



(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)



1-0025437

(51)⁷ A61K 8/81; C09K 3/00; A61Q 19/00

(13) B

(21) 1-2016-01509

(22) 09/10/2013

(86) PCT/JP2013/077521 09/10/2013

(87) WO2015/052804 16/04/2015

(45) 25/09/2020 390

(43) 25/07/2016 340A

(73) SHISEIDO COMPANY, LTD. (JP)

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

(72) SOGABE, Atsushi (JP); MATSUO, Ayano (JP); YUSA, Shin-ichi (JP).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẾ PHẨM LÀM ĐẶC CÓ TÍNH QUÁNH THẤP, NGUYÊN LIỆU THÔ DÙNG CHO MỸ PHẨM VÀ MỸ PHẨM CHỨA CHẾ PHẨM LÀM ĐẶC NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm đặc có tính quánh thấp chứa một hợp chất có nhu cầu cao để dùng làm chế phẩm làm đặc cho mỹ phẩm, trong đó hợp chất này có tính quánh thấp, được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic, muối của axit polyacrylic, axit poly(2-acrylamido-2-metylpropansulfonic) (PAMPS) và muối của PAMPS, phân tử lượng trung bình khối của hợp chất nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu, và lượng hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm 10% khối lượng hoặc thấp hơn. Sáng chế cũng đề cập đến nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm và mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm đặc thích hợp để bào chế các mỹ phẩm và mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thông thường, các loại chế phẩm làm đặc khác nhau được trộn lẫn trong các mỹ phẩm để tạo độ nhớt thích hợp cho ứng dụng, cải thiện cảm giác sử dụng, và tăng độ bền cho hệ nhũ tương. Nhiều chất trong số chúng là các hợp chất polyme tan trong nước và được phân loại, dựa trên nguồn gốc của chúng, thành polyme tự nhiên (gồm xanthan, axit hyaluronic, v.v.), polyme bán tổng hợp, trong đó các nhóm chức được bổ sung vào polyme tự nhiên bằng các phản ứng tổng hợp, và polyme tổng hợp. Trong số các hợp chất này, hợp chất polyme tự nhiên có những nhược điểm như nhược điểm về tính ổn định bảo quản và tính ổn định chất lượng (thay đổi độ nhớt theo mẻ, nhiễm vi sinh vật, v.v.); do đó, nhu cầu đối với hợp chất polyme tổng hợp đang tăng cao trong những năm gần đây.

Nói chung, các hợp chất polyme này được cho là tạo ra tác dụng làm đặc do mang các phân tử trong nước vào các phân tử chính (cụ thể là quá trình hydrat hóa) và tạo ra cấu trúc mạng ba chiều. Trong nhiều trường hợp, tính quánh (tức là chảy thành dây dài, mảnh, dai) xuất hiện khi tăng độ nhớt. Tính quánh có thể gây ra sự nhóp, dính, và làm cho khó trải chất liệu ra; do đó, chúng ta thường muốn loại bỏ tính chất này đối với nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm. Như được mô tả trên đây, tính quánh xuất hiện khi tăng độ nhớt; tuy nhiên, tính chất này phụ thuộc rất nhiều vào độ đàn hồi của hợp chất polyme. Do đó, được coi là tính chất này gắn liền với tác dụng làm đặc do hợp chất polyme tạo ra. Cụ thể là, có một báo cáo nêu ra rằng mức quánh cảm thấy bởi da người (được gọi là “cảm giác quánh” trong đơn) không tương ứng với độ nhớt của chất liệu thử nghiệm (PTL 1).

Do đó, trong lĩnh vực mỹ phẩm, đã có nhiều nỗ lực để giảm tính quánh của chế phẩm làm đặc. Ví dụ, đã được thông báo cho trường hợp hợp chất polyme tự nhiên polysacarit, như rau câu và gôm xanthan, là tính quánh có thể được giảm đi, mà vẫn giữ được tác dụng làm đặc của hợp chất polyme, bằng cách bổ sung một axit hữu cơ đặc biệt với lượng đặc biệt (PTL 2). Trong trường hợp axit hyaluronic, cũng là một polysacarit, thì thấy rằng tính quánh có thể được giảm đi, đối với axit hyaluronic có phân tử lượng tương đối thấp, bằng cách thay thế một phần của các nhóm rượu hydroxyl bằng các nhóm axetyl (PTL 3).

Tuy nhiên, các phương pháp này không linh hoạt, và khó để nói là chúng là những phương pháp hiệu quả thậm chí đối với các hợp chất polyme tổng hợp, mà thường xuyên được sử dụng trong các mỹ phẩm. Cụ thể là, axit polyacrylic hoặc muối của nó, hoặc axit poly(2-acrylamido-2-methylpropansulfonic) (dưới đây xin viết tắt là PAMPS) hoặc muối của nó được dùng rộng rãi làm chế phẩm làm đặc vì tác dụng làm đặc/tính chất hấp thu nước cao. Tuy nhiên, tính quánh lại rất cao; do đó, lượng trộn lẫn bị hạn chế. Theo đó, có nhu cầu đặc biệt về phương pháp làm giảm tính quánh của các hợp chất polyme tổng hợp này. PTL6 bộc lộ axit poly(met)acrylic đã được trung hòa một phần có phân tử lượng trung bình khối từ 2 đến 4 triệu và mức đa phân tán bằng từ 1 đến 1,3. Tuy nhiên, vẫn cần phải cải thiện đặc tính quánh.

Các tài liệu kỹ thuật đã biết

Tài liệu patent:

[PTL 1] Công bố đơn patent Nhật Bản số 2011-2418;

[PTL 2] Công bố đơn patent Nhật Bản số 2013-180997;

[PTL 3] Công bố đơn patent Nhật Bản số H09-71602;

[PTL 4] WO98/01479;

[PTL 5] Công bố đơn patent Nhật Bản chưa xét nghiệm số 2005-274350;

[PTL 6] Công bố đơn patent Nhật Bản chưa xét nghiệm số 2008-088290;

[PTL 7] US 2013/157901 A1;

[PTL 8] US 5 721 275 A;

[PTL 4] US 4 065 422 A.

Tài liệu không phải patent:

[NPL 1] Journal of Polymer Science Part A: Polymeric Chemistry, 47, pp. 6827–6838, 2009;

[NPL 2] Macromolecules, 34, pp. 2248–2256, 2001.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đã được tạo ra trên cơ sở các vấn đề trong lĩnh vực kỹ thuật được mô tả trên đây, và nhằm mục đích đề xuất chế phẩm làm đặc chứa một hợp chất với nhu cầu cao để dùng làm chế phẩm làm đặc cho các mỹ phẩm, tức là, axit polyacrylic hoặc muối của nó, trong đó tính quánh của hợp chất này thấp.

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu kỹ các vấn đề được mô tả trên đây. Kết quả là, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, đối với axit polyacrylic hoặc muối của nó, có phân tử lượng trung bình nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu, tính quánh bởi hợp chất này có thể được giảm đi đáng kể bằng cách sử dụng một lượng 10% khối lượng hoặc thấp hơn hợp chất này nhưng có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn. Ngoài ra, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các mỹ phẩm mà natri polyacrylat, có tính quánh thấp, của sáng chế được trộn vào, thì cảm giác quánh, nhớt, và dính khó cảm nhận thấy và khả năng dàn trải là rất tốt, từ đó đã tạo ra sáng chế.

Theo đó, sáng chế đề xuất chế phẩm làm đặc chứa:

polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu;

trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

polyme có phân tử lượng gấp ba lần hoặc nhiều hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

độ dài quánh của dung dịch 1% khối lượng của polyme này ở nhiệt độ trong phòng là 10 mm hoặc nhỏ hơn, trong đó độ dài quánh được xác định là khoảng cách từ một đồ chứa chứa dung dịch này xuống đến chỗ dung dịch bị đứt sau khi cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch này, và sau đó đồ chứa được đổ xuống ở vận tốc 5 mm/giây; và

polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic.

Sáng chế bộc lộ chế phẩm làm đặc chứa polyme có phân tử lượng trung bình nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu, trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng, và polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic.

Sáng chế còn đề xuất nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc chứa:

polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu;

trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

polyme có phân tử lượng gấp ba lần hoặc nhiều hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

độ dài quánh của dung dịch 1% khối lượng của polyme này ở nhiệt độ trong phòng là 10 mm hoặc nhỏ hơn, trong đó độ dài quánh được xác định là khoảng cách từ một đồ chứa chứa dung dịch này xuống đến chỗ dung dịch bị đứt sau khi cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch này, và sau đó đồ chứa được đổ xuống ở vận tốc 5 mm/giây; và

polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic. Sáng chế bộc lộ nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc có tính quánh thấp chứa polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong

khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu, trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng, và polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc chứa:

polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu;

trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

polyme có phân tử lượng gấp ba lần hoặc nhiều hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

độ dài quánh của dung dịch 1% khối lượng của polyme này ở nhiệt độ trong phòng là 10 mm hoặc nhỏ hơn, trong đó độ dài quánh được xác định là khoảng cách từ một đồ chứa chứa dung dịch này xuống đến chỗ dung dịch bị đứt sau khi cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch này, và sau đó đồ chứa được đổ xuống ở vận tốc 5 mm/giây; và

polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic. Sáng chế bộc lộ mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc có tính quánh thấp chứa polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu, trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng, và polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic.

