tương là tuyệt vời, mà không cần sử dụng thiết bị làm lạnh.

Cách thức giải quyết vấn đề

Để đạt được mục đích nêu trên, các tác giả sáng chế tập trung vào các phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α thông thường. Như đã mô tả ở trên, trong phương pháp thông thường, mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α được điều chế bằng cách tiến hành nhũ hóa bằng bước bổ sung có kèm theo khuấy pha dầu, trong đó dầu và rượu bậc cao được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở khoảng 70°C, vào pha nước, trong đó chất hoạt động bề mặt ưa nước và các thành phần chứa nước khác được hòa tan trong nước và được gia nhiệt ở nhiệt độ khoảng 70°C, và bằng bước làm lạnh có kèm theo khuấy nhũ tương thu được đến nhiệt độ khoảng 35°C trong thiết bị làm lạnh (ví dụ, Tài liệu sáng chế 1-3). Tức là, đây là phương pháp tạo gel α một cách hiệu quả xung quanh các hạt nhũ tương bằng cách hòa tan một cách tương ứng chất hoạt động bề mặt ưa nước, trong số các thành phần của gel α (chất hoạt động bề mặt ưa nước, rượu bậc cao mạch thẳng có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, và nước), vào pha nước và rượu bậc cao ưa chất béo vào pha dầu, và bằng cách cho rượu bậc cao từ bên trong hạt nhũ tương đi ra pha nước sau khi nhũ hóa hai

pha bằng cách trộn.

Sự hòa tan của các thành phần có tính ưa nước cao trong pha nước và sự hòa tan của các thành phần có tính ưa chất béo cao trong pha dầu là các cách thức rất dễ nhận ra, và tất cả các Tài liệu sáng chế từ 1 đến 4 đều tuân theo lẽ thường này. Để thu nhận các hạt nhũ tương được bao bằng gel α , phương pháp sản xuất được mô tả trên đây, được thiết kế sao cho tất cả các thành phần của gel α cùng nằm trên bề mặt của các hạt nhũ tương, là cực kỳ hiệu quả và có chủ định.

Vì vậy, các tác giả sáng chế quyết định tìm kiếm các cách thức để giải quyết các vấn đề nêu trên bằng cách không tuân theo lẽ thường. Cụ thể là, các tác giả sáng chế đã điều tra khả năng điều chế pha lỏng ở đó gel α không được tạo ra, mặc dù tất cả các thành phần của gel α được hòa tan trong pha lỏng này, mà sự hình thành gel α có thể được tạo ra một cách dễ dàng bằng một quá trình riêng biệt. Trong sáng chế này, “pha lỏng (cụ thể là, trạng thái pha lỏng)” và “chất lỏng” là đồng nghĩa.

Sau khi tiến hành thử và vi sai, đã phát hiện ra rằng hỗn hợp gồm dung môi hòa tan trong nước với trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước với tỷ lệ khối lượng bằng từ 4:6 đến 8:2 trở thành pha lỏng có độ nhớt thấp không tạo gel α ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C, thậm chí là khi rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt ưa nước không phân ly được hòa tan trong đó với tỷ lệ phối trộn (3:2 đến 5:1), mà ở đó gel α có thể dễ dàng được tạo thành. Pha lỏng có độ nhớt thấp gồm có pha vi nhũ tương chứa hai pha liên tục hoặc pha vi nhũ tương chứa hai pha liên tục được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp, và gel α dễ dàng được tạo ra bằng cách bổ sung nước ở gần nhiệt độ trong phòng vào pha lỏng này và trộn. Khi dầu ở nhiệt độ 80°C hoặc nhiệt độ thấp hơn và nước ở gần nhiệt độ trong phòng được bổ sung liên tiếp vào pha lỏng có độ nhớt thấp và được trộn, đã phát hiện ra rằng nhũ tương O/W chứa gel α có mức độ ổn định độ nhớt cực cao theo thời gian, và có thể đạt được nhũ tương với độ ổn định cực cao, vì vậy sáng chế này được tạo ra.

Ngoài ra, tác giả sáng chế còn nhận thấy rằng pha lỏng với độ nhớt thấp được mô tả ở trên trở thành chất rắn giống như sáp ở nhiệt độ trong phòng và nó có thể được

bảo quản ổn định ở trạng thái này trong một khoảng thời gian dài.

Cụ thể là, sáng chế đề xuất chế phẩm trung gian tạo gel α bao gồm:

(A) từ 20 đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 ở tỷ lệ phân tử gam từ 3:2 đến 5:1, và

(B) từ 20 đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước ở tỷ lệ khối lượng là từ 4:6 đến 8:2,

và chế phẩm này là chất lỏng gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C và một chất rắn ở nhiệt độ trong phòng.

Để làm chất hoạt động bề mặt không phân ly ở phần (A) nêu trên, tốt hơn là một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm gồm polyoxyetylen alkyl ete, este của axit béo với polyetylen glycol, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen, và este của axit béo với polyoxyetylen glyxeryl có thể được sử dụng.

Hơn nữa, để làm dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 ở phần (B) nêu trên, tốt hơn là một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol, isopren glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butanediol, và propylen glycol có thể được sử dụng.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α , trong đó phương pháp sản xuất này bao gồm các bước từ (i) đến (iii) được nêu dưới đây:

(i) bước thu nhận chế phẩm trung gian gel α gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp bằng cách trộn kèm theo khuấy các thành phần (A) và (B) được nêu dưới đây ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C,

(A) từ 20 đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 ở tỷ lệ phân tử gam từ 3:2 đến 5:1, và

(B) từ 20 đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước ở tỷ lệ khối lượng là từ 4:6 đến 8:2,

(ii) bước bổ sung dầu ở nhiệt độ 80°C hoặc thấp hơn vào chế phẩm trung gian gel α thu được ở bước (i) đồng thời khuấy chế phẩm này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C, và

(iii) bước bổ sung nước ở nhiệt độ 30°C hoặc thấp hơn và với khối lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 50 lần khối lượng hỗn hợp vào hỗn hợp gồm chế phẩm trung gian gel α và dầu thu được ở bước (ii) đồng thời khuấy hỗn hợp này.

Bước (ii) nêu trên có thể được thực hiện sau khi bảo quản chế phẩm trung gian gel α thu được ở bước (i) nêu trên ở nhiệt độ trong phòng.

Sáng chế đề xuất chế phẩm trung gian để điều chế một cách dễ dàng và ổn định mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có độ ổn định độ nhớt cực cao theo thời gian độ ổn định nhũ tương tuyệt vời mà không cần sử dụng thiết bị làm lạnh, là thiết bị mang lại gánh nặng lớn về mặt chi phí và môi trường, và phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có sử dụng chế phẩm trung gian này. Chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế dễ dàng tạo gel α bằng cách bổ sung nước sau khi pha lỏng có độ nhớt thấp được hình thành bằng cách gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C. Vì vậy, có thể thu được một cách dễ dàng và chắc chắn nhũ tương O/W chứa gel α bằng cách bổ sung dầu đã được gia nhiệt vào pha lỏng có độ nhớt thấp và sau đó bổ sung nước ở gần nhiệt độ trong phòng (hoặc nước trong đó các thành phần chứa nước được hòa tan) và trộn. Ngoài ra, chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế có thể được bảo quản ổn định ở nhiệt độ trong phòng trong một khoảng thời gian dài.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig. 1 là trạng thái pha mà chế phẩm chứa 50 % khối lượng hỗn hợp gồm rượu xetostearyl:POE (15) oleyl ete = 3:1 (tỷ lệ phân tử gam) và 50 % khối lượng hỗn hợp gồm dipropylen glycol/nước (tỷ lệ khối lượng được lập đồ thị trên tung độ) có thể thu được ở các giá trị nhiệt độ khác nhau.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, các phương án được ưu tiên của sáng chế sẽ được giải thích. Trước tiên, chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế và các thành phần của nó sẽ được giải thích cụ thể.

PEG, POE, và POP trong phần mô tả sau đây là các chữ viết tắt dùng cho polyetylen glycol, polyoxyetylen, và polyoxypropylen, và các chữ số sau dấu gạch nối trong các chữ viết tắt là số phân tử gam trung bình cộng tương ứng. DPG là chữ viết tắt dùng cho dipropylen glycol.

Chế phẩm trung gian gel α

Chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế là chế phẩm chứa:

(A) hỗn hợp gồm một hoặc nhiều rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 ở tỷ lệ phân tử gam từ 3:2 đến 5:1, và

(B) hỗn hợp gồm một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước ở tỷ lệ khối lượng là từ 4:6 đến 8:2,

với tỷ lệ khối lượng của (A):(B) = 20:80 đến 80:20, là chất lỏng có độ nhớt thấp gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp (sau đây được gọi là “pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp” trong sáng chế này) ở nhiệt độ từ 50°C đến 80°C, và chất lỏng này trở thành chất rắn dạng sáp ở nhiệt độ trong phòng. Ở

trạng thái rắn nêu trên, có thể bảo quản ở nhiệt độ trong phòng trong thời gian dài.

Ở đây, thuật ngữ “trị số IOB (cân bằng vô cơ-hữu cơ)” có nghĩa là tỷ lệ giữa trị số vô cơ và trị số hữu cơ được tính toán bởi biểu đồ khái niệm hữu cơ của Makoto Fujita, và là chỉ số chỉ biết độ phân cực của các hợp chất hữu cơ (Tài liệu phi sáng chế 5). Trị số IOB của một hợp chất hữu cơ càng cao, độ phân cực của hợp chất càng lớn.

Chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế có thể dễ dàng tạo ra mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W trong đó xung quanh pha dầu (cụ thể là, các hạt nhũ tương) được bao bằng gel α , khi chế phẩm này được gia nhiệt đến nhiệt độ từ 50°C đến 80°C và sau đó dầu ở nhiệt độ 80°C hoặc thấp hơn và nước ở 30°C hoặc thấp hơn được bổ sung lần lượt vào chế phẩm này đồng thời khuấy. Vì vậy, chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế có thể được dùng làm chế phẩm trung gian cho mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α .

“Gel α ” theo sáng chế có nghĩa là kết tập gồm có lớp kép dạng lớp mỏng, ở đó hệ vòng sáu cạnh là đơn vị cơ bản, mà được tạo thành từ rượu bậc cao mạch thẳng có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt ưa nước không phân ly ở tỷ lệ phân tử là 3:1 (xem Tài liệu phi sáng chế 3, các trang từ 81 đến 82). Trong phân tích nhiễu xạ tia X, gel α thể hiện các pic sắc nét tương ứng với chiều dài kéo dài khoảng vài chục đến vài trăm Å trong vùng góc hẹp, ở đó góc nhiễu xạ bằng khoảng 10° hoặc nhỏ hơn, và một pic đơn sắc nét (ở vùng lân cận 4,15 Å) tương ứng với vòng sáu cạnh thuộc hệ vòng sáu cạnh (cụ thể là, khoảng cách ngắn) trong vùng góc rộng, ở đó góc nhiễu xạ bằng khoảng 10° hoặc lớn hơn. So với tinh thể lỏng dạng lớp mỏng, khó phân biệt gel α với tinh thể lỏng dạng lớp mỏng nhờ phổ nhiễu xạ trong vùng góc hẹp. Tuy nhiên, phổ nhiễu xạ trong vùng góc rộng là khác nhau rõ rệt (trong trường hợp tinh thể lỏng dạng lớp, halo, cụ thể là pic đơn rộng thu được trong vùng lân cận 4,5 Å); vì vậy, có thể phân biệt được gel α và tinh thể lỏng dạng lớp mỏng một cách dễ dàng (xem Tài liệu phi sáng chế 4, các trang 238-241).

Do vậy, trong sáng chế này, khi nhiễu xạ tương ứng với khoảng cách dài thu được trong vùng góc hẹp của phổ nhiễu xạ tia X và một pic đơn sắc nét thu được trong

vùng góc rộng, xác định được đây là chế phẩm chứa gel α .

“Pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục”, có thể được tạo thành từ chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế ở nhiệt độ từ 50°C đến 80°C, là pha lỏng ở trạng thái một pha được cân bằng về mặt nhiệt động học bao gồm hai lớp lặp lại được tạo thành từ rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 được định hướng sao cho các nhóm ưa nước (hoặc các nhóm kỵ nước) tương ứng nằm gần nhau trong không gian. Không giống như gel α đã mô tả ở trên, việc sắp xếp rượu bậc cao và chất hoạt động bề mặt không phân ly dọc theo hướng của mặt phẳng màng của hai lớp lặp lại đã nêu ở trên là không có tính quy củ, và toàn bộ hệ này có tính đẳng hướng quang học. Hệ này trở nên không màu và trong suốt ở khoảng 80°C; khi thuốc nhuộm ưa nước/thuốc nhuộm kỵ nước được bổ sung, quan sát thấy sự khuếch tán của cả hai loại thuốc nhuộm trong toàn bộ hệ này; vì vậy, dễ dàng xác nhận rằng đây là pha gồm hai pha liên tục.

“Pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp”, mà có thể được tạo thành từ chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C là pha lỏng trong đó tinh thể lỏng dạng lớp được phân tán trong “pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục” được nêu ở trên do sự kết tinh cục bộ chất lỏng của hai lớp lặp lại. Tương tự như “pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục” đã nêu ở trên, pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp trở nên không màu và trong suốt ở nhiệt độ khoảng 80°C, và có thể quan sát thấy sự khuếch tán của thuốc nhuộm ưa nước và thuốc nhuộm kỵ nước vào toàn bộ hệ này. Tuy nhiên, pha này chứa các tinh thể lỏng dạng lớp; Vì vậy, nó không đẳng hướng quang học. Do đó, khi chế phẩm bao gồm pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp được ly tâm ở tốc độ thấp (ví dụ, ly tâm tốc độ thấp ở khoảng 2000 vòng/phút bằng thiết bị ly tâm loại himacCF7D2 do Hitachi Koki Co., Ltd. sản xuất), xảy ra sự tách thành lớp bên trên có tính đẳng hướng quang học (pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục) và lớp bên dưới không có tính đẳng hướng quang học (pha mà trong đó tinh thể lỏng dạng lớp được cô đặc); vì vậy, có thể dễ dàng phân biệt với pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục. Trong sáng chế này, pha mà trong đó tỷ lệ phần trăm của lớp bên dưới là khoảng 5 % thể tích hoặc

thấp hơn so với tổng chế phẩm được định nghĩa là “pha được phân bố trong tinh thể lỏng dạng lớp”.

Trong sáng chế này, pha lỏng (chất lỏng) gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục nêu trên và pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp nêu trên đôi khi được gọi là “pha lỏng (chất lỏng) có độ nhớt thấp”. Thuật ngữ “độ nhớt thấp” được sử dụng trái ngược với độ nhớt của gel α và pha tinh thể lỏng dạng lớp là rất cao (gần với chất rắn).

Rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn

Rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể dùng làm thành phần (A) theo sáng chế không giới hạn cụ thể miễn là chúng có thể tạo thành gel α trong nước với chất hoạt động bề mặt không phân ly và có thể dùng trong lĩnh vực mỹ phẩm, dược phẩm, và thuốc dùng không cần theo chỉ dẫn của bác sỹ. Ví dụ cụ thể bao gồm rượu xetyl, rượu xetostearyl, rượu stearyl, rượu behenyl, và rượu batyl. Tốt hơn là rượu bậc cao mạch thẳng có 16 đến 24 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là rượu bậc cao bão hòa mạch thẳng có 16 đến 24 nguyên tử cacbon. Rượu bậc cao theo sáng chế bao gồm este của mono axit béo với glyxerin.

Theo sáng chế, một hoặc nhiều rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn có thể được sử dụng làm thành phần (A). Chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17

Chất hoạt động bề mặt không phân ly có thể dùng làm thành phần (A) theo sáng chế là các chất hoạt động bề mặt không phân ly có thể tạo gel α trong nước với rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Chúng có thể là chất hoạt động bề mặt ưa nước không phân ly được dùng trong lĩnh vực mỹ phẩm, dược phẩm, và thuốc dùng không cần theo chỉ dẫn của bác sỹ. Trị số HLB tốt hơn là bằng từ 7 đến 17, và đặc biệt tốt hơn là từ 8 đến 17; một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm gồm polyoxyetylen alkyl ete, este của axit béo với polyetylen glycol, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen, và các axit béo glyxeryl polyoxyetylen có trị số HLB nêu trên là được ưu tiên. Trong số chúng, các ví dụ được đặc biệt ưu tiên bao

gồm POE (10) behenyl ete (HLB = 10,0, ví dụ, Nikkol BB-10 do Nikko Chemicals Co., Ltd. sản xuất), POE (20) behenyl ete (HLB = 16,5, ví dụ, Nikkol BB-20 do Nikko Chemicals Co., Ltd. sản xuất), POE (15) oleyl ete (HLB = 16,0, ví dụ, Emalex 515 do Nihon Emulsion Co., Ltd. sản xuất), este của axit béo với sorbitan dầu cọ (HLB = 8,6), POE (30) dầu thầu dầu được hydro hóa (HLB = 11,0, ví dụ, Nikkol HCO-30 do Nikko Chemicals Co., Ltd. sản xuất), và POE (60) dầu thầu dầu được hydro hóa (HLB = 14,0, ví dụ, Nikkol HCO-60 do Nikko Chemicals Co., Ltd. sản xuất).

Tỷ lệ phân tử gam của rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt không phân ly, được trộn dưới dạng thành phần (A) của sáng chế, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3:2 đến 5:1 và tốt nhất là 3:1. Điều đó là do khi tỷ lệ phân tử gam giữa rượu bậc cao được mô tả ở trên và chất hoạt động bề mặt không phân ly nằm trong khoảng từ 3:2 đến 5:1, gel α được cho là được hình thành một cách hữu hiệu.

Khi tỷ lệ chất hoạt động bề mặt không phân ly cao hơn tỷ lệ phân tử gam đã mô tả ở trên, gel α có thể không được tạo thành một cách thích đáng trên bề mặt quanh của các giọt dầu của mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W, và khi tỷ lệ rượu bậc cao cao hơn, các tinh thể rượu bậc cao có thể được sinh ra trong mỹ phẩm dạng nhũ tương.

Dung môi hòa tan trong nước với trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5

Dung môi hòa tan trong nước với trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5, có thể dùng làm thành phần (B) trong sáng chế, không bị giới hạn cụ thể miễn là chúng thường được sử dụng trong mỹ phẩm. Tuy nhiên, một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol (IOB = 1,80), isopren glycol (IOB = 2,20), 1,3-butanediol (IOB = 2,50), 1,4-butanediol (IOB = 2,50), polyetylen glycol có phân tử lượng trung bình bằng 300 hoặc thấp hơn (ví dụ, PEG-200 với IOB = 2,92), và propylen glycol (IOB = 3,33) là được ưu tiên. Trong số chúng, dipropylen glycol, isopren glycol, 1,3-butanediol, và propylen glycol là được ưu tiên hơn, và dipropylen glycol, 1,3-butanediol, và propylen glycol là được ưu tiên nhất.

Trong sáng chế, một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng

từ 1,5 đến 3,5 có thể được sử dụng làm thành phần (B).

Trong chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế, tỷ lệ phối trộn giữa thành phần (A) và thành phần (B) nêu trên tốt hơn là (A): (B) = 20:80 đến 80:20 theo tỷ lệ khối lượng. Nếu (A) nhỏ hơn 20 % khối lượng, cảm giác khi sử dụng mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W có xu hướng trở nên tồi. Nếu (A) lớn hơn 80 % khối lượng, pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp có thể không được hình thành.

Trong phần sau đây, dầu và nước có thể trộn lẫn trong mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α theo sáng chế sẽ được giải thích rõ hơn. Dầu và nước là các thành phần trở thành pha bên trong và bên ngoài của mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α theo sáng chế sau khi bổ sung chúng vào chế phẩm trung gian gel α nêu trên.

Dầu

Trong sáng chế, dầu có thể trộn được dùng làm lớp bên trong của mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ về dầu này bao gồm các dầu và chất béo ở dạng lỏng, dầu và chất béo ở dạng rắn, sáp, dầu hydrocacbon, axit béo bậc cao, dầu este tổng hợp, dầu silicon, và một số rượu bậc cao (bao gồm các rượu có thể dùng làm thành phần (A) trong sáng chế này). Lượng dầu phối trộn không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, tốt hơn nếu lượng này là từ 1 đến 50 % khối lượng so với mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α . Nằm ngoài khoảng này, cảm giác khi sử dụng có thể là tồi.

Ví dụ về các dầu và chất béo dạng lỏng bao gồm dầu bơ, dầu hoa trà, dầu từ rùa, 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 mỳ, dầu Sở (Trà mai), dầu thầu dầu, dầu cây lanh, dầu cây rum, dầu hạt bông, dầu tía tô, dầu đậu tương, dầu lạc, dầu hạt chè, dầu kaya, dầu cám gạo, dầu cây bèo đồng Trung quốc, dầu cây bèo đồng Nhật bản, dầu jojoba, dầu mầm, và triglycerin.

Ví dụ về các dầu và chất béo dạng rắn bao 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, chất béo từ xương bò, dầu từ hạt của quả cây Rhus, dầu được hydro hóa, mỡ chân bò, dầu từ quả cây Rhus, và dầu thầu dầu được hydro hóa.

Ví dụ về sáp bao gồm sáp ong, sáp candelilla, sáp bông, sáp carnauba, sáp thanh mai, sáp ibota, sáp cá voi, sáp giòn, sáp cám gạo, mỡ lông cừu, sáp bông gòn, mỡ lông cừu đã được axetyl hóa, mỡ lông cừu dạng lỏng, sáp mía, axit béo của isopropyl lanolin, hexyl laurat, mỡ lông cừu được hydro hóa, sáp jojoba, mỡ lông cừu dạng rắn, sáp sen-lắc, ete của rượu với POE lanolin, axetat của rượu với POE lanolin, POE cholesterol ete, polyetylen glycol của axit béo lanolin, ete của rượu lanolin đã được hydro hóa POE, và xetyl palmitat.

Ví dụ về dầu hydrocacbon bao gồm parafin lỏng, ozokerit, squalan, pristan, parafin, ceresin, squalen, petrolatum, và sáp vi tinh thể.

Ví dụ về axit béo bậc cao bao gồm axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit stearic, axit behenic, axit oleic, axit undecylenic, axit dầu nhựa thông, axit isostearic, axit linoleic, axit linolenic, axit eicosapentaenoic (EPA), và axit docosahexaenoic (DHA).

Ví dụ về dầu este tổng hợp bao gồm xetyl octanoat, myristyl myristat, glyxeryl tri-2-etylhexanoat, pentaerythritol tetra-2-etylhexanoat, dioctyl succinat, và tripropylen glycol dineopentanoat.

Ví dụ về dầu silicon bao gồm polysiloxan mạch thẳng (ví dụ, dimethylpolysiloxan, methylphenylpolysiloxan, diphenylpolysiloxan, v.v.); polysiloxan mạch vòng (ví dụ, octametylxyclo-tetrasiloxan, decametylxyclopentasiloxan, dodecametylxyclohexasiloxan, v.v.), nhựa silicon với mạng không gian ba chiều, cao su silicon, các polysiloxan được cải biến khác (polysiloxan được cải biến amino, polysiloxan được cải biến polyete, polysiloxan được cải biến alkyl, polysiloxan được cải biến flo, v.v.), và acrylsilicon.

Nước

Trong sáng chế, tốt hơn là nước mà có thể được bổ sung vào chế phẩm trung gian gel α , làm pha bên ngoài của mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α , ở nhiệt độ gần nhiệt độ trong phòng. Nhiệt độ giới hạn trên là khoảng 30°C, và nhiệt độ giới hạn dưới là khoảng 15°C. Trong sáng chế, “nhiệt độ trong phòng” có nghĩa là 15-30°C.

