



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102076315 A

(43) 申请公布日 2011.05.25

(21) 申请号 200980124966.3

A61K 8/37(2006.01)

(22) 申请日 2009.06.10

A61K 8/88(2006.01)

(30) 优先权数据

A61K 8/891(2006.01)

12/164136 2008.06.30 US

A61K 8/893(2006.01)

A61Q 17/04(2006.01)

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010.12.29

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2009/057153 2009.06.10

(87) PCT申请的公布数据

W02010/000584 EN 2010.01.07

(71) 申请人 荷兰联合利华有限公司

地址 荷兰鹿特丹

(72) 发明人 J·波隆卡 J·B·巴托洛恩

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

72001

代理人 周齐宏 李连涛

(51) Int. Cl.

A61K 8/06(2006.01)

A61K 8/35(2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 15 页

(54) 发明名称

分散在油包水化妆用组合物中的遮光复合颗粒

(57) 摘要

提供了一种化妆用油包水乳液组合物，其包括遮光剂和缩合聚合的聚酰胺粘结剂的复合颗粒，足以形成油包水乳液的乳化硅酮表面活性剂，油相和水相。该组合物显示出较高 SPF 光保护作用，同时保持极好的隐藏皮肤缺陷的软焦点性能。

1. 一种化妆用油包水乳液组合物,其包括:
  - (i) 0.1至20wt%的复合颗粒,其包括相对重量比为5:1至1:10的有机遮光剂和缩合聚合的聚酰胺;
  - (ii) 0.1至30wt%的乳化硅酮表面活性剂,其足以形成油包水乳液;
  - (iii) 1至90%的油相,按组合物的重量计;和
  - (iv) 5至90%的水,按组合物的重量计。
2. 根据权利要求1的组合物,其中遮光剂和聚酰胺密切混合在一起而形成复合颗粒中的每一种。
3. 根据权利要求1或权利要求2的组合物,其中复合颗粒的平均粒度为10至2,000nm。
4. 根据权利要求3的组合物,其中复合颗粒的平均粒度为100至1,500nm。
5. 根据前述权利要求中任一项的组合物,其中聚酰胺是聚亚烷基氧基聚酰胺树脂。
6. 根据权利要求1至4中任一项的组合物,其中聚酰胺是酯-封端的聚(酯-酰胺)树脂。
7. 根据前述权利要求中任一项的组合物,其中遮光剂选自甲氧基肉桂酸辛酯,二苯甲酮-3和其混合物。

## 分散在油包水化妆用组合物中的遮光复合颗粒

### 技术领域

[0001] 本发明涉及化妆用遮光组合物，其提供了 UV 保护以及软焦点性能。

### 背景技术

[0002] 紫外辐射可能正损害皮肤。直接的损害可以是红斑的形式。更长期的是引发癌症增长的担心。为此，被称为遮光剂的光保护剂已经被引入化妆用产品中。

[0003] 脸部用化妆品令人想望地不仅提供了光保护作用而且起作用来增进总体皮肤外观。大多数人具有脸部缺陷。这些可以包括不均匀的色调，扩大的毛孔，细线和皱纹。

[0004] 软焦点是可以隐藏有缺点的皮肤的效果。入射光通过散射（透镜化）被扭曲。化妆品的颗粒组分作为透镜起作用而使得光弯曲和扭转到不同的方向。

[0005] US 5 997 890 (Sine et al.)、US 5 972 359 (Sine et al.) 和 US 6 174 533 B1 (SaNogueira, Jr.) 全部涉及局部组合物来提供皮肤缺陷的良好的覆盖。这些文件所建议的方案是使用这样的金属氧化物，其折射率为至少约 2 和净初级粒径 (primary particle size) 为 100 至 300nm。优选的颗粒物是二氧化钛、氧化锆和氧化锌。

[0006] US 2005/0163813 A1 (Kosbach 等) 报道了使用发烟氧化铝 (fumed alumina) 颗粒以便增进某些化妆用组合物的软焦点效果。