Theo sáng chế, có thể thu được chế phẩm làm đặc chứa:

polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu;

trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

polyme có phân tử lượng gấp ba lần hoặc nhiều hơn ba lần phân tử lượng

trung bình khối chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

độ dài quánh của dung dịch 1% khối lượng của polyme này ở nhiệt độ trong phòng là 10 mm hoặc nhỏ hơn, trong đó độ dài quánh được xác định là khoảng cách từ một đồ chứa chứa dung dịch này xuống đến chỗ dung dịch bị đứt sau khi cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch này, và sau đó đồ chứa được đổ xuống ở vận tốc 5 mm/giây; và

polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic;

hợp chất này có tính quánh thấp, hầu như không tạo cảm giác quánh, nhớt, và dính, và khả năng dàn trải tuyệt vời. Do đó, có thể bào chế các mỹ phẩm được cải thiện về cảm giác quánh, nhớt, và dính và khả năng dàn trải bằng cách sử dụng chế phẩm làm đặc có tính quánh thấp này.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1: Đồ thị phân tích sắc ký lọc gel (GPC) của natri polyacrylat theo sáng chế (natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác).

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, các phương án ưu tiên của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Các hợp chất polyme tổng hợp

Axit polyacrylic hoặc muối của nó có thể dùng được theo sáng chế là các chất có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 300 nghìn đến 8 triệu, ưu tiên là từ 500 nghìn đến 8 triệu, và lượng hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn là 10% khối lượng hoặc thấp hơn. Điều này là do nếu phân tử lượng trung bình khối thấp hơn 300 nghìn, khả năng dàn trải kém đi, và nếu phân tử lượng trung bình khối vượt quá 8 triệu, thì về mặt kỹ thuật, sẽ trở nên khó không chế lượng hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn ở 10% khối lượng hoặc thấp hơn. Như được mô tả dưới đây, nếu lượng hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn vượt quá 10% khối lượng, thì tính quánh trở nên rất kém, và có thể có cảm giác quánh, nhớt, và

đính; do đó, điều này là không mong muốn.

Ngoài ra, đối với hợp chất polyme tổng hợp của sáng chế, nếu lượng hợp chất có phân tử lượng bằng ba lần hoặc cao hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối này là 10% khối lượng hoặc thấp hơn, thì tính quán lại được không chế; do đó, điều này là được mong muốn.

Ngoài ra, tốt hơn nếu trị số phân bố phân tử lượng (cụ thể là, phân tử lượng trung bình khối/phân tử lượng trung bình số) của hợp chất polyme tổng hợp của sáng chế là 2,0 hoặc thấp hơn và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,8. Điều này là do nếu trị số phân bố phân tử lượng vượt quá 2,0, thì tính quán lại trở nên cao đáng kể.

Các ví dụ về các loại muối được mô tả trên đây gồm các muối kim loại kiềm (ví dụ, muối natri, muối kali, muối magie, muối canxi, v.v.), các muối amin hữu cơ (ví dụ, muối monoetanolamin, muối dietanolamin, muối trietanolamin, muối triisopropanolamin, v.v.), và các muối của hợp chất chứa nitơ bazơ như 2-amino-2-metyl-1-propanol, 2-amino-2-metyl-1,3-propandirol, 2-amino-2-hydroxymetyl-1,3-propandirol, L-arginin, L-lysin, và L-alkyl taurin. Trong số các hợp chất này, các muối kim loại kiềm hóa trị một và các muối amin hữu cơ là được ưu tiên, ưu tiên hơn là muối natri, muối kali và muối trietanolamin, và ưu tiên nhất là muối natri.

Theo sáng chế, muối của axit polyacrylic nghĩa là hợp chất thu được bằng cách trung hòa axit polyacrylic bằng bazơ được mô tả trên đây (cụ thể là, các kim loại kiềm, các amin hữu cơ, các hợp chất chứa nitơ bazơ, v.v., được mô tả trên đây) hoặc hợp chất thu được bằng cách polyme hóa axit acrylic hoặc axit 2-acrylamit-2-metylpropansulfonic (dưới đây xin viết tắt là AMPS) mà phần axit của nó đã được trung hòa từ trước bằng bazơ được mô tả trên đây.

Trong bản mô tả này, chỉ axit polyacrylic hoặc muối của nó, mà đã biết là có tính quán cao, là được mô tả cụ thể. Tuy nhiên, có thể làm giảm tính quán đối với các hợp chất polyme tổng hợp khác các hợp chất này, bằng cách sử dụng một lượng hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn là 10% khối lượng hoặc thấp hơn

trong điều kiện phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu.

Về các ví dụ về các hợp chất polyme tổng hợp này, các hợp chất tổng hợp được theo phương pháp polyme hóa RAFT được mô tả dưới đây là các hợp chất được ưu tiên. Các ví dụ gồm các homopolyme và/hoặc các muối của chúng, trong đó các monome axit acrylic như axit metacrylic, alkyl acrylat, alkyl metacrylat, este của axit acrylic; các monome acrylamit như acrylamit và dimethylacrylamit; các vinyl monome như rượu vinylic, vinylpyrrolidon, vinyl axetat, carboxyvinyl, và vinyl metyl ete; và styren, uretan, v.v. là các monome đơn vị cấu tạo; và các copolyme và/hoặc các muối của chúng bao hàm hai hoặc nhiều loại monome được chọn từ các monome, axit acrylic, và AMPS này. Trong số các hợp chất này, các hợp chất mà đơn vị cấu tạo là monome axit acrylic hoặc monome acrylamit là các hợp chất được đặc biệt ưu tiên. Ngoài ra, các monome phân tử lớn, trong đó polyetylen glycol, hợp chất polyme trên cơ sở silicon, v.v. được đưa vào monome được mô tả trên đây ở dạng mạch bên, cũng có thể thích hợp để dùng làm đơn vị cấu tạo.

Các ví dụ về hợp chất cụ thể gồm polyacrylamit, polydimethylacrylamit, rượu polyvinylic, polyvinylpyrrolidon, polyvinylmetyl ete, polyvinyl axetat, carboxyvinyl polyme, v.v.; và copolyme (axit acrylic/alkyl acrylat), copolyme (axit acrylic/alkyl metacrylat), copolyme (alkyl acrylat/styren), copolyme este của axit polyacrylic, copolyme (dimethylacrylamit/axit 2-acrylamido-2-metylpropansulfonic) và các muối của chúng. Polyme theo sáng chế được xác định trong phần yêu cầu bảo hộ.

Các phương pháp tổng hợp hợp chất polyme

Hợp chất polyme tổng hợp của sáng chế có thể được tổng hợp theo phương pháp polyme hóa không chuyển và không kết thúc mạch đã biết. Các ví dụ về quá trình polyme hóa không chuyển và không kết thúc mạch gồm polyme hóa anion không chuyển và không kết thúc mạch, polyme hóa cation không chuyển và không kết thúc mạch, polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch (polyme hóa gốc chính xác, hoặc polyme hóa gốc có kiểm soát), v.v.

Các ví dụ về polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch gồm

polyme hóa (gốc) mà nitroxit làm trung gian, hoặc polyme hóa (gốc) mà nitroxit làm trung gian (NLRP), polyme hóa gốc chuyển nguyên tử (ATRP), polyme hóa chuyển mạch cộng hợp - phân mảnh đảo chiều (RAFT), v.v. Các ví dụ về polyme hóa gốc chuyển nguyên tử (ATRP) gồm ATRP chất hoạt hóa được tạo bởi chuyển điện tử, hoặc ATRP các chất hoạt hóa được tạo bởi chuyển điện tử (AGET ATRP), ATRP chất hoạt hóa được tái tạo bằng chuyển điện tử, hoặc ATRP các chất hoạt hóa được tái tạo bởi chuyển điện tử (ARGET ATRP), ATRP các chất khơi mào tái tạo liên tục các loại hoạt chất, hoặc ATRP các chất khơi mào tái tạo chất hoạt hóa liên tục (ICAR ATRP), và ATRP đảo chiều. Như là một công nghệ trên cơ sở polyme hóa chuyển mạch cộng hợp - phân mảnh đảo chiều (RAFT), có thể liệt kê polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch, trong đó telu hữu cơ là đầu cuối phát triển, hoặc polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch mà telu hữu cơ làm trung gian (TERP), polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch mà antimon làm trung gian (SBRP), và polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch mà bismut làm trung gian (BIRP). Các ví dụ về các polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch khác gồm polyme hóa gốc chuyển iot (IRP), polyme hóa gốc mà coban làm trung gian (CMRP), v.v.