Ngoài ra, các thành phần hòa tan trong nước trong số các thành phần tùy ý được minh họa dưới đây có thể được trộn một cách thích hợp vào nước trong khoảng nhiệt độ mà không làm suy giảm hiệu quả của sáng chế.

Các thành phần tùy ý

Trong mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α theo sáng chế, ngoài các thành phần thiết yếu được mô tả ở trên, các thành phần thường được sử dụng trong mỹ phẩm, dược phẩm, v.v. có thể được trộn trong khoảng nhiệt độ mà độ ổn định của nó không bị ảnh hưởng. Ví dụ về các thành phần tùy ý bao gồm các thành phần dạng bột, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, chất hoạt động bề mặt không phân ly, chất tạo ẩm, chất làm đặc, tác nhân tạo màng, chất hấp thụ tia UV, tác nhân cation hóa ion kim loại, chất điều chỉnh độ pH, các chất dinh dưỡng dùng cho da, vitamin, chất chống oxy hóa, chất thúc đẩy quá trình chống oxy hóa, và nước hoa. Các thành phần tùy ý này có thể được trộn một cách thích hợp bằng cách hòa tan các thành phần hòa tan trong dầu trong dầu đã nêu ở trên mà được gia nhiệt đến 80°C hoặc thấp hơn và các thành phần hòa tan trong nước trong nước đã nêu ở trên ở 30°C hoặc thấp hơn, tương ứng. Các hợp chất giống với thành phần (B) nêu trên có thể được sử dụng làm thành phần tùy ý.

Ví dụ về thành phần dạng bột bao gồm bột vô cơ (ví dụ, bột talc, kaolin, mica, sericite, muscovite, phlogopite, mica tổng hợp, lepidolite, biotite, vermiculite, bentonite, hectorite, laponite, magie cacbonat, canxi cacbonat, nhôm silicat, bari silicat, canxi silicat, magie silicat, stronti silicat, muối kim loại của axit tungstic, magie, oxit silic, zeolit, bari sulfat, canxi sulfat được nung đốt (thạch cao nung đốt), canxi phosphat, floapatit, hydroxyapatit, bột ceramic, xà phòng kim loại (ví dụ, kẽm myristat, canxi palmitat, nhôm stearat), bo nitrit, v.v.); các bột hữu cơ (ví dụ, bột nhựa

polyamit (bột nylon), bột polyetylen, bột poly(metyl metacrylat), bột polystyren, bột nhựa copolyme của axit styren-acrylic, bột nhựa benzoguanamin, bột polytetrafloetylen, bột xenluloza, v.v.); các sắc tố màu trắng vô cơ (ví dụ, dioxit titan, oxit kẽm, v.v.); các sắc tố đỏ vô cơ (ví dụ, oxit sắt (bengala), sắt titanat, v.v.); các sắc tố nâu vô cơ (ví dụ, γ -oxit sắt v.v.); các sắc tố vàng vô cơ (ví dụ, oxit sắt vàng, phần màu vàng nâu có chứa sắt, v.v.); các sắc tố đen vô cơ (ví dụ, oxit sắt đen, oxit titan bậc thấp, v.v.); các sắc tố tím vô cơ (ví dụ, tím xoài, tím cô-ban, v.v.); các sắc tố xanh lá cây vô cơ (ví dụ, oxit crom, hydroxit crom, coban titanat, v.v.); các sắc tố màu xanh da trời vô cơ (ví dụ, màu xanh nước biển đậm, màu xanh phổ, v.v.); các sắc tố màu ngọc trai (ví dụ, mica được phủ oxit titan, bismut oxyclorua được phủ oxit titan, bột talc được phủ oxit titan, mica được phủ oxit titan được tạo màu, bismut oxyclorua, các mảnh hình vảy cá, v.v.); các sắc tố bột kim loại (ví dụ, bột nhôm, bột đồng, v.v.); các sắc tố hữu cơ như màu đỏ tía zirconi, bari, hoặc nhôm (ví dụ, các sắc tố hữu cơ như Red No. 201, Red No. 202, Red No. 204, Red No. 205, Red No. 220, Red No. 226, Red No. 228, Red No. 405, Orange No. 203, Orange No. 204, Yellow No. 205, Yellow No. 401 và Blue No. 404; và Red No. 3, Red No. 104, Red No. 106, Red No. 227, Red No. 230, Red No. 401, Red No. 505, Orange No. 205, Yellow No. 4, Yellow No. 5, Yellow No. 202, Yellow No. 203, Green No. 3, Blue No. 1, v.v.); và các thuốc nhuộm tự nhiên (ví dụ, clorophyll, β -caroten, v.v.).

Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính bao gồm chất hoạt động bề mặt lưỡng tính kiểu imidazolin (ví dụ, natri 2-undexyl-N,N,N-(hydroxyetylcarboxymetyl)-2-imidazolin, muối 2-cocoyl-2-imidazolinium hydroxit-1-carboxyetyloxy dinatri, v.v.); và chất hoạt động bề mặt kiểu betain (ví dụ, 2-heptadexyl-N-carboxymetyl-N-hydroxyetylimidazolinium betain, betain của axit lauryl dimetylamino axetic, alkylbetain, amidobetain, sulfobetain, v.v.).

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt không phân ly ưa lipid bao gồm các este của sorbitan với axit béo (ví dụ, sorbitan monooleat, sorbitan monoisostearat, sorbitan monolaurat, sorbitan monopalmitat, sorbitan monostearat, sorbitan sesquioleat, sorbitan trioleat, diglyxerol sorbitan của axit penta-2-etylhexyl, diglyxerol sorbitan

của axit tetra-2-ethylhexyl, v.v.); các axit béo glyxerin polyglyxerin (ví dụ, axit béo từ dầu hạt bông đơn thể với glyxerin, glyxeryl monoerucat, glyxeryl sesquioleat, glyxeryl monostearat, este của glyxerin với axit α, α' -oleic và axit pyroglutamic, glyxerin monostearat với axit malic, v.v.); este của axit béo với propylen glycol (ví dụ, monostearat propylen glycol, v.v.); dẫn xuất dầu thầu dầu được hydro hóa; và glyxerin alkyl etc.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt không phân ly ưa nước bao gồm các este của axit béo với POE-sorbitan (ví dụ, POE-sorbitan monooleat, POE-sorbitan monostearat, POE-sorbitan monooleat, POE-sorbitan tetraoleat, v.v.); este của axit béo với POE sorbit (ví dụ, POE-sorbit monolaurat, POE-sorbit monooleat, POE-sorbit pentaoleat, POE-sorbit monostearat, v.v.); este của axit béo với POE-glyxerin (ví dụ, POE-glyxerin monostearat, POE-glyxerin monoisostearat, POE-glyxerin triisostearat, v.v.); este của axit béo với POE (ví dụ, POE-distearat, POE-monodioleat, etylen glycol distearat, v.v.); POE-alkyl etc (ví dụ, POE-lauryl etc, POE-oleyl etc, POE-stearyl etc, POE-behenyl etc, POE-2-octyldodexyl etc, POE-cholestanol etc, v.v.); các loại pluronic (ví dụ, Pluronic v.v.); POE/POP-alkyl etc (ví dụ, POE/POP-xetyl etc, POE/POP-2-dexyltetradexyl etc, POE/POP-monobutyl etc, POE/POP-mỡ lông cừu được hydro hóa, POE/POP-glyxerin etc, v.v.); sản phẩm ngưng tụ tetraPOE/tetraPOP-etylendiamin (ví dụ, Tetronic v.v.); dẫn xuất POE-dầu thầu dầu dầu thầu dầu được hydro hóa (ví dụ, POE-dầu thầu dầu, POE-dầu thầu dầu được hydro hóa, monoisostearat của POE-dầu thầu dầu được hydro hóa, triisostearat của POE-dầu thầu dầu được hydro hóa, dieste của axit monoisostearic và axit monopyroglutamic với POE-dầu thầu dầu được hydro hóa, este của axit maleic với POE-dầu thầu dầu được hydro hóa, v.v.); dẫn xuất POE-sáp ong/mỡ lông cừu (ví dụ, POE-sorbit sáp ong v.v.); alkanolamit (ví dụ, dietanolamit của axit béo từ dầu dừa, monoetanolamit của axit lauric, isopropanolamit của axit béo, v.v.); este của axit béo với POE-propylen glycol; POE-alkylamin; amit của POE-axit béo; este của axit béo với sucroza; alkyletoxydimetylamin oxit; và trioleyl phosphat.

Ngoài ra, các hợp chất polyme tự nhiên/bán tổng hợp/tổng hợp dùng làm chất làm

đặc có thể được trộn vào.

Ví dụ về các polyme tự nhiên hòa tan trong nước bao gồm các polyme thực vật (ví dụ, gôm arabic, gôm tragacanth, galactan, gôm guar, gôm carob, gôm karaya, gôm đậu locust, gôm tamarind, carrageenan, pectin, aga, hạt mộc qua (marmelo), algecolloid (dịch chiết tảo nâu), tinh bột (gạo, ngô, khoai tây, lúa mỳ), axit glyxyrrhizic); các polyme từ vi khuẩn (ví dụ, gôm xanthan, dextran, sucxinoglucan, pullulan, v.v.); và polyme từ động vật (ví dụ, collagen, casein, albumin, gelatin, v.v.).

Ví dụ về các polyme bán tổng hợp hòa tan trong nước bao gồm các polyme từ tinh bột (ví dụ, carboxymetyl tinh bột, metylhydroxypropyl tinh bột, v.v.); polyme xenluloza (metylxenluloza, etylxenluloza, metylhydroxypropylxenluloza, hydroxyetylxenluloza, natri xenluloza sulfat, dialkyldimetylamonium sulfat xenluloza, hydroxypropylxenluloza, carboxymetylxenluloza, natri carboxymetylxenluloza, xenluloza tinh thể, bột xenluloza và các hợp chất cải biến kỵ nước <Ví dụ: được cải biến stearoxy một phần> của các polyme này và các hợp chất được cải biến cation của các polyme này, v.v.); polyme của axit alginic (ví dụ, natri alginat, este của axit alginic với propylen glycol, v.v.); và natri pectat.

Ví dụ về polyme tổng hợp hòa tan trong nước bao gồm vinyl polyme (ví dụ, rượu polyvinyl, polyvinylmetyl ete, polyvinylpyrrolidon, carboxyvinylpolyme, v.v.); polyoxyetylen polyme (ví dụ, polyoxyetylen-polyoxypropylen copolyme của polyetylen glycol 20,000, 40,000, hoặc 60,000, v.v.); polyme cation loại poly(dimetyldiallylamonium halogenua) (ví dụ, Merquat 100, được sản xuất bởi US Merck & Co.); polyme cation loại copolyme của dimetyldiallylamoni halogenua và acrylamit (ví dụ, Merquat 550 được sản xuất bởi US Merck & Co.); acrylic polyme (ví dụ, natri polyacrylat, polyetylacrylat, polyacrylamit, v.v.); polyetylenimin; polyme cation; và AlMg silicat (Veegum).