[0007] 有机遮光剂可以打扰化妆用制剂的软焦点性能。这对于具有较高含量的有机相和 / 或带有连续油相特性的乳液的配方来说是特别显著的。因此，存在着这样的挑战，以便提供具有强软焦点效果同时保持组合物的较高水平的光保护益处的化妆品。

### 发明内容

[0008] 提供了一种油包水乳液化妆用组合物，其包括：

- (i) 0.1 至 20wt% 的由相对重量比为 5:1 至 1:10 的有机遮光剂和缩合聚合的聚酰胺形成的复合颗粒；
- (ii) 0.1 至 30wt% 的乳化硅酮表面活性剂，其足以形成油包水乳液；
- (iii) 1 至 90% 的油相，按组合物的组合物的重量计；和
- (iv) 5 至 90% 的水相，按组合物的重量计。

### 具体实施方式

[0009] 现在已经发现隐藏皮肤瑕疵的软焦点效果可以与可以提供较高阳光防护系数 (SPF) 的遮光剂共存。本发明需要被称为油包水乳液的油连续相乳液，特别地可利用乳化硅酮表面活性剂来实现。进一步地，本发明需要由有机遮光剂和粘结剂形成的复合颗粒的存在，所述结合剂是缩合聚合的聚酰胺，特别地称为“PAOPA 树脂”的聚亚烷基氧基聚酰胺或称为“ETPEA 树脂”的酯 - 封端的聚 (酯 - 酰胺)。

[0010] 有机遮光剂与聚酰胺的相对重量比可以为 5:1 至 1:10，优选地 3:1 至 1:8，更优选地 2:1 至 1:7，最佳地 1:1 至 1:3。聚酰胺的量可以为 10% 至 99.5%，按复合颗粒的重量计。

更优选地，聚酰胺的重量可以为 30% 至 98%，最佳地 50 至 85%，按复合颗粒的重量计。遮光剂的量可以为 0.5 至 90%，优选地 2 至 70%，最佳地 30 至 50%，按复合颗粒的重量计。

[0011] 化妆用乳液组合物中的复合颗粒的量可以为 0.1 至 30%，优选地 2 至 15%，最佳地 4 至 10%，按化妆用组合物的重量计。

[0012] 复合颗粒的平均粒度可以为 10 至 2,000nm，优选地 100 至 1,500nm，和最佳地 200 至 1000nm。

[0013] 遮光复合颗粒

本发明的遮光颗粒是以有机遮光剂和粘结剂的复合材料的形式形成的，该粘结剂是缩合聚合形成的聚酰胺。酯 - 封端的聚酰胺是最有用的。两个实例是聚亚烷基氧基聚酰胺 (PAOPA) 和酯 - 封端的聚 (酯 - 酰胺) (ETPEA) 树脂。

[0014] 可用于本文中的聚亚烷基氧基聚酰胺树脂列于 US 6492458B1 中，其引入本文中作为参考。这些 PAOPA 材料可以通过将包括单羧酸化合物、二胺化合物和二元酸的反应物结合来制备。这些反应物的细节在下文中进行描述。该树脂市售可得自 Arizona Chemical Company，商标为 Sylvaclear™ PA 1200V，INCI 命名法命名为聚酰胺 -3。式 R<sup>1</sup>-COOH 的示范性的单羧酸包括，但不局限于，硬脂酸 (C<sub>18</sub>)，1-二十烷酸 (C<sub>20</sub>)，1-二十二烷酸 (docasanoic acid) (C<sub>22</sub>，亦称山嵛酸)，三十二烷酸 (dotricontanoic acid) (C<sub>32</sub>)，三十四烷酸 (tetratriacontanoic acid) (C<sub>34</sub>)，三十五烷酸 (pentatriacontanoic acid) (C<sub>35</sub>)，四十烷酸 (tetracontanoic acid) (C<sub>40</sub>)，四十四烷酸 (tetraacontanoic acid) (C<sub>44</sub>)，五十四烷酸 (dopentaacontanoic acid) (C<sub>54</sub>)，六十四烷酸 (tetrahexacontanoic acid) (C<sub>64</sub>) 和七十二烷酸 (dohexaacontanoic acid) (C<sub>72</sub>)。这些单羧酸可得自许多商业供应商，包括 Aldrich Chemical (Milwaukee, Wis.； www.sigma-aldrich.com)。