Tốt hơn nếu polyme hóa trực tiếp axit acrylic bởi vì tính đơn giản của quá trình polyme hóa này. Tuy nhiên, khi khó polyme hóa do sự tạo thành của các muối không tan như các chất xúc tác, thì các este của axit acrylic được bảo vệ như t-butyl acrylat, metoxymetyl acrylat, và metyl acrylat được sử dụng, và có thể thu được hợp chất polyme mong muốn bằng cách khử bảo vệ sau.

Theo sáng chế, phương pháp polyme hóa chuyển mạch cộng hợp - phân mảnh đảo chiều (phương pháp polyme hóa RAFT) là được ưu tiên bởi vì có thực hiện quá trình tổng hợp chính xác (cụ thể là, tổng hợp hợp chất polyme với trị số phân bố phân tử lượng hẹp) (PTL 4). Các tác nhân chuyển mạch được ưu tiên là các tác nhân loại dithio và trithio. Chất khơi mào polyme hóa mà có cấu trúc hóa học tương tự với cấu trúc hóa học của tác nhân chuyển mạch là được ưu tiên, và chất khơi mào azo là được ưu tiên. Không có hạn chế về dung môi polyme hóa, và nên chọn các dung môi có tính tan của monome và polyme cao. Tốt hơn nếu thời gian polyme hóa nằm trong khoảng

từ vài giờ đến 50 giờ.

Các phương pháp xác định phân tử lượng

Phân tử lượng của hợp chất polyme có thể được xác định bằng các phương pháp đã biết, như phương pháp tán xạ ánh sáng, phương pháp siêu ly tâm, và phương pháp sắc ký, để xác định phân tử lượng trung bình khối; và phương pháp thẩm thấu và phương pháp sắc ký, để xác định phân tử lượng trung bình số. Trong số các phương pháp này, phương pháp sắc ký là được ưu tiên bởi vì có thể dễ dàng xác định được phân tử lượng trung bình khối, phân tử lượng trung bình số, và trị số phân bố phân tử lượng chỉ với một lượng nhỏ mẫu; đặc biệt là, phương pháp sắc ký lọc gel (dưới đây xin viết tắt là GPC) là được ưu tiên.

Trị số phân bố phân tử lượng được sử dụng ở đây là trị số được xác định bằng cách chia phân tử lượng trung bình khối nhận được từ phân tích GPC cho phân tử lượng trung bình số.

Ứng dụng

Có thể trộn lẫn axit polyacrylic hoặc muối của nó của sáng chế vào các mỹ phẩm khác nhau ở dạng chế phẩm làm đặc có tính quánh thấp hoặc ở dạng nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm có tính quánh thấp. Phương pháp trộn lẫn được ưu tiên nhất là phương pháp dùng thay thế cho axit polyacrylic thương mại hoặc muối của nó mà phân tử lượng của chúng không kiểm soát được một cách thích hợp. Bằng việc thay thế này, có thể cải thiện những tính thích hợp khi sử dụng như cảm giác quánh, nhớt, dính, và khả năng dàn trải kém của các mỹ phẩm chứa các sản phẩm thương mại được mô tả trên đây. Hợp chất polyme tổng hợp của sáng chế có tính quánh thấp, và không có những tính chất bất lợi khi sử dụng; do đó, có thể trộn nhiều chất liệu hơn so với sản phẩm thương mại tương ứng.

Ngoài ra, có thể trộn lẫn một cách thích hợp axit polyacrylic hoặc muối của nó theo sáng chế ở dạng chất thay thế cho chế phẩm làm đặc chứa các hợp chất khác không kiểm soát được phân tử lượng. Cụ thể là, tốt hơn nếu trộn lẫn chúng vào các mỹ phẩm ở dạng chất thay thế cho chế phẩm làm đặc mà đã biết là có tính quánh cao; cụ

thể là, các hợp chất polyme tổng hợp như carboxyl polyme, polyetylen glycol, và rượu polyvinyllic; các hợp chất polyme bán tổng hợp như metylxenluloza, etylxenluloza, carboxymetylxenluloza, và hydroxyetylxenluloza; và các hợp chất polyme tự nhiên như rau câu, gồm xanthan, gồm guar, và axit hyaluronic hoặc muối của nó.

Có thể trộn lẫn axit polyacrylic hoặc muối của nó theo sáng chế, ví dụ, với lượng ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5,0% khối lượng trên tổng lượng mỹ phẩm, và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2,5% khối lượng.

Có thể trộn lẫn một cách thích hợp axit polyacrylic hoặc muối của nó theo sáng chế vào các mỹ phẩm làm đẹp như mỹ phẩm nền, mỹ phẩm mí mắt, mỹ phẩm kẻ mắt, mỹ phẩm mi mắt, mỹ phẩm dùng cho lông mày, mỹ phẩm kẻ môi, và mỹ phẩm làm đẹp sơ bộ; và các mỹ phẩm chăm sóc da như kem, dung dịch dạng sữa, dung dịch, gel, tắm đắp, và mặt nạ.

Có thể sản xuất các sản phẩm này theo các phương pháp thông thường; tuy nhiên, sản phẩm theo sáng chế không chỉ giới hạn ở những sản phẩm này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế được mô tả chi tiết hơn bằng các ví dụ, tuy nhiên, phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Trong các ví dụ dưới đây, đôi khi, phân tử lượng trung bình và phân tử lượng trung bình số của hợp chất polyme được đề cập đến lần lượt là M_w và M_n .

Ví dụ 1: Tổng hợp chính xác natri polyacrylat (theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ) và natri PAMPS (không theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ)

Theo phương pháp polyme hóa RAFT, phương pháp polyme hóa gốc không chuyển và không kết thúc mạch, sáu loại natri polyacrylat có phân tử lượng trung bình khối khác nhau và bốn loại natri PAMPS có phân tử lượng trung bình khối khác nhau được tổng hợp chính xác. Quy trình tổng hợp được nêu dưới đây. Trong các phản ứng tổng hợp được mô tả dưới đây, 4,4'-azobis-(axit 4-xyanovaleric) (V-501, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được sử dụng làm chất khơi mào polyme hóa, và axit 4-xyanopentanoic dithiobenzoat (được tổng hợp theo NPL 1, dưới

đây xin viết tắt là CPD) được sử dụng làm tác nhân chuyển mạch. Axit α -(metyltrithiocacbonat)-S-phenylaxetic (được tổng hợp theo NPL 2, thường được viết tắt là MTPA) cũng có thể được sử dụng làm tác nhân chuyển mạch.

Natri polyacrylat-1 được tổng hợp chính xác

Hòa tan axit acrylic (2511 mg) và V-501 (0,17 mg) vào nước được trao đổi ion (9 mL), cho dung dịch metanol (1 mL) mà CPD (0,17 mg) đã được hòa tan vào, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong khí quyển argon ở 60 °C trong 24 giờ. Sau phản ứng polyme hóa, bổ sung dung dịch nước natri hydroxit vào để điều chỉnh độ pH đến khoảng từ 6,0 đến 7,0 (= trung hòa hoàn toàn), và sau đó hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 4 ngày. Natri polyacrylat-1 được tổng hợp chính xác (1,82 g, hiệu suất: 72%) được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 7,3 triệu, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,2.

Natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác

Hòa tan axit acrylic (2504 mg), metylenbisacrylamit (38,4 μ g), và V-501 (0,68 mg) vào nước được trao đổi ion (9 mL), cho dung dịch metanol (1 mL) mà CPD (0,68 mg) đã được hòa tan vào, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong khí quyển argon ở 60 °C trong 24 giờ. Sau phản ứng polyme hóa, bổ sung dung dịch nước natri hydroxit vào để trung hòa hoàn toàn độ pH, và sau đó hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 4 ngày. Natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác (1,71 g, hiệu suất: 68%) được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 6,33 triệu, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,4.

Natri polyacrylat-3 được tổng hợp chính xác

Hòa tan axit acrylic (2514 mg), metylenbisacrylamit (9,6 μ g), và V-501 (0,17 mg) vào nước được trao đổi ion (9 mL), cho dung dịch metanol (1 mL) mà CPD (0,17 mg) đã được hòa tan vào, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong khí quyển argon ở 60 °C trong 24 giờ. Sau phản ứng polyme hóa, bổ sung dung dịch nước natri hydroxit vào để trung hòa hoàn toàn độ pH, và sau đó hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 4 ngày. Natri polyacrylat-3 được tổng hợp chính xác (1,99 g, hiệu suất:

79%) được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 3,26 triệu, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,7.

Natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác

Hòa tan CPD (0,120 mg) và V-501 (0,120 mg) vào dung dịch metanol (120 mL) mà axit acrylic (120 g) đã được hòa tan vào. Đuổi khí hỗn hợp này bằng argon trong 24 giờ, và sau đó phản ứng polyme hóa được thực hiện ở 60 °C trong 96 giờ. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được đưa đi trung hòa một phần bằng natri hydroxit. Natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác (75,6 g, hiệu suất: 63%) được tinh chế bằng cách kết tủa lại có sử dụng nước/etanol, và thu gom bằng cách làm khô trong điều kiện áp suất giảm. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 695 nghìn, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,3.

Natri polyacrylat-5 được tổng hợp chính xác

Hòa tan CPD (21,4 mg) và V-501 (8,7 mg) vào dung dịch metanol (69,94 mL) mà axit acrylic (10 g) đã được hòa tan vào. Đuổi khí hỗn hợp bằng argon trong 30 phút, và sau đó phản ứng polyme hóa được thực hiện ở 60 °C trong 44 giờ. Sau khi xác nhận việc chuyển hóa (44,4%) bằng NMR, bổ sung dung dịch nước natri hydroxit vào để trung hòa hoàn toàn độ pH. Hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 2 ngày, và sau đó natri polyacrylat-5 được tổng hợp chính xác (3,65 g, hiệu suất: 36,5%) được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 210 nghìn, và trị số phân bố phân tử lượng là 0,2.

Natri polyacrylat-6 được tổng hợp chính xác

Hòa tan CPD (193,6 mg) và V-501 (77,6 mg) vào dung dịch metanol (69,46 mL) mà axit acrylic (10 g) đã được hòa tan vào. Đuổi khí hỗn hợp bằng argon trong 30 phút, và sau đó phản ứng polyme hóa được thực hiện ở 60 °C trong 44 giờ. Sau khi xác nhận việc chuyển hóa (43,4%) bằng NMR, bổ sung dung dịch nước natri hydroxit vào để trung hòa hoàn toàn độ pH. Hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 2 ngày, và sau đó natri polyacrylat-6 được tổng hợp chính xác (3,82 g, hiệu suất: 38,2%) được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng

trung bình khối là 20 nghìn, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,1.

Natri PAMPS-1 được tổng hợp chính xác

Hòa tan AMPS (2500 mg), độ pH của nó đã được điều chỉnh đến 7,0 bằng natri hydroxit, và V-501 (0,84 mg) vào nước được trao đổi ion (9 mL), bổ sung dung dịch metanol (1 mL) mà CPD (0,17 mg) đã được hòa tan vào, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong khí quyển argon ở 60 °C trong 24 giờ. Sau phản ứng polyme hóa, hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 4 ngày. Natri PAMPS-1 được tổng hợp chính xác được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 4,03 triệu, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,4.

Natri PAMPS-2 được tổng hợp chính xác

Hòa tan AMPS (2510 mg), độ pH của nó đã được điều chỉnh đến 7,0 bằng natri hydroxit, và V-501 (0,70 mg) vào nước được trao đổi ion (9 mL), bổ sung dung dịch metanol (1 mL) mà CPD (0,70 mg) đã được hòa tan vào, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong khí quyển argon ở 60 °C trong 24 giờ. Sau phản ứng polyme hóa, hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 4 ngày. Natri PAMPS-2 được tổng hợp chính xác được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 2,24 triệu, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,2.

Natri PAMPS-3 được tổng hợp chính xác

Hòa tan AMPS (9,98 g), độ pH của nó đã được điều chỉnh đến 6,0 bằng natri hydroxit, và V-501 (0,001 g) vào nước được trao đổi ion (40 mL), bổ sung dung dịch metanol (3,78 mL) mà CPD (0,027 g) đã được hòa tan vào, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong khí quyển argon ở 70 °C trong 16 giờ. Sau phản ứng polyme hóa, hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 2 ngày. Natri PAMPS-3 được tổng hợp chính xác (8,5 g, hiệu suất: 85,1%) được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 13 nghìn, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,4.

Natri PAMPS-4 được tổng hợp chính xác

Hòa tan AMPS (9,98 g), độ pH của nó đã được điều chỉnh đến 6,0 bằng natri hydroxit, và V-501 (0,01 g) vào nước được trao đổi ion (40 mL), bổ sung dung dịch metanol (3,78 mL) mà CPD (0,27 g) đã được hòa tan vào, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong khí quyển argon ở 70 °C trong 16 giờ. Sau phản ứng polyme hóa, hỗn hợp được thẩm tách nước tinh khiết trong 2 ngày. Natri PAMPS-4 được tổng hợp chính xác (9,2 g, hiệu suất: 92,9%) được thu gom bằng cách làm đông khô. Theo kết quả phân tích GPC, phân tử lượng trung bình khối là 1,5 nghìn, và trị số phân bố phân tử lượng là 1,1.

Xác định phân tử lượng

Axit polyacrylic và PAMPS natri, các chất này được tổng hợp chính xác theo các phương pháp được mô tả trên đây, được lọc qua thiết bị lọc sơ bộ (lọc DISMIC-13HP PTFE, cỡ lỗ 0,45 μ m, được sản xuất bởi Advantec Co., Ltd.). Sau đó, thực hiện phân tích GPC để xác định phân tử lượng của các hợp chất này.

Điều kiện xác định GPC

Cột bảo vệ: Shodex OHpak SB-G, cột 1 (được sản xuất bởi Showa Denko Co., Ltd.),

Cột: Shodex OHpak SB-804HQ, cột 2 (được sản xuất bởi Showa Denko Co., Ltd.),

Nhiệt độ cột: 40 °C,

Lò cột: CTO-10ASVP (Shimadzu Corporation),

Thiết bị đuổi khí: ERC-3215 α (được sản xuất bởi ERC Co., Ltd.),

Bơm: Bơm kép DP-8020 (được sản xuất bởi Tosoh Co., Ltd.),

Cảm biến chỉ số khúc xạ: Khúc xạ kế vi phân RI-8020 (được sản xuất bởi Tosoh Co., Ltd.),

Dung môi rửa giải: Dung dịch đệm phosphat 5mM (pH=8,0) có bổ sung axetonitril 90%,

Tốc độ dòng: 0,6ml / phút,

Thể tích bơm: 10 μ l,

Chất chuẩn phân tử lượng: chất chuẩn axit natri polystyren sulfonic.

Ví dụ 2: Trị số phân bố phân tử lượng của của natri polyacrylat (theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ) và natri PAMPS (không theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ) được tổng hợp chính xác

Đỉnh rửa giải thu được từ phân tích GPC cho natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác được mô tả trên đây (đồ thị phân tích GPC) được thể hiện trên Fig.1. Phân tử lượng trung bình khối là $6,33 \times 10^6$, và phân tử lượng trung bình số là $4,37^6 \times 10^6$; do đó, trị số phân bố phân tử lượng (phân tử lượng trung bình khối/phân tử lượng trung bình số) là 1,4. Theo đó, thấy rằng natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác theo phương pháp của sáng chế là hợp chất có phân tử lượng đồng nhất.

Dưới đây, đồ thị phân tích GPC được mô tả trên đây được chia thành sáu vùng ứng với sáu hợp chất có phân tử lượng được mô tả dưới đây (Fig.1), và xác định phần trăm diện tích của các vùng tương ứng. Các kết quả này được thể hiện trong bảng 1.

Vùng 1: hợp chất có phân tử lượng gấp ba lần hoặc hơn ba lần phân tử lượng trung bình,

Vùng 2: hợp chất có phân tử lượng gấp từ gấp ba lần hoặc thấp hơn ba lần đến hai lần hoặc cao hơn hai lần phân tử lượng trung bình,

Vùng 3: hợp chất có phân tử lượng từ gấp hai lần hoặc thấp hơn hai lần phân tử lượng trung bình đến bằng phân tử lượng trung bình hoặc cao hơn,

Vùng 4: hợp chất có phân tử lượng từ bằng phân tử lượng trung bình hoặc thấp hơn đến bằng một nửa phân tử lượng trung bình hoặc cao hơn,

Vùng 5: hợp chất có phân tử lượng từ bằng một nửa hoặc thấp hơn đến bằng một phần ba hoặc cao hơn phân tử lượng trung bình,

Vùng 6: hợp chất có phân tử lượng bằng một phần ba hoặc thấp hơn phân tử lượng trung bình.