Ví dụ về chất hấp thụ tia UV bao gồm chất hấp thụ tia UV trên cơ sở axit benzoic (ví dụ, axit para-aminobenzoic (dưới đây, được viết tắt là PABA), PABA monoglycerin este, N,N-dipropoxyPABA etyl este, N,N-dietoxyPABA etyl este,

N,N-dimetylPABA etyl este, N,N-dimetylPABA butyl este, N,N-dimetylPABA etyl este, v.v.); chất hấp thụ tia UV trên cơ sở axit anthranilic (ví dụ, homomentyl N-axetylanthranilat v.v.); chất hấp thụ tia UV trên cơ sở axit salixylic (ví dụ, amyl salixylat, mentyl salixylat, homomentyl salixylat, octyl salixylat, phenyl salixylat, benzyl salixylat, p-isopropanolphenyl salixylat, v.v.); chất hấp thụ tia UV trên cơ sở axit xinamic (ví dụ, octyl xinamat, etyl-4-isopropyl xinamat, metyl-2,5-diisopropyl xinamat, etyl-2,4-diisopropyl xinamat, metyl-2,4-diisopropyl xinamat, propyl-p-metoxi xinamat, isopropyl-p-metoxi xinamat, isoamyl-p-metoxi xinamat, octyl-p-metoxi xinamat (2-ethylhexyl-p-metoxi xinamat), 2-etoxyetyl-p-metoxi xinamat, xyclohexyl-p-metoxixinamat, etyl- α -xyano- β -phenyl xinamat, 2-ethylhexyl- α -xyano- β -phenyl xinamat, glyxeryl mono-2-ethylhexanoyl-diparametoxi xinamat, v.v.); chất hấp thụ tia UV loại benzophenon (ví dụ, 2,4-dihydroxybenzophenon, 2,2'-dihydroxy-4-metoxibenzophenon, 2,2'-dihydroxy-4,4'-dimetoxibenzophenon, 2,2',4,4'-tetrahydroxybenzophenon, 2-hydroxy-4-metoxibenzophenon, 2-hydroxy-4-metoxi-4'-metylbenzophenon, muối của axit 2-hydroxy-4-metoxibenzophenon-5-sulfonic, 4-phenylbenzophenon, 2-ethylhexyl-4'-phenyl-benzophenon-2-carboxylat, 2-hydroxy-4-N-octoxybenzophenon, 4-hydroxy-3-carboxybenzophenon, v.v.); 3-(4'-metylbenzyliden)-d,l-camphor, 3-benzyliden-d,l-camphor; 2-phenyl-5-metylbenzoxazol; 2,2'-hydroxy-5-metylphenylbenzotriazol; 2-(2'-hydroxy-5'-t-octylphenyl)benzotriazol; 2-(2'-hydroxy-5'-metylphenyl)benzotriazol; dianisoylmetan; 4-metoxi-4'-t-butyldibenzoylmetan; 5-(3,3-dimetyl-2-norbornyliden)-3-pentan-2-on, v.v.); chất hấp thụ tia UV loại triazin (ví dụ, 2-4[(2-hydroxy-3-dodexyloxypropyl)oxy]-2-hydroxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-4[(2-hydroxy-3-tridexyloxypropyl)oxy]-2-hydroxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, v.v.).

Ví dụ về tác nhân cation hóa ion kim loại bao gồm axit 1-hydroxyetan-1,1-diphosphonic, muối tetranatri của axit 1-hydroxyetan-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, axit edetic, và trinatri etylendiamin hydroxyetyl triaxetat.

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

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

Ví dụ về chất chống oxy hóa bao gồm tocopherol, dibutylhydroxytoluen, butylhydroxyanisol, và este của axit galic.

Ví dụ về chất thúc đẩy quá trình chống oxy hóa bao gồm axit phosphoric, axit xitric, axit ascorbic, axit maleic, axit malonic, axit succinic, axit fumaric, xephalin, hexametaphosphat, axit phytic, và axit etylendiamintetraaxetic.

Ví dụ về các thành phần có thể trộn lẫn khác bao gồm các chất bảo quản (etyl paraben, butyl paraben, 1,2-alkanediol, phenoxyetanol, methylcloisothiazolinon, v.v.); các chất kháng viêm (ví dụ, các dẫn xuất của axit glyxyrrhizic, các dẫn xuất của axit glyxyrrhetic, các dẫn xuất của axit salixylic, hinokitiol, oxit kẽm, alantoin, v.v.); chất tẩy trắng (ví dụ, dịch chiết saxifraga, arbutin, v.v.); các chất chiết khác (ví dụ, vỏ cây hoàng bá, thân rễ cây hoàng liên, rễ cây thuộc họ Mồ hôi, rễ cây hoa mẫu đơn, cây long đởm, cây phong, cây xô thơm, cây sơn trà Nhật bản, cây nhân sâm, cây lô hội, cây cẩm quỳ, cây diên vĩ, cây nho, hạt ý dĩ, cây mướp, hoa loa kèn, cây nghệ tây, thân rễ cây giần sàng, cây gừng, cây nọc sởi, cây ononis thuộc họ đậu, tỏi, cây ớt, vỏ cam Nhật bản, Đương quy Nhật bản, tảo biển, v.v.), các chất hoạt hóa (ví dụ, sữa ong chúa, các yếu tố cảm quang, các dẫn xuất cholesterol, v.v.); các chất thúc đẩy tuần hoàn máu (ví dụ, amit của axit 4-hydroxy-3-metoxybenzyl nonylic, benzyl este của axit nicotinic, β -butoxyetyl este của axit nicotinic, capsaixin, zingerone, cồn thuốc cantharis, ichthammol, axit tanic, α -borneol, tocopherol nicotinat, inositol hexanicotinat, xyclandelat, xinarizin, tolazolin, axetylcholin, verapamil, xepharanthin, γ -oryzanol, v.v.); các chất chống tiết bã (ví dụ, lưu huỳnh, thianthol, v.v.); các chất kháng viêm (ví dụ, axit tranexamic, thiotaurin, hypotaurin, v.v.); rượu aromatic (rượu benzylic, benzyloxy etanol, v.v.).

Ngoài ra, các chất khác như nước hoa và các chất tẩy da chết có thể được trộn một

cách thích hợp trong khoảng mà độ ổn định không bị suy giảm.

Mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α theo sáng chế có thể được đưa, Ví dụ, lên cơ thể như da và tóc, và chúng có thể được sử dụng cho mỹ phẩm dùng cho da, chất làm sạch tóc, chất làm sạch da, chất tạo kiểu tóc, v.v.

Trong phần sau đây, phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α , trong đó chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế được sử dụng, được giải thích.

Phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α .

Chế phẩm trung gian gel α được mô tả ở trên được gia nhiệt đến nhiệt độ từ 50 đến 80°C, và thu được pha lỏng có độ nhớt thấp gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc một pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp. Trong khi khuấy pha lỏng, bổ sung dầu được gia nhiệt đến 80°C hoặc thấp hơn. Mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có thể thu được bằng cách tiến hành nhũ hóa tiếp theo ở nhiệt độ trong phòng bằng cách bổ sung từ từ nước ở 30°C hoặc thấp hơn và tiếp tục khuấy cho đến khi đạt đến nhiệt độ trong phòng.

Không cần đến một thiết bị riêng biệt trong quá trình sản xuất, và thiết bị khuấy thường được sử dụng để điều chế mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W có thể được sử dụng cho bước khuấy nêu trên. Ngoài ra, nhiệt độ của chế phẩm giảm một cách thích hợp do việc bổ sung nước ở 30°C hoặc thấp hơn; vì vậy không cần phải làm lạnh bằng thiết bị làm lạnh. Lượng nước thích hợp ở 30°C hoặc thấp hơn được bổ sung vào bằng khoảng từ 3 đến 50 lần so với chế phẩm trung gian gel α , và tốt hơn là khoảng từ 5 đến 25 lần khối lượng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được giải thích cụ thể hơn dựa trên các ví dụ. Tuy nhiên, phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Lượng phối trộn trong các ví dụ theo sáng chế được biểu thị theo % khối lượng trừ khi được chú thích theo cách khác.

Ví dụ 1: Điều chế pha lỏng trong đó các thành phần gel α được hòa tan mà không tạo gel α

Hỗn hợp gồm rượu xetostearyl (phân tử lượng trung bình: 259,3) và POE (15) oleyl ete (phân tử lượng: 929,5) ở tỷ lệ phân tử gam là 3:1 được biết là dễ dàng tạo gel α với sự có mặt của nước. Tiếp theo, các nguyên liệu khác được bổ sung vào nước mà hòa tan hỗn hợp nêu trên, và tác dụng của nó đối với sự hình thành gel α được nghiên cứu. Khi dipropylen glycol được bổ sung, sự hình thành gel α bị ức chế một cách hiệu quả và có thể thu được pha lỏng với độ nhớt thấp không tạo gel α . Chi tiết được giải thích dưới đây.

Chế phẩm thử nghiệm 1 của chế phẩm nêu trên được điều chế theo phương pháp điều chế được mô tả dưới đây, và nhiệt độ chuyển pha/nấu chảy được phân tích bằng cách tiến hành phép đo nhiệt lượng bằng quét vi phân. Kết quả được chỉ ra trên Fig. 1; các vòng tròn trắng là nhiệt độ mà ở đó quan sát thấy pic thu nhiệt hoặc tỏa nhiệt và các vòng tròn đen là nhiệt độ mà ở đó quan sát thấy pic vai. Theo tiêu chí được mô tả dưới đây, việc xác định trạng thái pha trong các điều kiện tương ứng cũng được thực hiện.

Chế phẩm/phương pháp điều chế Chế phẩm thử nghiệm 1

(A) (50 % khối lượng) và (B) (50 % khối lượng) được mô tả dưới đây được trộn; được gia nhiệt đến 80°C và được trộn kèm theo khuấy.

(A) hỗn hợp gồm rượu xetostearyl (rượu xetostearyl, do Kokyu Alcohol Kogyo Co., Ltd. sản xuất): POE (15) oleyl ete (Emalex 515, do Nihon Emulsion Co., Ltd. sản xuất) = 3:1 (tỷ lệ phân tử gam)

(B) hỗn hợp gồm dipropylen glycol : nước = 1:0 đến 0:1 (tỷ lệ khối lượng)

Xác định trạng thái pha

Đối với pha rắn, thực hiện phương pháp quan sát trên kính hiển vi phân cực và/hoặc nhiễu xạ tia X ngoại trừ các chế phẩm được xác định bằng mắt thường là các

chất rắn có dạng sáp (được chỉ rõ là “chất rắn trạng thái W” trong bảng), và sự có mặt hoặc vắng mặt của tinh thể lỏng và gel α được xác định.

Đối với pha lỏng, sự có tách pha hoặc không tách pha được xác định bằng mắt thường. Đối với chế phẩm không tách pha, tiến hành xác định như sau.

Pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục

Nếu cả hai thuốc nhuộm được khuếch tán trong toàn bộ chế phẩm, khi thuốc nhuộm ưa nước và thuốc nhuộm ưa nước được bổ sung, và không quan sát thấy tính không đẳng hướng dưới các nicon vuông góc khi quan sát trên kính hiển vi phân cực, pha này được xác định là “pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục”.

Pha lỏng chứa pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp, pha tinh thể lỏng dạng lớp, và gel α

Nếu cả hai thuốc nhuộm khuếch tán trong toàn bộ chế phẩm, khi thuốc nhuộm ưa nước và thuốc nhuộm kỵ nước được bổ sung, và quan sát thấy tính không đẳng hướng quang học dưới các nicon vuông góc khi quan sát trên kính hiển vi phân cực, chế phẩm này được ly tâm tiếp ở tốc độ thấp (ly tâm tốc độ thấp ở khoảng 2000 rpm bằng thiết bị ly tâm kiểu himacCF7D2 do Hitachi Koki Co., Ltd. sản xuất), và lớp bên dưới, mà không thể hiện tính không đẳng hướng quang học, và lớp bên trên, mà thể hiện tính không đẳng hướng quang học được tách riêng. Thực hiện phân tích nhiễu xạ tia X đối với lớp bên dưới, và xác định sự có mặt hoặc vắng mặt của tinh thể lỏng và/hoặc gel α . Khi lớp bên dưới gồm có chủ yếu là các tinh thể lỏng dạng lớp và tỷ lệ phần trăm của lớp bên dưới này là khoảng 5 % thể tích hoặc thấp hơn so với toàn bộ chế phẩm, pha này được xác định là “pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp”, và khi tỷ lệ phần trăm của lớp bên dưới cao hơn khoảng 5 % thể tích, pha này được xác định là “pha tinh thể lỏng dạng lớp”. Khi lớp bên dưới chủ yếu bao gồm gel α , nó được xác định là “pha lỏng chứa gel α ”.