Bảng 1

Vùng	Mẫu	Thời gian giữ (phút)	Diện tích (mV x giây)	Độ cao (mV)	Phần trăm diện tích (%)	Phân tử lượng trung bình số	Phân tử lượng trung bình khối (=Mw)	Phân tử lượng trung bình Z	Phân bố phân tử lượng
1-6	Natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác	8,710-10,210	78,789	8,936	100,000	4370162	6330281 (=Mw)	8236702	1,449
1	Hợp chất có trọng lượng phân tử gấp ba lần hoặc hơn ba lần Mw	8,710-8,908	1,558	0,503	1,977	16540755	16724830	16933431	1,011
2	Hợp chất có trọng lượng phân tử gấp từ gấp ba lần hoặc thấp hơn ba lần đến hai lần hoặc cao hơn hai lần Mw	8,908-9,008	5,686	1,546	7,216	12475582	12543159	12612919	1,005
3	Hợp chất có trọng lượng phân tử từ gấp hai lần hoặc thấp hơn hai lần Mw đến bằng Mw	9,008-9,125	15,149	2,290	19,227	9402217	9480431	9559978	1,008
4	Hợp chất có trọng lượng phân tử từ bằng Mw hoặc thấp hơn đến bằng một nửa Mw	9,125-9,367	27,475	2,285	34,872	6137715	6300806	6462447	1,027
5	Hợp chất có trọng lượng phân tử từ bằng một nửa hoặc thấp hơn đến bằng một phần ba hoặc cao hơn Mw	9,367-9,625	17,627	1,516	22,373	3492423	3589407	3684301	1,028
6	Hợp chất có trọng lượng phân tử từ bằng một phần ba hoặc thấp hơn Mw	9,625-10,210	11,294	0,796	14,335	1780281	1892983	1990517	1,063

Phần trăm diện tích trong Bảng 1 là phần trăm hợp chất được rửa giải, có phân tử lượng tương ứng, tính theo tổng lượng natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác. Theo đó, phần trăm của hợp chất có phân tử lượng gấp ba lần hoặc cao hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối là phần trăm diện tích của Vùng 1 ($= 1,977\%$). Phần trăm của hợp chất có phân tử lượng gấp hai lần hoặc gấp hơn hai lần phân tử lượng trung bình khối là tổng phần trăm diện tích của Vùng 1 và Vùng 2 ($= 1,977 + 7,216 = 9,193\%$). Tương tự, phần trăm của hợp chất có phân tử lượng bằng một nửa hoặc thấp hơn một nửa phân tử lượng trung bình khối là tổng phần trăm diện tích của Vùng 5 và Vùng 6 ($= 22,373 + 14,335 = 36,708\%$). Phần trăm của hợp chất có phân tử lượng bằng một phần ba hoặc thấp hơn một phần ba phân tử lượng trung bình khối là phần trăm diện tích của Vùng 6 ($= 14,335\%$).

Phân tích tương tự được thực hiện cho tất cả các natri PAMPS và natri polyacrylat được tổng hợp chính xác được mô tả trên đây. Ngoài ra, lượng các polyme lớn có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn cũng được tính toán. Các kết quả được nêu trong Bảng 2 và Bảng 3.

Ngoài ra, phân tích tương tự cũng được thực hiện cho natri polyacrylat và natri PAMPS thương mại mà được sử dụng rộng rãi làm chế phẩm làm đặc cho các mỹ phẩm. Nói chung, có thể biết phân tử lượng trung bình khối của axit polyacrylic hoặc muối của nó và PAMPS hoặc muối của nó có bán trên thị trường để dùng cho các mỹ phẩm từ thông tin sản phẩm; tuy nhiên, trị số phân bố phân tử lượng thường là không được biết. Do đó, đã tiến hành lọc cho sản phẩm thương mại được mô tả trên đây bằng lọc sơ bộ được mô tả trên đây (cỡ lỗ xốp: $0,45\ \mu\text{m}$). Tuy nhiên, không thể thực hiện lọc cho tất cả các trường hợp bởi vì bị tắc; do đó, không thể thực hiện được phân tích GPC.

Việc lọc bằng lọc sơ bộ có cỡ lỗ xốp là $0,45\ \mu\text{m}$ là công đoạn thường được thực hiện để loại bỏ các phân tử lớn mà không thể phân tích bằng GPC. Ngoài ra, các tác giả sáng chế đã xác nhận rằng có thể lọc dung dịch 10% khối lượng của hợp chất polyme mạch thẳng tan trong nước có phân tử lượng trung bình khối khoảng 10 triệu bằng lọc sơ bộ. Do đó, được xem là hơn 10% khối lượng của các phân tử lớn có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn có mặt trong natri polyacrylat và natri PAMPS

thương mại được sử dụng ở đây.

Các hợp chất polyme được sử dụng trong phân tích này là như sau.

Natri polyacrylat

Ví dụ thử nghiệm 1: Muối natri của Carbopol 981 (được sản xuất bởi Lubrizol Advanced Materials Co., Ltd.), được trung hòa hoàn toàn,

Ví dụ thử nghiệm 2: Muối natri của Synthalen L (được sản xuất bởi 3V Sigma), được trung hòa hoàn toàn,

Ví dụ thử nghiệm 3: Muối natri của ARONVIS S (được sản xuất bởi Japan Pure Chemical), được trung hòa hoàn toàn,

Ví dụ thử nghiệm 4: Muối natri của axit polyacrylic (306223, được sản xuất bởi Sigma-Aldrich Corporation), được trung hòa hoàn toàn,

Ví dụ thử nghiệm 5: Muối natri của axit polyacrylic (306215, được sản xuất bởi Sigma-Aldrich Corporation), được trung hòa hoàn toàn,

Ví dụ thử nghiệm 6: Muối natri của axit polyacrylic (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), được trung hòa hoàn toàn,

Ví dụ thử nghiệm 7: Hỗn hợp của Ví dụ thử nghiệm 1 và Ví dụ thử nghiệm 14 với tỷ lệ trong lượng là 5:5,

Ví dụ thử nghiệm 8: Hỗn hợp của Ví dụ thử nghiệm 1 và Ví dụ thử nghiệm 14 với tỷ lệ trong lượng là 1:9,

Ví dụ thử nghiệm 11: Natri polyacrylat-1 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 12: Natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 13: Natri polyacrylat-3 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 14: Natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 15: Natri polyacrylat-5 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 16: Natri polyacrylat-6 được tổng hợp chính xác.

Các hợp chất polyme bán tổng hợp và tự nhiên

Ví dụ thử nghiệm 9: KELTROL (được sản xuất bởi CP Kelco Co.),

Ví dụ thử nghiệm 10: NATROSOL 250HHR (được sản xuất bởi Hercules Inc.).

Natri PAMPS (không theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ)

Ví dụ thử nghiệm 17: Hostacerin AMPS (được sản xuất bởi Clariant),

Ví dụ thử nghiệm 18: Natri PAMPS-1 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 19: Natri PAMPS-2 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 20: Natri PAMPS-3 được tổng hợp chính xác,

Ví dụ thử nghiệm 21: Natri PAMPS-4 được tổng hợp chính xác.

Bảng 2

Ví dụ thử nghiệm	Mẫu	Phân tử lượng trung bình khối (Mw)	Phân bố phân tử lượng (Mw/Mn)	Hàm lượng hợp chất có phân tử lượng sau đây				
				≥ 10 triệu	≥ 3 x Mw	≥ 2 x Mw	≥ 1/2 x Mw	≥ 1/3 x Mw
1	Natri polyacrylat-1 thương mại	≥ 10 triệu	N.D.	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2	Natri polyacrylat-2 thương mại	≥ 10 triệu	N.D.	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
3	Natri polyacrylat-3 thương mại	4 triệu	N.D.	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
4	Natri polyacrylat-4 thương mại	3 triệu	N.D.	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
5	Natri polyacrylat-5 thương mại	1,25 triệu	N.D.	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
6	Natri polyacrylat-6 thương mại	1 triệu	> 2	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
7	Hỗn hợp Ví dụ thử nghiệm 1 và Ví dụ thử nghiệm 14 với tỷ lệ trọng lượng là 5:5	chưa được xác định	N.D.	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
8	Hỗn hợp Ví dụ thử nghiệm 1 và Ví dụ thử nghiệm 14 với tỷ lệ trọng lượng là 1:9	chưa được xác định	N.D.	> 10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
9	Gôm xanthan thương mại	≥ 1 triệu	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
10	Hydroxyetylxenuloza thương mại	chưa được xác định	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
11	Natri polyacrylat-1 được tổng hợp chính xác	7,30 triệu	1,2	2,7%	≤ 2,7%	2,7%	12,9%	≤ 12,9%
12	Natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác	6,21 triệu	1,4	9,2%	2,0%	9,2%	36,6%	14,3%
13	Natri polyacrylat-3 được tổng hợp chính xác	3,26 triệu	1,7	4,7%	4,7%	23,7%	28,2%	8,8%
14	Natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác	0,70 triệu	1,3	-	3,7%	19,0%	11,8%	1,9%
15	Natri polyacrylat-5 được tổng hợp chính xác	0,21 triệu	2,0	-	3,7%	16,1%	28,8%	11,2%
16	Natri polyacrylat-6 được tổng hợp chính xác	20 nghìn	1,1	-	≤ 5,1%	5,1%	3,4%	≤ 3,4%

ND: Không nhận biết được (vì mẫu không đi qua lọc có cỡ lỗ xốp là 0,45µm); -: Dưới giới hạn xác định được

Như được mô tả trên đây, tất cả các natri polyacrylat thương mại được xem là có chứa 10% khối lượng hoặc lớn hơn các phân tử lớn có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn. Do đó, đối với các natri polyacrylat thương mại trong các Ví dụ thử nghiệm 4 đến 6, trong đó phân tử lượng trung bình nằm trong khoảng từ 1 triệu đến 3 triệu, thì được xem là bao hàm ít nhất hơn 10% khối lượng hợp chất có phân tử lượng cao gấp ba lần hoặc cao hơn ba lần phân tử lượng trung bình. Do đó, nhiều axit polyacrylic thương mại và các muối của chúng, mà được sử dụng rộng rãi làm chất phẩm làm đặc cho các mỹ phẩm, là các tập hợp của các chất có phân tử lượng không đồng nhất và chứa một lượng lớn hợp chất có phân tử lượng cao hơn đáng kể so với phân tử lượng trung bình này.