Fig. 1 chỉ ra rằng hỗn hợp gồm rượu xetostearyl và POE (15) oleyl ete ở tỷ lệ phân tử gam là 3:1 tạo ra gel α , khi được hòa tan trong nước, trong điều kiện nhiệt độ thuộc

khoảng rộng từ khoảng 20 đến 43°C, pha tinh thể lỏng dạng lớp ở khoảng 43 đến 55°C, và chất lỏng chứa hai pha đục ở nhiệt độ cao hơn khoảng 55°C (trên Fig. 1, tung độ ở đó nồng độ dipropylen glycol = 0%). Mặt khác, khi bổ sung dipropylen glycol vào nước mà trong đó hỗn hợp đã được hòa tan, ở nồng độ dipropylen glycol là 36 % khối lượng sẽ tạo ra pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục thay vì chất lỏng gồm hai pha đục. Chất lỏng chứa pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục được tạo thành trong các điều kiện mở rộng; nồng độ dipropylen glycol bằng khoảng từ 36 đến 100 % khối lượng và ở 50°C hoặc cao hơn. Khi nồng độ tăng, hiện tượng này được quan sát thấy ngay cả ở nhiệt độ thấp hơn.

Tuy nhiên, đã nhận ra rằng chất rắn mà trong đó tinh thể β được phân tán được tạo ra bằng cách làm nguội pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục thu được ở nồng độ dipropylen glycol bằng 80 % khối lượng hoặc cao hơn. Nếu tiến hành nhũ hóa bằng cách sử dụng chất rắn trong đó tinh thể β được phân tán, các tinh thể rượu bậc cao dễ dàng được tạo ra và điều này là không mong muốn. Mặt khác, nếu làm nguội pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục thu được ở nồng độ dipropylen glycol bằng khoảng từ 40 % đến 80 % khối lượng, nhũ tương này sẽ trở thành chất rắn dạng sáp ở khoảng 40°C hoặc thấp hơn, và điều này xác nhận rằng nó có thể được bảo quản ổn định trong một khoảng thời gian dài.

Vòng tròn đen trên Fig. 1 được biết đến như là, theo kết quả của phép phân tích nhiễu xạ tia X, sự thay đổi nhiệt do sự kết tinh của rượu xetostearyl.

Do vậy, rõ ràng là rượu xetostearyl và POE (15) oleyl ete không hình thành gel α trong dung dịch nước chứa 40-80 % khối lượng dipropylen glycol, ở khoảng 50°C hoặc cao hơn, và có thể tạo thành pha lỏng có độ nhớt thấp gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục.

Ví dụ 2: Cảm ứng sự hình thành gel α từ pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục

Tiếp theo, các điều kiện cảm ứng sự hình thành gel α được nghiên cứu đối với pha lỏng có độ nhớt thấp không tạo gel α thu được trong Ví dụ 1.

Chế phẩm được chỉ ra bởi mũi tên trên Fig. 1 (được gọi là, Chế phẩm thử nghiệm 1 được điều chế bằng cách sử dụng (B) dipropylen glycol : nước = 7:3 (tỷ lệ khối lượng)) trở thành chất rắn có dạng sáp ở nhiệt độ trong phòng. Chế phẩm này được quay trở lại pha lỏng bằng cách gia nhiệt đến 80°C sau khi bảo quản trong vài tuần ở nhiệt độ trong phòng. Pha lỏng được tạo thành gồm pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục, và không quan sát thấy sự có mặt của gel α . Bổ sung 8 lần khối lượng nước đã được trao đổi ion vào pha lỏng này ở nhiệt độ trong phòng và trộn kèm theo khuấy, sau đó tiến hành phân tích nhiễu xạ tia X để xác định sự có mặt hoặc vắng mặt của gel α . Kết quả là, phát hiện thấy nhiều pic tương ứng với khoảng cách dài, và phát hiện thấy một pic sắc nét duy nhất tương ứng với khoảng cách ngắn trong vùng góc rộng; vì vậy đã chỉ ra rằng gel α được tạo thành trong chế phẩm này.

Theo đó, đã chỉ ra rằng sự hình thành gel α có thể được gây ra dễ dàng bằng cách pha loãng pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục, mà nó được tạo thành từ rượu xetostearyl và POE (15) oleyl ete trong dung dịch nước dipropylen glycol, với nước ở nhiệt độ trong phòng.

Vì vậy, đã chỉ ra rằng pha lỏng có độ nhớt thấp gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục nêu trên là “chế phẩm trung gian gel α ”, mà tạo gel α bằng cách pha loãng với nước ở gần nhiệt độ trong phòng, và chế phẩm trung gian gel α có thể được bảo quản ổn định dưới dạng chất rắn ở nhiệt độ trong phòng. Trong sáng chế này, pha lỏng có độ nhớt thấp gồm có pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp nêu trên được xác nhận là “chế phẩm trung gian gel α ” (chẳng hạn, Ví dụ thử nghiệm từ 11 đến 15 của đơn sáng chế này).

Ví dụ 3: Nghiên cứu dung môi hòa tan trong nước

Tiếp theo, các loại nguyên liệu mà được bổ sung vào nước nêu trên được nghiên cứu. Chế phẩm thử nghiệm 2 được mô tả dưới đây được điều chế bằng cách sử dụng tám loại dung môi hòa tan trong nước mà tương tự về mặt cấu trúc với dipropylen glycol và có thể trộn được trong mỹ phẩm, và trạng thái pha ở 80°C và nhiệt độ trong phòng được xác định theo tiêu chí nêu trên. Các kết quả này được thể hiện trong bảng

1. Trong các bảng dưới đây (Các bảng từ 1 đến 8), trạng thái pha ở 80°C được biểu thị bằng các ký hiệu được mô tả dưới đây.

⊙: pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục

○: pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp

×: pha khác ngoài pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp

Công thức/phương pháp điều chế chế phẩm thử nghiệm 2

Trộn 50 % khối lượng của (A) và 50 % khối lượng của (B) được mô tả dưới đây, gia nhiệt đến 80°C, và trộn đồng thời khuấy.

(A) hỗn hợp gồm rượu xetostearyl:POE (15) oleyl ete = 3:1 (tỷ lệ phân tử gam)

(B) hỗn hợp gồm dung môi hòa tan trong nước ở Ví dụ thử nghiệm 1 đến 8 : nước = 7:3 (tỷ lệ khối lượng)

Bảng 1

Ví dụ thử nghiệm	1	2	3	4	5	6	7	8
Dung môi hòa tan trong nước	Propylen glycol monopropyl ete	3-metoxi-1-butanol	Dipropylen glycol	Isopren glycol	1,3-butandiol	1,4-butandiol	Propylen glycol	Glyxerin
IOB	1,00	1,20	1,80	2,20	2,50	2,92	3,33	5,00
Độ nhớt * (mPa·s)	1,9	2,9	75,0	250,0	95,0	65,0	56,0	14,1
Trạng thái pha của Hợp phần thử nghiệm 2								
80°C	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	○	⊙	×
Nhiệt độ trong phòng	Chất lỏng trong suốt một pha duy nhất	Chất lỏng trong suốt một pha duy nhất	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Tách pha

* : Giá trị biểu thị độ nhớt ở 25°C ngoại trừ isopren glycol và propylen glycol được đo ở 20°C.

Như được chỉ ra trong bảng 1, khi propylen glycol monopropyl ete, 3-metoxi-1-butanol, dipropylen glycol, isopren glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, hoặc propylen glycol được dùng làm dung môi hòa tan trong nước nêu trên, thu được pha lỏng gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp ở 80°C (Ví dụ thử nghiệm từ 1 đến 7). Tuy nhiên, khi glyxerin được sử dụng, xảy ra sự phân tách chất rắn và chất lỏng (Ví dụ thử nghiệm 8). Nghiên

cứ sự khác nhau giữa dung môi hòa tan trong nước trong các ví dụ thử nghiệm từ 1 đến 7 và dung môi hòa tan trong nước trong Ví dụ thử nghiệm 8. Chúng không thể phân biệt được bằng nhiều đặc tính (ví dụ, độ nhớt v.v.); Tuy nhiên, xét theo độ phân cực, chúng có thể được phân thành hai nhóm sau. Đó là, khi dung môi hòa tan trong nước với trị số IOB bằng từ 1,00 đến 3,33 (Ví dụ thử nghiệm từ 1 đến 7) được sử dụng, pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp được tạo thành; khi glycerin với IOB bằng 5,00 được sử dụng, xảy ra sự phân tách chất rắn và chất lỏng (Ví dụ thử nghiệm 8).

Theo đó, từ các kết quả nêu trên đã gợi ý rằng việc duy trì độ phân cực của dung môi trong khoảng nhất định là hữu ích để ức chế sự tạo thành gel α từ rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt ưa nước không phân ly và để tạo thành pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp.

Ngoài ra, Chế phẩm thử nghiệm 2 được mô tả ở trên được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và trạng thái nguyên liệu được nghiên cứu. Chế phẩm được điều chế bằng cách sử dụng dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,80 đến 3,33 trở thành chất rắn dạng sáp màu trắng (Ví dụ thử nghiệm từ 3 đến 7). Chế phẩm được điều chế bằng cách sử dụng propylen glycol monopropyl ete (trị số IOB = 1,00), có trị số IOB thấp hơn khoảng nêu trên, hoặc 3-metoxi-1-butanol (trị số IOB = 1,20) vẫn là chất lỏng trong suốt một pha duy nhất (Ví dụ thử nghiệm 1 và 2).

Vì vậy, rõ ràng là để điều chế chế phẩm trung gian gel α có thể bảo quản ở nhiệt độ trong phòng trong một khoảng thời gian dài, có thể hòa tan một rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17, với tỷ lệ phân tử gam thích hợp (cụ thể là, từ 3:2 đến 5:1) để tạo thành gel α , trong dung dịch nước chứa dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 (ví dụ, dipropylen glycol, isopren glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, propylen glycol, v.v.).

Ví dụ 4: Nghiên cứu độ ổn định nhũ tương của mỹ phẩm dạng nhũ tương chứa gel α

Ngoài ra, mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W được điều chế bằng cách sử dụng Chế phẩm thử nghiệm 2 được điều chế trong Ví dụ 3, và độ ổn định nhũ tương của mỹ phẩm được đánh giá.

Phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương

Chế phẩm thử nghiệm 2 (10 g) được điều chế trong Ví dụ 3 được gia nhiệt đến 80°C, và parafin lỏng (10 g) được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 80°C được bổ sung đồng thời khuấy bằng thiết bị đồng hóa. Tiếp theo, tiến hành nhũ hóa bằng cách bổ sung từ từ nước đã trao đổi ion (80 g) ở nhiệt độ trong phòng đồng thời khuấy hỗn hợp bằng thiết bị đồng hóa; do đó thu được mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W.

Độ ổn định nhũ tương

Mỹ phẩm dạng nhũ tương nêu trên được bảo quản, trong bể ổn nhiệt ở 25°C, trong 1 tuần, và sau đó trạng thái được mô tả dưới đây được xác định bằng mắt thường.

○: Không quan sát thấy sự tạo kem, sự kết tập, hoặc sự tách pha.

×: Quan sát thấy sự tạo kem, sự kết tập, hoặc sự tách pha.

Bảng 2

Ví dụ thử nghiệm	1	2	3	4	5	6	7	8
Dung môi hòa tan trong nước	Propylen glycol monopropyl ete	3-metoxi-1-butanol	Dipropylen glycol	Isopren glycol	1,3-butandiol	1,4-butandiol	Propylen glycol	Glyxerin
IOB	1,00	1,20	1,80	2,20	2,50	2,50	3,33	5,00
Đánh giá mỹ phẩm dạng nhũ tương								
Trạng thái pha	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	Tách pha
Độ ổn định nhũ tương	×	×	○	○	○	○	○	×

Như được thể hiện trong bảng 2, dầu đã gia nhiệt và nước ở nhiệt độ trong phòng được bổ sung lần lượt vào Chế phẩm thử nghiệm 2 được điều chế bằng cách sử dụng dipropylen glycol, isopren glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, hoặc dung dịch nước propylen glycol, và thu được mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W có độ ổn định nhũ tương

tuyệt vời bằng cách trộn kèm theo khuấy (Ví dụ thử nghiệm từ 3 đến 7). Mặt khác, thu được mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W từ chế phẩm thử nghiệm 2 được điều chế bằng cách sử dụng propylen glycol monopropyl ete hoặc dung dịch nước 3-metoxi-1-butanol; tuy nhiên, độ ổn định nhũ tương là không thỏa đáng (Ví dụ thử nghiệm 1 và 2). Từ Chế phẩm thử nghiệm 2 của Ví dụ thử nghiệm 8, mà được tách thành hai pha, có thể thu nhận được nhũ tương. Giống với kết quả của phân tích nhiễu xạ tia X, sự có mặt của gel α được xác nhận đối với mỹ phẩm dạng nhũ tương ở các Ví dụ thử nghiệm từ 3 đến 7.

Theo đó, chế phẩm gồm có một rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17, với tỷ lệ phân tử gam thích hợp để tạo thành gel α (cụ thể là, từ 3:2 đến 5:1), và một dung dịch nước chứa dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 (ví dụ, dipropylen glycol, isopren glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, propylen glycol, v.v.); và tạo thành chất lỏng gồm có một pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc một pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp trong điều kiện nhiệt độ cao (ví dụ, từ 50 đến 80°C) và trở thành chất rắn ở nhiệt độ trong phòng (cụ thể là, chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế) được chỉ ra là có thể sử dụng làm chế phẩm trung gian để điều chế mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có độ ổn định nhũ tương tuyệt vời.

Ví dụ 5: Nghiên cứu các loại chất hoạt động bề mặt không phân ly

Tiếp theo, tiến hành nghiên cứu bằng cách thay đổi các loại chất hoạt động bề mặt không phân ly. Trong Chế phẩm thử nghiệm 2 nêu trên, POE (20) behenyl ete (Bảng 3) được sử dụng thay cho POE (15) oleyl ete để điều chế các chế phẩm thử nghiệm, và các phương pháp phân tích tương tự được tiến hành.

Bảng 3

Chất hoạt động bề mặt không phân ly: POE (20) behenyl ete								
Ví dụ thử nghiệm	9	10	11	12	13	14	15	16
Dung môi hòa tan trong nước	Propylen glycol monopropyl ete	3-metoxi-1-butanol	Dipropylen glycol	Isopren glycol	1,3-butandiol	1,4-butandiol	Propylen glycol	Glyxerin
IOB	1,00	1,20	1,80	2,20	2,50	2,50	3,33	5,00
Trạng thái pha của hợp phần trung gian								
80°C	⊕	○	⊕	⊕	⊕	○	⊕	×
Nhiệt độ trong phòng	Chất lỏng trong suốt một pha duy nhất	Chất lỏng trong suốt một pha duy nhất	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Tách pha
Đánh giá mỹ phẩm dạng nhũ tương								
Trạng thái pha	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	Tách pha
Độ ổn định nhũ tương	×	×	○	○	○	○	○	×

Từ Bảng 3, ngay cả khi POE (20) behenyl ete được dùng làm chất hoạt động bề mặt không phân ly, bằng cách sử dụng 70 % khối lượng dung dịch nước chứa dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 làm dung môi, có thể thu được chế phẩm trung gian gel α , mà trở thành chất lỏng gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp trong điều kiện nhiệt độ cao và chất rắn ở nhiệt độ trong phòng (Ví dụ thử nghiệm từ 11 đến 15). Ngoài ra, chế phẩm nhũ tương loại O/W chứa gel α có độ ổn định nhũ tương tuyệt vời được xác nhận là đạt được bằng cách bổ sung lần lượt dầu đã được gia nhiệt và nước ở nhiệt độ trong phòng vào chế phẩm trung gian và bằng cách trộn có kèm theo khuấy (Ví dụ thử nghiệm từ 11 đến 15).

Ví dụ 6: Nghiên cứu nồng độ của dung môi hòa tan trong nước

Trong các Ví dụ từ 2 đến 5 nêu trên, nồng độ của dung môi hòa tan trong nước được cố định ở 70 % khối lượng; vì vậy tiến hành nghiên cứu ở các nồng độ khác (cụ thể là từ, 40 % đến 80 % khối lượng). Kết quả được thể hiện trong các bảng từ 4 đến 8.

Bảng 4

Dung môi hòa tan trong nước: Dipropylen glycol (IOB = 1,80)										
Chất hoạt động bề mặt không phân ly		POE (15) oleyl etc				POE (20) behenyl etc				
Ví dụ thử nghiệm		17	18	19	3	20	21	22	11	23
Nồng độ của dung môi hòa tan trong nước		40%	50%	60%	70%	40%	50%	60%	70%	80%
Hợp phần trung gian	80°C	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙
	Nhiệt độ trong phòng	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp
Mỹ phẩm dạng nhũ tương	Trạng thái pha	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	Độ ổn định nhũ tương	○	○	○	○	○	○	○	○	○

Bảng 5

Dung môi hòa tan trong nước: Isopren glycol (IOB = 2,20)										
Chất hoạt động bề mặt không phân ly		POE (15) oleyl etc				POE (20) behenyl etc				
Ví dụ thử nghiệm		24	25	26	4	27	28	29	12	30
Nồng độ của dung môi hòa tan trong nước		40%	50%	60%	70%	40%	50%	60%	70%	80%
Hợp phần trung gian	80°C	⊙	⊙	⊙	⊙	○	⊙	⊙	⊙	⊙
	Nhiệt độ trong phòng	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp
Mỹ phẩm dạng nhũ tương	Trạng thái pha	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	Độ ổn định nhũ tương	○	○	○	○	○	○	○	○	○

Bảng 6

Dung môi hòa tan trong nước: 1,3-butandiol (IOB = 2,50)											
Chất hoạt động bề mặt không phân ly		POE (15) oleyl etc					POE (20) behenyl etc				
Ví dụ thử nghiệm		31	32	33	5	34	35	36	37	13	38
Nồng độ của dung môi hòa tan trong nước		40%	50%	60%	70%	80%	40%	50%	60%	70%	80%
Hợp phần trung gian	80°C	○	○	○	⊙	⊙	○	○	○	⊙	⊙
	Nhiệt độ trong phòng	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp	Chất rắn ở trạng thái sáp
Mỹ phẩm dạng nhũ tương	Trạng thái pha	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	Độ ổn định nhũ tương	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

Bảng 7

Dung môi hòa tan trong nước: 1,4-butandiol (IOB = 2,50)											
Chất hoạt động bề mặt không phân ly		POE (15) oleyl etc					POE (20) behenyl etc				
Ví dụ thử nghiệm		39	40	41	6	42	43	44	45	14	46
Nồng độ của dung môi hòa tan trong nước		40%	50%	60%	70%	80%	40%	50%	60%	70%	80%
Hợp phần trung gian	80°C	○	○	○	○	⊗	×	○	○	○	⊗
	Nhiệt độ trong phòng	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Tách pha	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp
Mỹ phẩm dạng nhũ tương	Trạng thái pha	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	Tách pha	O/W	O/W	O/W	O/W
	Độ ổn định nhũ tương	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

Bảng 8

Dung môi hòa tan trong nước: Propylen glycol (IOB = 3,33)											
Chất hoạt động bề mặt không phân ly		POE (15) oleyl etc					POE (20) behenyl etc				
Ví dụ thử nghiệm		47	48	49	7	50	51	52	53	15	54
Nồng độ của dung môi hòa tan trong nước		40%	50%	60%	70%	80%	40%	50%	60%	70%	80%
Hợp phần trung gian	80°C	×	○	○	⊗	⊗	×	○	○	⊗	⊗
	Nhiệt độ trong phòng	Tách pha	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Tách pha	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp	Chất rắn ở trạng thái sếp
Mỹ phẩm dạng nhũ tương	Trạng thái pha	Tách pha	O/W	O/W	O/W	O/W	Tách pha	O/W	O/W	O/W	O/W
	Độ ổn định nhũ tương	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○

Như được chỉ ra trong các bảng từ 4 đến 8 (Ví dụ thử nghiệm từ 17 đến 54), isopren glycol, dipropylen glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, hoặc propylen glycol, nằm trong khoảng từ 40 % đến 80 % khối lượng dung dịch nước, có thể trở thành pha lỏng có độ nhớt thấp gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha tinh thể lỏng được phân tán bằng cách hòa tan rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17, và pha lỏng có độ nhớt thấp có thể trở thành chất rắn mà có thể được bảo quản trong khoảng thời gian dài ở nhiệt độ trong phòng. Và đã xác nhận rằng có thể thu được nhũ tương O/W chứa gel α có độ ổn định nhũ tương tuyệt vời bằng cách bổ sung lần lượt dầu đã được gia nhiệt và pha nước ở nhiệt độ trong phòng vào pha lỏng có độ nhớt thấp và bằng cách trộn kèm theo khuấy.

Trong Chế phẩm thử nghiệm 2 được mô tả như vậy, tỷ lệ trộn (A) hỗn hợp gồm

rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 ở tỷ lệ phân tử gam là 3:1 và (B) hỗn hợp gồm dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,80 đến 3,33 và nước ở tỷ lệ khối lượng là 5:5 được cố định ở (A): (B) = 50:50 (tỷ lệ khối lượng); Tuy nhiên, cũng thu được các kết quả tương tự trong khoảng tỷ lệ trộn rộng (A):(B) = từ 20:80 đến 80:20.

Vì vậy, rõ ràng là khi hỗn hợp gồm dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước ở tỷ lệ khối lượng từ 5:5 đến 8:2 được dùng làm dung môi, rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 (mặc dù được trộn ở tỷ lệ phân tử gam mà ở đó gel α có thể dễ dàng được tạo ra) tạo thành pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha tinh thể lỏng được phân tán thay vì gel α và có thể tạo ra chất lỏng có độ nhớt thấp. Và đã chỉ ra rằng, bằng cách bổ sung dầu ở 80°C hoặc thấp hơn vào pha lỏng và sau đó pha loãng bằng nước ở nhiệt độ trong phòng, có thể thu được một cách chắc chắn mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α , trong đó xung quanh pha dầu được bao bằng gel α và vì vậy có độ ổn định nhũ tương tuyệt vời.

Do vậy, chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế là chế phẩm trung gian mà có thể dễ dàng tạo ra mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có độ ổn định nhũ tương tuyệt vời bằng cách bổ sung dầu đã được gia nhiệt và pha loãng bằng nước ở nhiệt độ trong phòng.

Ví dụ 7: Nghiên cứu độ ổn định độ nhớt

Như đã mô tả ở trên, vấn đề lớn đối với mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α đã biết trước đây là ở chỗ độ nhớt tăng dần theo thời gian. Vì vậy, độ ổn định độ nhớt của mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế được so sánh với mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có công thức lý tưởng, được điều chế bằng phương pháp thông thường.

Công thức

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
Rượu behenyl	3,3
Rượu stearyl	0,9
Parafin lỏng	6,0
Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	4,0
POE (20) behenyl ete	4,0
Dipropylen glycol	6,5
Glyxerin	9,0
1,3-Butylen glycol	5,0
Phenoxyetanol	0,5
Axit xitric	0,02
Natri xitrat	0,08
Nước đã trao đổi ion	60,7

Ví dụ thử nghiệm 55: Phương pháp sản xuất theo sáng chế

Toàn bộ thành phần của chế phẩm trung gian gel α (1) được mô tả dưới đây được hòa tan ở 80°C, và thu được pha lỏng gồm có pha vi nhũ tương trong suốt, không màu, gồm hai pha liên tục. Trong khi khuấy pha lỏng bằng thiết bị đồng hóa, dầu (2) và các thành phần dầu được mô tả dưới đây (cụ thể là, pha dầu) được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 80°C được bổ sung vào, và sau đó nước và các thành phần chứa nước (3) (cụ thể là, pha nước chính) được trộn trước ở nhiệt độ trong phòng được bổ sung dần dần vào. Sau khi bổ sung xong, tiến hành loại khí và thu được kem thể nhũ tương

O/W.