Mặt khác, trị số phân bố phân tử lượng của các natri polyacrylat được tổng hợp chính xác (các Ví dụ thử nghiệm 11 đến 16) được điều chế theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,0 và nó là một khoảng phân tử lượng trung bình hẹp (20 nghìn đến 7,3 triệu), và lượng phân tử lớn có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn là 9,2% khối lượng hoặc thấp hơn. Ngoài ra, lượng hợp chất có phân tử lượng gấp ba lần hoặc cao hơn ba lần hoặc bằng một phần ba hoặc thấp hơn một phần ba phân tử lượng trung bình lần lượt là 5,1% khối lượng hoặc thấp hơn, hoặc 14,3% khối lượng hoặc thấp hơn. Từ những nội dung này, thấy rằng natri polyacrylat được điều chế theo phương pháp của sáng chế là một tập hợp các chất có phân tử lượng đồng nhất.

Bảng 3

Ví dụ thử nghiệm	Mẫu	Phân tử lượng trung bình khối (Mw)	Trị số phân bố phân tử lượng (Mw/Mn)	Lượng hợp chất có phân tử lượng như sau				
				≥ 10 triệu	≥ 3 x Mw	≥ 2 x Mw	≥ 1/2 x Mw	≥ 1/3 x Mw
17	Natri PAMPS-1 thương mại	≥ 10 triệu	N.D.	>10,0%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
18	Natri PAMPS-1 được tổng hợp chính xác	4,03 triệu	1,4	3,6%	3,6%	22,2%	16,7%	5,6%
19	Natri PAMPS-2 được	2,24	1,2	≤ 2,6%	2,6%	25,1%	17,2%	8,7%

	tổng hợp chính xác	triệu						
20	Natri PAMPS-3 được tổng hợp chính xác	0,13 triệu	1,4	-	7,6%	21,4%	26,7%	11,2%
21	Natri PAMPS-6 được tổng hợp chính xác	15 nghìn	1,1	-	≤ 7,7%	7,7%	7,2%	≤ 7,2%

ND: Không nhận biết được (vì mẫu không đi qua lọc sơ bộ có cỡ lỗ xốp là 0,45μm);

∴ Dưới giới hạn xác định được

Trị số phân bố phân tử lượng của natri PAMPS được tổng hợp chính xác theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1,1 đến 1.4 và nó là hẹp trong khoảng phân tử lượng trung bình khối từ 15 nghìn đến 4,03 triệu. Lượng phân tử lớn có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn là 3,6% khối lượng hoặc thấp hơn, lượng hợp chất có phân tử lượng gấp ba lần hoặc cao hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối là 7,7% khối lượng hoặc thấp hơn, và lượng hợp chất có phân tử lượng bằng một phần ba hoặc thấp hơn một phần ba phân tử lượng trung bình khối là 11,2% khối lượng hoặc thấp hơn (Bảng 3). Do đó, tương tự với axit polyacrylic được tổng hợp chính xác được mô tả trên đây, thấy rằng nó là một tập hợp các chất có phân tử lượng đồng nhất.

Ví dụ 3: Đánh giá tính quánh và tính thích hợp khi sử dụng

Dưới đây, tính quánh và tính thích hợp khi sử dụng được đánh giá đối với hợp chất polyme được mô tả trên đây, theo các phương pháp được mô tả dưới đây.

Đánh giá tính quánh

Dung dịch 1% khối lượng của mỗi hợp chất polyme được bào chế và đặt vào một đồ chứa ở nhiệt độ phòng. Đặt đồ chứa lên thiết bị phân tích độ đặc (TA.XT Plus, được sản xuất bởi Stable Micro Systems), cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch được mô tả trên đây, và xác định biểu hiện tính quánh của dung dịch bằng cách cho chảy xuống đồ chứa với tốc độ 5 mm/giây. Khoảng cách từ chỗ bắt đầu của đồ chứa đến chỗ dung dịch quánh bị đứt được xác định là “độ dài quánh”. Độ dài quánh này là một chỉ báo về tính quánh của hợp chất polyme, và “trị số này càng lớn thì tính quánh càng cao” (PTL 5). Theo sáng chế, khi độ dài quánh là 10 mm hoặc ngắn hơn, thì tính quánh được xem là thấp.

Đánh giá tính thích hợp khi sử dụng

Các hỗn hợp theo các chế phẩm được mô tả dưới đây (hỗn hợp 1 và hỗn hợp 2) được chuẩn bị, và các thử nghiệm ứng dụng thực tế được thực hiện bởi ba nhóm chuyên gia. Họ được yêu cầu đưa hỗn hợp 1 lên bên phải mặt và hỗn hợp 2 lên bên trái mặt và được yêu cầu đánh giá các tính thích hợp khi sử dụng được mô tả dưới đây, theo các tiêu chuẩn dưới đây, cho hỗn hợp 1 so với hỗn hợp 2.

Hỗn hợp 1: Hỗn hợp chứa hợp chất polyme

Hợp chất polyme	0,1% khối lượng
Glycerin	15,0% khối lượng
Nước tinh khiết	84,9% khối lượng

Hỗn hợp 2: Hỗn hợp không chứa hợp chất polyme

Glycerin	15,0% khối lượng
Nước tinh khiết	85,0% khối lượng

Cảm giác quánh

A: Cả ba nhóm chuyên gia đều đồng ý là cả hai hỗn hợp không tạo ra cảm giác quánh,

B: Hai trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp không tạo cảm giác quánh,

C: Một trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp không tạo cảm giác quánh,

D: Cả ba nhóm chuyên gia đồng ý là hỗn hợp 1 tạo cảm giác quánh nhiều hơn hỗn hợp 2.

Nhớt

A: Cả ba nhóm chuyên gia đều đồng ý là cả hai hỗn hợp đều không nhớt,

B: Hai trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp đều không nhớt,

C: Một trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp đều không nhớt,

D: Cả ba nhóm chuyên gia đều đồng ý là hỗn hợp 1 nhớt hơn hỗn hợp 2 nhiều.

Độ dính

A: Cả ba nhóm chuyên gia đều đồng ý là cả hai hỗn hợp đều không dính,

B: Hai trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp đều không dính,

C: Một trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp đều không dính,

D: Cả ba nhóm chuyên gia đều đồng ý là hỗn hợp 1 dính hơn hỗn hợp 2 nhiều.

Tính chất trải ra được

A: Cả ba nhóm chuyên gia đều đồng ý là cả hai hỗn hợp 1 và hỗn hợp 2 đều dễ trải ra trên da,

B: Hai trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp 1 và hỗn hợp 2 đều dễ trải ra trên da,

C: Một trong số ba nhóm chuyên gia đồng ý là cả hai hỗn hợp 1 và hỗn hợp 2 đều dễ trải ra trên da,

D: Cả ba nhóm chuyên gia đều đồng ý là khả năng dàn trải của hỗn hợp 1 kém hơn so với hỗn hợp 2.