(1) Chế phẩm trung gian gel α

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
Rượu behenyl	3,3
Rượu stearyl	0,9
POE (20) behenyl ete	4,0
Dipropylen glycol	6,5
Nước đã trao đổi ion	1,5

(2) Dầu và các thành phần dầu (pha dầu)

Parafin lỏng	6,0
Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	4,0

(3) Nước và các thành phần chứa nước (pha nước chính)

Glyxerin	9,0
1,3-Butylen glycol	5,0
Phenoxyetanol	0,5
Axit xitric	0,02
Natri xitrat	0,08
Nước đã trao đổi ion	59,8

Ví dụ thử nghiệm 56: phương pháp sản xuất thông thường (Ví dụ so sánh)

Tiến hành nhũ hóa bằng cách bổ sung dầu và các thành phần dầu (cụ thể là, pha

dầu) (1) được mô tả dưới đây đã được hòa tan ở 70°C vào nước và các thành phần chứa nước (2) được mô tả dưới đây đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C (cụ thể là, pha nước) đồng thời khuấy pha nước bằng thiết bị đồng hóa. Ngay sau khi nhũ hóa, làm nguội đến 25°C đồng thời khuấy trong chậu đá. Tiếp theo, tiến hành loại khí, và thu được kem dạng nhũ tương O/W.

(1) Dầu và các thành phần dầu (pha dầu)

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
Rượu behenyl	3,3
Rượu stearyl	0,9
Parafin lỏng	6,0
Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	4,0
POE (20) behenyl ete	4,0

(2) Nước và các thành phần chứa nước (pha nước)

Dipropylen glycol	6,5
Glyxerin	9,0
1,3-Butylen glycol	5,0
Phenoxyetanol	0,5
Axit xitric	0,02
Natri xitrat	0,08
Nước đã trao đổi ion	60,7

Thử nghiệm tính ổn định độ nhớt

Hai loại mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α được điều chế bằng phương pháp được mô tả ở trên được bảo quản ở 0°C, 25°C, 37°C, hoặc 50°C trong 2 tháng. Ngay sau khi sản xuất, sau 1 tháng, và sau 2 tháng, các phần chia của các loại mỹ phẩm tương ứng được thu và giữ ở 30°C trong 30 phút. Tiếp theo, độ nhớt được đo bằng nhớt kế quay loại B (nhớt kế Vismetron, do Shibaura Systems Co., Ltd. sản xuất) (Rô-to số 3, 0,3 hoặc 0,6 vòng/phút, 5 phút). Kết quả được chỉ ra trong bảng 10.

Bảng 9

Phương pháp sản xuất	Thời gian bảo quản	Độ nhớt khi được bảo quản ở mỗi nhiệt độ (mPa.s)			
		0°C	25°C	37°C	50°C
Phương pháp theo sáng chế (Ví dụ thử nghiệm 55)	Không bảo quản (ngay sau khi sản xuất)	233200 (100,0%)	233200 (100,0%)	233200 (100,0%)	233200 (100,0%)
	1 tháng	254300 (109,0%)	257300 (110,3%)	246100 (105,5%)	239200 (102,6%)
	2 tháng	258100 (110,7%)	269200 (115,4%)	250600 (107,5%)	258200 (110,7%)
Phương pháp thông thường (Ví dụ thử nghiệm 56)	Không bảo quản	64500 (100,0%)	64500 (100,0%)	64500 (100,0%)	64500 (100,0%)
	1 tháng	184300 (285,7%)	191600 (297,1%)	157300 (243,9%)	1380000 (214,0%)
	2 tháng	242700 (376,3%)	298500 (462,8%)	195600 (303,3%)	178900 (277,4%)

Như được chỉ ra trong bảng 9, độ nhớt của kem được điều chế bằng phương pháp thông thường tăng đáng kể, khoảng 2,1 đến 3,0 lần sau 1 tháng và khoảng 2,8 đến 4,6 lần sau 2 tháng, khi được bảo quản ở nhiệt độ bất kỳ nằm trong khoảng từ 0 đến 50°C. Mặt khác, độ nhớt của kem được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế hầu như không tăng trong điều kiện nhiệt độ bất kỳ nằm trong khoảng từ 0 đến 50°C. Ngay cả trong điều kiện khắc nghiệt nhất, mức tăng chỉ là 15,4% (được bảo quản ở 25°C trong 2 tháng). Mức ổn định độ nhớt cao như vậy là không thể nhận thức được từ những phán đoán theo kinh nghiệm đã biết đối với mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α .

Vì vậy, nguyên nhân gây ra nó đã được nghiên cứu. Khi độ nhớt ngay sau khi sản xuất được so sánh, kem được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế, bất kể là công thức giống hệt, gấp 3,6 lần độ nhớt của kem được điều chế bằng phương pháp thông thường. Theo đó, khi được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế, phản ứng tạo thành gel α hầu như được hoàn tất ở thời điểm sản xuất nhũ tương, và phản ứng tạo gel α mới có thể không xảy ra sau đó (vì vậy, độ nhớt không tăng).

Ngoài ra, cỡ hạt nhũ tương ngay sau khi sản xuất kem nêu trên được xác định, cỡ hạt nhũ tương trung bình của kem trong Ví dụ 55 là khoảng 500 nm; Mặt khác, cỡ hạt nhũ tương trung bình của kem trong Ví dụ 56 là khoảng 3 μm . Vì vậy, rõ ràng là khi nhũ tương được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế, có thể thu được nhũ tương có cỡ hạt rất nhỏ.

Hơn nữa, trong tất cả các mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α được điều chế bởi phương pháp theo sáng chế, không quan sát thấy khối kết tập.

Do đó, đã chỉ ra rằng, thu được chất lỏng có độ nhớt thấp gồm pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha tinh thể lỏng được phân tán (cụ thể là, chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế) bằng cách trộn, kèm theo gia nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C, (A) hỗn hợp gồm rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 (tỷ lệ phân tử gam: từ 3:2 đến 5:1) và (B) hỗn hợp gồm dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước (tỷ lệ khối lượng: 4:6 đến 8:2) là chế phẩm trung gian để điều chế một cách dễ dàng và ổn định mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có độ ổn định nhũ tương và độ ổn định độ nhớt tuyệt vời. Phương pháp được sử dụng rất đơn giản ở chỗ chế phẩm trung gian được gia nhiệt đến nhiệt độ từ 50 đến 80°C, dầu được gia nhiệt đến nhiệt độ 80°C hoặc thấp hơn được bổ sung vào đồng thời khuấy, và nó được pha loãng sau đó, khoảng từ 3 đến 50 lần theo khối lượng, bằng cách bổ sung từ từ nước ở 30°C hoặc thấp hơn. Mặc dù phương pháp này là cực kỳ đơn giản so với phương pháp thông thường, độ ổn định nhũ tương của mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α được điều chế bởi phương pháp theo sáng chế là rất cao. Ngoài ra, mỹ phẩm này có đặc tính tuyệt vời chưa từng có ở chỗ là hầu như không quan sát thấy sự gia tăng độ nhớt theo thời gian.

Sau đây, các ví dụ về mỹ phẩm dạng nhũ tương nước trong dầu theo sáng chế sẽ được minh họa. Cần hiểu rõ rằng sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

Ví dụ 8: Sữa dưỡng

Thành phần

Lượng trộn lẫn (% khối lượng)

(1) POE (60) dầu thầu dầu được hydro hóa (HLB=14,0) 1,3

(2) Rượu behenyl 1,1

(3) Rượu stearyl 0,3

(4) Dipropylen glycol 5,0

(5) Nước đã trao đổi ion 3,0

(6) Nước hoa 0,1

(7) Pentaerythritol tetra-2-ethylhexanoat 2,0

(8) α -olefin oligome 3,0

(9) Dimethylpolysiloxan 2,0

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

(10) Vazolin đã được tinh chế 1,0

(11) 1,3-Butylen glycol 2,0

(12) Phenoxietanol 0,5

(13) Glyxerin 4,0

(14) Carboxyvinylpolyme 0,03

(15) Kali hydroxit 0,01

(16) Axit tranexamic 0,1

(17) Axit xitric 0,02

(18) Natri xitrat 0,08

(19) Nước đã trao đổi ion phần còn lại

Phương pháp điều chế

Thu được vi nhũ tương gồm hai pha liên tục bằng cách trộn đồng thời khuấy các thành phần từ (1) đến (5) ở 80°C, và sau đó bổ sung từ từ dầu và các thành phần dầu từ (6) đến (10) đã được hòa tan trước ở 80°C đồng thời khuấy bằng thiết bị đồng hóa. Nước và các thành phần chứa nước từ (11) đến (19) đã được trộn trước ở nhiệt độ trong phòng được đổ dần dần đồng thời khuấy, và thu được sữa dưỡng. Sữa dưỡng thu được có tính ổn định độ nhớt cực tốt so với sữa dưỡng được điều chế bằng phương pháp thông thường (sau khi nhũ hóa bằng cách bổ sung dầu và các thành phần dầu (= (2), (3), và từ (6) đến (10)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C vào nước và các thành phần chứa nước (= (1), (4), (5), và từ (11) đến (19)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C, tiến hành làm nguội đến 25°C bằng thiết bị Onlator® (Sakura Seisakusho Ltd.)).

Ví dụ 9: Sữa dưỡng

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) POE (20) behenyl ete (HLB=16,5)	0,6
(2) Rượu behenyl	0,7
(3) 1,3-Butylen glycol	6,0
(4) Nước đã trao đổi ion	2,0
(5) Nước hoa	0,05
(6) Dimethylpolysiloxan	2,0
(KF-96A-6cs, được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	
(7) Squalan	4,0
(8) Xetyl isostearat	0,6
(9) Glyxerin	5,0

(10) Carboxyvinylpolyme	1,0
(11) Kali hydroxit	0,3
(12) Dịch chiết cúc La Mã	0,1
(13) Nước đã trao đổi ion	phần còn lại

Phương pháp điều chế

Thu được thể phân tán tinh thể lỏng dạng lớp bằng cách trộn đồng thời khuấy các thành phần từ (1) đến (4) ở 80°C, và sau đó bổ sung từ từ dầu và các thành phần dầu từ (5) đến (8) đã được hòa tan trước bằng cách gia nhiệt ở 80°C đồng thời khuấy bằng thiết bị đồng hóa. Nước và các thành phần chứa nước từ (9) đến (13) đã được trộn trước ở nhiệt độ trong phòng được đổ dần dần đồng thời khuấy, và thu được sữa dưỡng. Sữa dưỡng thu được có tính ổn định độ nhớt cực tốt so với sữa dưỡng được điều chế bằng phương pháp thông thường (sau khi nhũ hóa bằng cách bổ sung dầu và các thành phần dầu (= (2) và từ (5) đến (8)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C vào nước và các thành phần chứa nước (= (1), (3), (4), và từ (9) đến (13)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C, tiến hành làm nguội đến 25°C bằng thiết bị Onlator).

Ví dụ 10: Sữa dưỡng

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) POE (15) oleyl ete (HLB=16,0)	1,2
(2) Rượu xetostearyl	0,8
(3) Isopren glycol	4,5
(4) 1,4-butandiol	1,5
(5) Nước đã trao đổi ion	1,5
(6) Nước hoa	0,09

(7) Glyxeryl tristearat	2,5
(8) Squalan	4,5
(9) Dimetylpolysiloxan	2,0

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

(10) Dipropylen glycol	7,0
(11) Erythritol	1,3
(12) Glyxerin	4,0
(13) Phenoxyetanol	0,3
(14) Gôm xanthan	0,5
(15) Natri hexametaphosphat	0,03
(16) Nước đã trao đổi ion	phần còn lại

Phương pháp điều chế

Thu được vi nhũ tương gồm hai pha liên tục bằng cách trộn đồng thời khuấy các thành phần từ (1) đến (5) ở 80°C, và sau đó bổ sung từ từ dầu và các thành phần dầu từ (6) đến (9) đã được trộn trước ở 50°C đồng thời khuấy bằng thiết bị đồng hóa. Nước và các thành phần chứa nước từ (10) đến (16) đã được trộn trước ở nhiệt độ trong phòng được đổ dần dần đồng thời khuấy, và thu được sữa dưỡng. Sữa dưỡng thu được có tính ổn định độ nhớt cực tốt so với sữa dưỡng được điều chế bằng phương pháp thông thường (sau khi nhũ hóa bằng cách bổ sung dầu và các thành phần dầu (= (2) và từ (6) đến (10)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C vào nước và các thành phần chứa nước (= (1), từ (3) đến (5), và từ (10) đến (16)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C, tiến hành làm nguội đến 25°C bằng thiết bị Onlator).