Bảng 4

Ví dụ thử nghiệm	Mẫu	Tính thích hợp khi sử dụng				Tính quánh
		Không có cảm giác quánh	Không có cảm giác nhớt	Không có cảm giác dính	Khả năng đàn trái	Độ dài quánh (mm)
1	Natri polyacrylat-1 thương mại	C	C	C	B	15
2	Natri polyacrylat-2 thương mại	C	C	C	B	12
3	Natri polyacrylat-3 thương mại	D	D	B	A	20
4	Natri polyacrylat-4 thương mại	C	C	B	A	12
5	Natri polyacrylat-5 thương mại	D	C	B	A	20
6	Natri polyacrylat-6 thương mại	D	C	B	A	20
7	Hỗn hợp Ví dụ thử nghiệm 1 và Ví dụ thử nghiệm 14 với tỷ lệ trọng lượng là 5:5	C	C	C	A	12
8	Hỗn hợp Ví dụ thử nghiệm 1 và Ví dụ thử nghiệm 14 với tỷ lệ trọng lượng là 1:9	C	C	C	A	11
9	Gôm xanthan thương mại	C	D	C	A	13
10	Hydroxyetylxenluloza thương mại	C	D	C	A	12
11	Natri polyacrylat-1 được tổng hợp chính xác	B	B	B	A	6
12	Natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác	B	B	B	A	4
13	Natri polyacrylat-3 được tổng hợp chính xác	B	B	B	A	7
14	Natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác	B	B	B	A	8
15	Natri polyacrylat-5 được tổng hợp chính xác	B	A	A	C	2
16	Natri polyacrylat-6 được tổng hợp chính xác	B	A	A	D	5

Tất cả các hợp chất polyme thương mại (các natri polyacrylat thương mại (các Ví dụ thử nghiệm 1 đến 6), gôm xanthan thương mại (Ví dụ thử nghiệm 9), và hydroxyetylxenluloza thương mại (Ví dụ thử nghiệm 10)), mà được sử dụng rộng rãi làm chế phẩm làm đặc cho các mỹ phẩm, đều có tính quánh cao (độ dài quánh hơn 10 mm). Thậm chí khi hỗn hợp chứa chúng với lượng 0,1% khối lượng (cụ thể là, hỗn hợp 1) được bôi lên da, vẫn có cảm giác quánh và nhớt. Ngoài ra, độ dài quánh của hợp chất (ví dụ, các Ví dụ thử nghiệm 3, 5, và 6) càng lớn, thì cảm giác quánh và nhớt

càng cao; do đó, thấy rằng tính quánh của hợp chất polyme và cảm giác quánh, cảm nhận bởi da người, liên hệ mật thiết với nhau.

Mặt khác, tính quánh của tất cả các natri polyacrylat được tổng hợp chính xác của sáng chế là thấp (độ dài quánh: 10 mm hoặc thấp hơn). Thậm chí khi hỗn hợp chứa chúng với lượng 0,1% khối lượng được bôi lên da, vẫn khó cảm nhận thấy cảm giác quánh và nhớt (các Ví dụ thử nghiệm 11 đến 16). Như được mô tả trên đây, tính quánh của hợp chất polyme phụ thuộc vào độ nhớt; do đó, nói chung, tính quánh tăng khi tăng phân tử lượng trung bình khối. Tuy nhiên, đối với các natri polyacrylat được tổng hợp chính xác (phân tử lượng trung bình khối: 7,3 triệu và 6,21 triệu, độ dài quánh: 6 mm và 4 mm) của Ví dụ thử nghiệm 11 và Ví dụ thử nghiệm 12 của sáng chế, tính quánh và cảm giác quánh là rất thấp, bất kể phân tử lượng trung bình khối rất cao, so với các natri polyacrylat thương mại (phân tử lượng trung bình: 4 triệu đến 1 triệu, độ dài quánh: 12 đến 20 mm) của các Ví dụ thử nghiệm 3 đến 6.

Những kết quả này chỉ ra rằng tính quánh bởi hợp chất polyme cũng chịu ảnh hưởng mạnh mẽ bởi các yếu tố khác yếu tố phân tử lượng trung bình khối.

Do đó, sự thay đổi về tính quánh do bổ sung sản phẩm thương mại vào sản phẩm được tổng hợp chính xác được phân tích. Natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác (Ví dụ thử nghiệm 14) khó chứa hợp chất có phân tử lượng trung bình khối là 10 triệu hoặc cao hơn, và phân tử lượng đồng nhất của nó rất đồng nhất. Cho axit polyacrylic-1 thương mại (Ví dụ thử nghiệm 1) có phân tử lượng trung bình khối là 10 triệu hoặc cao hơn vào natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác, lượng của hai chất là bằng nhau. Kết quả là, thu được hợp chất có tính quánh cao (Ví dụ thử nghiệm 7) mà có độ dài quánh gần độ dài quánh trung bình từ Ví dụ thử nghiệm 14 và Ví dụ thử nghiệm 1 (độ dài quánh: 12 mm). Hỗn hợp này tạo ra cảm giác quánh, nhớt, và cả dính.

Ngoài ra, chuẩn bị hỗn hợp mà chỉ 10% khối lượng axit polyacrylic-1 thương mại được đưa vào natri polyacrylat-4 được tổng hợp chính xác (Ví dụ thử nghiệm 8). Ngạc nhiên thấy rằng, hỗn hợp thu được có tính quánh cao (độ dài quánh: 11 mm), và cảm giác quánh, nhớt, và dính thì thì tương tự với hỗn hợp có hai lượng bằng nhau

được mô tả trên đây (Ví dụ thử nghiệm 7).

Những kết quả này gợi ra rằng nếu phần trăm của hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn vượt quá 10% khối lượng, thậm chí cả đối với trường hợp axit polyacrylic được tổng hợp chính xác (hoặc muối của nó), thì tính quánh trở nên cao, và có cảm giác quánh, nhớt, và cả dính.

Theo đó, được xem là có thể khống chế tính quánh, cảm giác quánh, nhớt, và dính, đối với axit polyacrylic và muối của nó có phân tử lượng trung bình khối là 8 triệu hoặc thấp hơn, bằng cách khống chế lượng phân tử lớn có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn xuống còn 10% khối lượng hoặc thấp hơn.

Đối với axit polyacrylic được tổng hợp chính xác có phân tử lượng trung bình khối là 210 nghìn và 20 nghìn (các Ví dụ thử nghiệm 15 và Ví dụ thử nghiệm 16), lượng phân tử lớn thấp hơn giới hạn nhận biết; tính quánh là rất thấp, và cảm giác quánh, nhớt, và dính thấp khó nhận biết; tuy nhiên, khả năng đàn trải lại kém.

Do đó, để thu được axit polyacrylic hoặc muối của nó mà tính quánh thấp, không có cảm giác quánh, nhớt, và dính, và khả năng đàn trải cũng cao khi bôi lên da, thì lượng hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn trong hỗn hợp có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 300 nghìn đến 8 triệu và ưu tiên là nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu phải được khống chế ở mức 10% khối lượng hoặc thấp hơn.

Bảng 5

Ví dụ thử nghiệm	Mẫu	Tính thích hợp khi sử dụng			
		Không có cảm giác quánh	Không có cảm giác nhớt	Không có cảm giác dính	Khả năng đàn trải
17	Natri PAMPS-1 thương mại	C	C	C	B
18	Natri PAMPS-1 được tổng hợp chính xác	B	B	B	A
19	Natri PAMPS-2 được tổng hợp chính xác	B	B	B	A
20	Natri PAMPS-3 được tổng hợp chính xác	B	A	A	C
21	Natri PAMPS-6 được tổng hợp chính xác	B	A	A	D

Như thấy rõ từ Bảng 3 và Bảng 5, cảm giác quánh, nhớt, và dính hầu như không có đối với tất cả các natri PAMPS được tổng hợp chính xác mà được điều chế theo sáng chế (các Ví dụ thử nghiệm 18 đến 21). Tuy nhiên, đối với các hợp chất có phân tử lượng trung bình khối là 15 nghìn và 130 nghìn, khả năng dàn trải là kém (Ví dụ thử nghiệm 20 và Ví dụ thử nghiệm 21).

Do đó, cũng được xem là đối với PAMPS và muối của nó có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu (không theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ), thì tính quánh thấp, cảm giác quánh, nhớt, và dính hầu như không, và tính trải ra ra được cũng rất tốt nếu lượng phân tử lớn có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn là 10% khối lượng hoặc thấp hơn.

Những kết quả này cũng làm rõ là khi lượng hợp chất có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn được khống chế ở mức 10% khối lượng hoặc thấp hơn đối với polyacrylat hoặc muối của nó và PAMPS hoặc muối của nó có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu (không theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ), thì tính quánh thấp, cảm giác quánh, nhớt, và dính hầu như không, và khả năng dàn trải là rất tốt.

Axit polyacrylic hoặc muối của nó của sáng chế có thể được sử dụng một cách thích hợp trong các mỹ phẩm ở dạng nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm và tốt hơn nếu ở dạng chế phẩm làm đặc có tính quánh thấp, trong đó tính quánh là thấp và không có cảm giác quánh, nhớt, và dính.

Dưới đây là các ví dụ chế phẩm về các mỹ phẩm, trong đó natri polyacrylat được tổng hợp chính xác của sáng chế được trộn lẫn ở dạng chế phẩm làm đặc. Trong tất cả các mỹ phẩm này, cảm giác quánh, nhớt, và dính không cảm nhận thấy, và khả năng dàn trải cũng rất tốt. Trong chế phẩm được mô tả dưới đây, POE, POP, và PEG lần lượt là các chữ viết tắt cho polyoxyetylen, polyoxypropylen, và polyetylen glycol. Con số trong ngoặc sau POE hoặc POP và con số sau gạch nối của PEG là số mol bổ sung trung bình tương ứng.