Ví dụ 11: Kem chống nắng

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) POE (30) dầu thầu dầu được hydro hóa (HLB=11,0)	2,2
(2) Rượu behenyl	3,5
(3) Rượu stearyl	0,9
(4) Dipropylen glycol	6,0
(5) Nước đã trao đổi ion	2,0
(6) Nước hoa	0,08
(7) Glyxeryl tri-2-etylhexanoat	2,0
(8) Bis(2-etylhexyl) succinat	3,0
(9) 2-etylhexyl p-metoxysinamat	5,0
(10) Avobenzon	3,0
(11) Bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin	1,0
(12) 1,3-Butylen glycol	5,0
(13) Phenoxyetanol	0,5
(14) Glyxerin	9,0
(15) Muối EDTA trinatri	0,1
(16) Erythritol	0,1
(17) Axit xitric	0,02
(18) Natri xitrat	0,08
(19) Nước đã trao đổi ion	phần còn lại

Phương pháp điều chế

Thu được vi nhũ tương gồm hai pha liên tục bằng cách trộn đồng thời khuấy các thành phần từ (1) đến (5) ở 80°C, và sau đó bổ sung từ từ dầu và các thành phần dầu từ (6) đến (11) đã được trộn trước ở 70°C đồng thời khuấy bằng thiết bị đồng hóa. Nước và các thành phần chứa nước từ (12) đến (19) đã được trộn trước ở nhiệt độ trong phòng được đổ vào dần dần đồng thời khuấy, và thu được kem chống nắng. Kem chống nắng thu được có tính ổn định độ nhớt cực tốt so với kem chống nắng được điều chế bằng phương pháp thông thường (sau khi nhũ hóa bằng cách bổ sung dầu và các thành phần dầu (= (2), (3), và từ (6) đến (11)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C vào nước và các thành phần chứa nước (= (1), (4), (5), và từ (12) đến (19)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C, tiến hành làm nguội đến 25°C bằng thiết bị Onlator).

Ví dụ 12: Kem

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) Axit béo từ dầu dừa sorbitan este (HLB=8,6)	1,5
(2) Rượu behenyl	2,0
(3) 1,3-Butylen glycol	6,5
(4) Nước đã trao đổi ion	1,5
(5) Nước hoa	0,05
(6) Dimethylpolysiloxan	7,4
(KF-96A-6cs, được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)	
(7) Squalan	4,0
(8) Rượu behenyl	0,6
(9) Vazolin đã được tinh chế	1,0

(10) Dipropylen glycol	5,0
(11) Phenoxyetanol	0,5
(12) Glyxerin	7,0
(13) EDTA3Na	0,1
(14) Dịch chiết cúc La Mã	0,1
(15) Axit xitric	0,02
(16) Natri xitrat	0,08
(17) Nước đã trao đổi ion	phần còn lại

Phương pháp điều chế

Thu được thể phân tán tinh thể lỏng dạng lớp bằng cách trộn đồng thời khuấy các thành phần từ (1) đến (4) ở 80°C, và sau đó bổ sung từ từ dầu và các thành phần dầu từ (5) đến (9) đã được trộn trước ở 80°C đồng thời khuấy bằng thiết bị đồng hóa. Nước và các thành phần chứa nước từ (10) đến (17) đã được trộn trước ở nhiệt độ trong phòng được đổ vào dần dần đồng thời khuấy, và thu được kem. Kem thu được có tính ổn định độ nhớt cực tốt so với kem được điều chế bằng phương pháp thông thường (sau khi nhũ hóa bằng cách bổ sung dầu và các thành phần dầu (= (2) và từ (5) đến (9)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C vào nước và các thành phần chứa nước (= (1), (3), (4), và từ (10) đến (17)) đã được hòa tan bằng cách gia nhiệt ở 70°C, tiến hành làm nguội đến 25°C bằng thiết bị Onlator).

Ví dụ 13: Sữa dưỡng

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) Polyoxyetylen glyxeryl monostearat	1,2
(10E.O., HLB=11)	

(2) Rượu behenyl	0,8
(3) 1,3-Butylen glycol	6,0
(4) Nước đã trao đổi ion	2,0
(5) kali stearat	0,2
(6) kali behenat	0,3
(7) kali isostearat	0,3
(8) α -olefin oligome	3,0
(9) glyxeryl tri-2-etylhexanoat	3,0
(10) Dimethylpolysiloxan	2,0

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

(11) Phenoxyetanol	0,5
(12) Glyxerin	7,0
(13) EDTA-2Na	0,01
(14) Carboxyvinylpolyme	0,12
(15) Nước đã trao đổi ion	phần còn lại

Phương pháp điều chế

Thu được vi nhũ tương gồm hai pha liên tục bằng cách trộn đồng thời khuấy các thành phần từ (1) đến (4) ở 80°C, và sau đó bổ sung từ từ dầu và các thành phần dầu từ (5) đến (10) đã được hòa tan trước bằng cách gia nhiệt ở 70°C đồng thời khuấy bằng thiết bị đồng hóa. Nước và các thành phần chứa nước từ (11) đến (15) đã được trộn trước ở nhiệt độ trong phòng được đổ dần dần đồng thời khuấy, và thu được sữa dưỡng.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Chế phẩm trung gian gel α theo sáng chế cho phép điều chế mỹ phẩm dạng nhũ tương O/W chứa gel α có độ ổn định nhũ tương và độ ổn định độ nhớt tuyệt vời chỉ bằng cách bổ sung dầu đã được gia nhiệt vào chế phẩm đã được gia nhiệt này và sau đó pha loãng bằng nước ở nhiệt độ trong phòng. Ngoài ra, chế phẩm trung gian có thể được bảo quản một cách ổn định, ở dạng chất rắn dạng sáp, ở nhiệt độ trong phòng trong một khoảng thời gian dài. Vì vậy, giá trị áp dụng trong công nghiệp, như sự giảm chi phí do việc điều chế với lượng lớn và sự thương mại hóa để làm chế phẩm trung gian, là rất cao.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm tạo gel α bao gồm:

(A) từ 20 % đến 80 % khối lượng hỗn hợp bao gồm một hoặc nhiều rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số cân bằng ưa nước-ky nước (HLB) bằng từ 7 đến 17 ở tỷ lệ phân tử gam từ 3:2 đến 5:1, và

(B) từ 20 đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước có trị số cân bằng vô cơ-hữu cơ (IOB) bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước ở tỷ lệ khối lượng là từ 4:6 đến 8:2,

trong đó chất hoạt động bề mặt không phân ly là một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm gồm polyoxyetylen alkyl ete, este của axit béo với polyetylen glycol, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen, và este của axit béo với polyoxyetylen glyxeryl;

trong đó dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 là một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước được chọn từ nhóm gồm dipropylen glycol, isopren glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, và propylen glycol;

trong đó chế phẩm này là chất lỏng bao gồm pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C và một chất rắn ở nhiệt độ trong phòng; và

trong đó chế phẩm này tạo ra gel α bằng cách bổ sung nước sau khi tạo thành chất lỏng nhờ gia nhiệt đến nhiệt độ từ 50°C đến 80°C.

2. Phương pháp sản xuất mỹ phẩm dạng nhũ tương dầu trong nước (O/W) chứa gel α bao gồm các bước từ (i) đến (iii):

(i) thu nhận chế phẩm tạo gel α gồm có pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục hoặc

pha vi nhũ tương gồm hai pha liên tục được phân tán trong tinh thể lỏng dạng lớp bằng cách trộn kèm theo khuấy các thành phần (A) và (B) được nêu dưới đây ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C,

(A) từ 20% đến 80% khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều rượu bậc cao có 16 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và một chất hoạt động bề mặt không phân ly có trị số HLB bằng từ 7 đến 17 ở tỷ lệ phân tử gam từ 3:2 đến 5:1,

trong đó chất hoạt động bề mặt không phân ly là một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm gồm polyoxyetylen alkyl ete, este của axit béo với polyetylen glycol, dầu thầu dầu được hydro hóa polyoxyetylen, và este của axit béo với polyoxyetylen glyxeryl; và

(B) từ 20 % đến 80 % khối lượng hỗn hợp gồm một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 và nước ở tỷ lệ khối lượng là từ 4:6 đến 8:2,

trong đó dung môi hòa tan trong nước có trị số IOB bằng từ 1,5 đến 3,5 là một hoặc nhiều dung môi hòa tan trong nước được chọn từ nhóm gồm dipropylene glycol, isopren glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, và propylene glycol,

(ii) bổ sung dầu ở nhiệt độ 80°C hoặc thấp hơn vào chế phẩm tạo gel α thu được ở bước (i) đồng thời khuấy chế phẩm này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C, và

(iii) bổ sung từ từ nước ở nhiệt độ 30°C hoặc thấp hơn và với khối lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 50 lần khối lượng hỗn hợp vào hỗn hợp gồm chế phẩm tạo gel α và dầu thu được ở bước (ii) đồng thời khuấy hỗn hợp này.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó chế phẩm tạo gel α thu được ở bước (i) được bảo quản ở nhiệt độ trong phòng và sau đó tiến hành bước (ii).

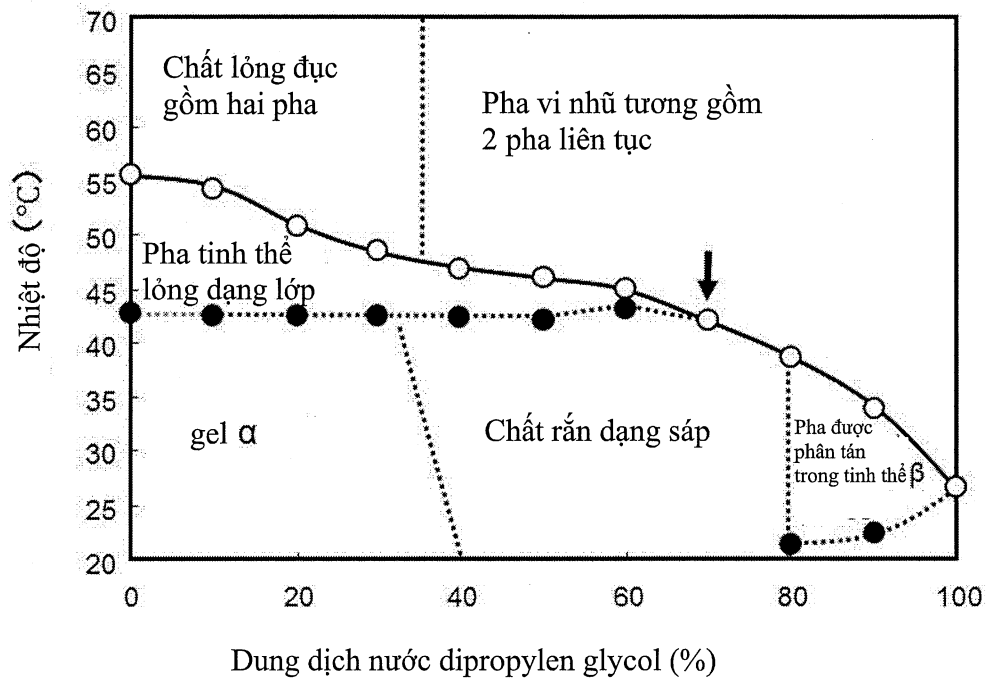


Fig.1: Trạng thái pha của hỗn hợp gồm rượu xetostearyl + POE (15) oleyl ete / DPG / nước