Mặc dù không nêu trong bản mô tả này, cảm giác quánh và nhớt xuất hiện ở các mỹ phẩm, trong đó natri PAMPS hoặc natri polyacrylat được tổng hợp chính xác

trong các ví dụ chế phẩm được mô tả dưới đây, được thay thế bằng natri PAMPS hoặc natri polyacrylat thương mại không kiểm soát về mặt phân tử.

Ví dụ chế phẩm 1: Lotion

Chế phẩm

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) Natri polyacrylat-2 được tổng hợp chính xác	0,1
(2) Glyxerin	1,0
(3) Dipropylen glycol	12,0
(4) Etanol	8,0
(5) POE (10) metyl glucosit	3,0
(6) POE (24) POP (13) dexyltetradexyl ete	0,5
(7) Axit xitric	0,02
(8) Natri xitrat	0,08
(9) Hydroxypropyl - β - xyclodextrin	0,5
(10) Thiotaurin	0,1
(11) Muối adenosin triphosphat dinatri	0,1
(12) Natri hyaluronat	0,01
(13) Muối EDTA trinatri	0,01
(14) Paraben	vừa đủ
(15) Chất tạo hương thơm	vừa đủ
(16) Nước tinh khiết	đến đủ

Phương pháp bào chế

Hòa tan các thành phần (6) và (15) vào thành phần (4), và hỗn hợp thu được gọi là A. Hòa tan thành phần (14) vào thành phần (3), và hỗn hợp thu được gọi là B. Hòa tan các hỗn hợp A và B vào thành phần (16), trong đó các thành phần còn lại đã được hòa tan vào thành phần này, thu được một dung dịch.

Ví dụ chế phẩm 2: Serum

Chế phẩm

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) Natri PAMPS-2 được tổng hợp chính xác	0,1
(2) Glyxerin	6,0
(3) Dipropylen glycol	7,0
(4) 1,3-butylen glycol	7,0
(5) Polyetylen glycol (phân tử lượng: khoảng 1500)	5,0
(6) POE (10) metyl glucosit	2,0
(7) Trietylhexanoin	0,3
(8) Dầu thầu dầu được hydro hóa PEG-60	0,5
(9) Diisostearat polyglyxeryl-2	0,4
(10) Axit tranexamic	1,0
(11) Axit xitric	vừa đủ
(12) Phenoxyetanol	vừa đủ
(13) Natri metaphosphat	vừa đủ
(14) Chất tạo hương thơm	vừa đủ
(15) Nước tinh khiết	đến đủ

Phương pháp bào chế

Hòa tan các thành phần (8), (9), và (14) vào thành phần (7), và hỗn hợp thu được gọi là A. Hòa tan thành phần (12) vào hỗn hợp các thành phần (3) và (4), và hỗn hợp thu được gọi là B. Hòa tan các thành phần (2), (5), (6), (10), (11), và (13) vào thành phần (15), và hỗn hợp thu được được khuấy trong máy trộn đồng thể trong khi bổ sung các hỗn hợp A, B, và thành phần (1) vào. Trộn hỗn hợp thu được và nhũ hóa, thu được serum.

Ví dụ chế phẩm 3: Sữa

Chế phẩm

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) Natri polyacrylat-3 được tổng hợp chính xác	1,0
(2) Polydecen được hydro hóa	1,0
(3) Dimetyl polysiloxan (6cs)	1,0
(4) Decametylxyclopentasiloxan	2,0
(5) Rượu behenylic	0,2
(6) Rượu batylic	0,1
(7) Glyxerin	7,0
(8) 1,3-butylen glycol	8,0
(9) Axit etyl hexan xetyl	2,0
(10) Polysorbate 60	0,1
(11) Dầu thầu dầu được hydro hóa PEG-60	0,1
(12) Axit xitric	vừa đủ
(13) Natri xitrat	vừa đủ

(14) Kali hydroxit	vừa đủ
(15) Natri metaphosphat	vừa đủ
(16) Ascorbyl glucosit	2,0
(17) Phenoxyetanol	vừa đủ
(18) Dinatri edetat	vừa đủ
(19) Oxit sắt	vừa đủ
(20) Nước tinh khiết	đến đủ

Phương pháp bào chế

Hòa tan có gia nhiệt các thành phần (2) - (6), (9) - (11), thu được A. Hòa tan thành phần (17) trong thành phần (8), và hỗn hợp thu được gọi là B. Hòa tan các thành phần (12) - (15), (18) - (19) vào thành phần (20), và hỗn hợp thu được được gia nhiệt và khuấy bằng máy khuấy đồng thể trong khi bổ sung các hỗn hợp A và B vào. Cho thành phần (1) vào hỗn hợp thu được và trộn để tạo nhũ. Sau đó, làm lạnh hỗn hợp thu được và sau đó bổ sung thành phần (16) vào, thu được sữa.

Ví dụ chế phẩm 4: Sữa

Chế phẩm

Thành phần	Lượng trộn lẫn (% khối lượng)
(1) Natri polyacrylat-3 được tổng hợp chính xác	1,0
(2) Polydecen được hydro hóa	1,0
(3) Dimethicon	1,0
(4) Xyclomethicon	2,0
(5) Rượu behenylic	0,2
(6) Rượu batylic	0,1

(7) Glyxerin	7,0
(8) 1,3-butylen glycol	8,0
(9) Axit etyl hexan xetyl	2,0
(10) Polysorbate 60	0,1
(11) Dầu thầu dầu được hydro hóa PEG-60	0,1
(12) Axit xitric	vừa đủ
(13) Natri xitrat	vừa đủ
(14) Kali hydroxit	vừa đủ
(15) Natri metaphosphat	vừa đủ
(16) Ascorbyl glucosit	2,0
(17) Phenoxyetanol	vừa đủ
(18) Dinatri edetat	vừa đủ
(19) Oxit sắt	vừa đủ
(20) Nước tinh khiết	đến đủ

Phương pháp bào chế

Hòa tan có gia nhiệt các thành phần (2) - (6), (9) - (11), thu được A. Hòa tan thành phần (17) vào thành phần (8), và hỗn hợp thu được gọi là B. Hòa tan các thành phần (7), (12) - (15), (18) - (19) vào thành phần (20), và hỗn hợp thu được được gia nhiệt và khuấy bằng máy khuấy đồng thể trong khi bổ sung các hỗn hợp A và B vào. Cho tiếp thành phần (1) vào hỗn hợp thu được và trộn để tạo nhũ. Sau đó, làm lạnh hỗn hợp thu được và sau đó bổ sung thành phần (16) vào, thu được sữa.

Yêu cầu bảo hộ**1. Chế phẩm làm đặc chứa:**

polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu;

trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

polyme có phân tử lượng gấp ba lần hoặc nhiều hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

độ dài quánh của dung dịch 1% khối lượng của polyme này ở nhiệt độ trong phòng là 10 mm hoặc nhỏ hơn, trong đó độ dài quánh được xác định là khoảng cách từ một đồ chứa chứa dung dịch này xuống đến chỗ dung dịch bị đứt sau khi cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch này, và sau đó đồ chứa được đổ xuống ở vận tốc 5 mm/giây; và

polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic.

2. Nguyên liệu thô dùng cho mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc chứa:

polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu;

trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

polyme có phân tử lượng gấp ba lần hoặc nhiều hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

độ dài quánh của dung dịch 1% khối lượng của polyme này ở nhiệt độ trong phòng là 10 mm hoặc nhỏ hơn, trong đó độ dài quánh được xác định là khoảng cách từ một đồ chứa chứa dung dịch này xuống đến chỗ dung dịch bị đứt sau khi cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch

này, và sau đó đồ chứa được đổ xuống ở vận tốc 5 mm/giây; và

polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic.

3. Mỹ phẩm chứa chế phẩm làm đặc chứa:

polyme có phân tử lượng trung bình khối nằm trong khoảng từ 500 nghìn đến 8 triệu;

trong đó polyme có phân tử lượng là 10 triệu hoặc cao hơn chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

polyme có phân tử lượng gấp ba lần hoặc nhiều hơn ba lần phân tử lượng trung bình khối chiếm không nhiều hơn 10% khối lượng;

độ dài quánh của dung dịch 1% khối lượng của polyme này ở nhiệt độ trong phòng là 10 mm hoặc nhỏ hơn, trong đó độ dài quánh được xác định là khoảng cách từ một đồ chứa chứa dung dịch này xuống đến chỗ dung dịch bị đứt sau khi cho một đĩa tròn có đường kính khoảng 1 cm tiếp xúc đồng đều và nhẹ lên bề mặt của dung dịch này, và sau đó đồ chứa được đổ xuống ở vận tốc 5 mm/giây; và

polyme này được chọn từ nhóm gồm có axit polyacrylic và muối của axit polyacrylic.

Fig.1

Natri polyacrylat-2 được
tổng hợp chính xác

$$M_n = 4,37 \times 10^6$$

$$M_w = 6,33 \times 10^6$$

$$M_w/M_n = 1,4$$