[0015] 另一合适的单羧酸是氧化 (特别地羧基封端的) 聚乙烯材料，其由 Baker-Petrolite (Sugar Land, Tex.； www.bakerhughes.com/bapt/； Baker Hughes 的分公司； www.bakerhughes.com) 以它们的 UNICID™ 酸的形式销售。UNICID™ 酸是完全饱和的、线性羧酸，其中平均碳链长度为 C<sub>24</sub> 至 C<sub>50</sub>。UNICID™ 酸的酸值为 60-115。

[0016] 其他适合的单羧酸是通过氧化较高分子量的 Guerbet 醇制备的 α - 支链的羧酸。这样的产品以它们的 JARIC™ 酸的形式可得自 Jarchem Industries Inc. (Newark, N. J.； www.jarchem.com)。JARIC™ I-36 酸是用于本发明树脂的合适的单羧酸。

[0017] 二胺反应物具有两个胺基，其两者优选地是伯胺，并且由下式表示：HN(R<sup>2a</sup>)-R<sup>2</sup>-N(R<sup>2a</sup>)H。R<sup>2a</sup> 优选地是氢，但也可是烷基或也可与 R<sup>2</sup> 或另一 R<sup>2a</sup> 连接在一起而形成杂环结构。优选的二胺是乙二胺，即其中 R<sup>2a</sup> 是氢和 R<sup>2</sup> 是 -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- 的二胺。

[0018] 除乙二胺以外的二胺在本文中可称为共二胺 (co-diamines)。当存在时，共二胺优选地以相比于乙二胺较少量使用。

[0019] 示范性的共二胺包括 1,2-二氨基丙烷，1,3-二氨基丙烷，1,4-二氨基丁烷，1,2-二氨基-2-甲基丙烷，1,3-二氨基戊烷，1,5-二氨基戊烷，2,3-二甲基-1,3-丙二胺，1,6-己二胺 (亦称六亚甲基二胺，HMDA)，2-甲基-1,5-戊二胺，1,7-二氨基庚烷，1,8-二氨基辛烷，2,5-二甲基-2,5-己二胺，1,9-二氨基壬烷，1,10-二氨基癸烷，1,12-二氨基十二烷，二氨基菲 (全部的异构体，包括 9,10), 4,4'-亚甲基双 (环己胺)，2,7-二氨基芴，苯二胺 (1,3;1,3 和 / 或 1,4 异构体)，金刚烷二胺，2,4,6-三甲基-1,3-苯二胺，1,3-环己

烷双(甲胺),1,8-二氨基-萜烷,2,3,5,6-四甲基-1,4-苯二胺,二氨基萘(aphthalene)(全部的异构体,包括1,5;1,8;和2,3)和4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶。

[0020] 合适的芳族共二胺(其是指具有两个反应性,优选地伯胺基团(-NH<sub>2</sub>)和至少一个芳环("Ar")的分子)包括苯二甲胺和萘二胺(全部的异构体)。

[0021] 示范性的聚环氧烷(polyalkylene oxide)型共二胺包括但不限于,JEFFAMINE™二胺,即聚(亚烷基氧基)二胺,获自Huntsman Chemical(Salt Lake City, Utah),亦称聚醚二胺。优选的含聚环氧烷的共二胺是JEFFAMINE® ED, XTJ和D系列二胺。

[0022] 在某些实施方案中,本发明的聚酰胺树脂由共二胺制备,其中共二胺选自1,6-己二胺,苯二甲胺,1,2-丙二胺,2-甲基五亚甲基二胺,和1,12-十二烷二胺。本发明的合适的二胺可得自许多商业来源,包括:Aldrich(Milwaukee, Wis.); EM Industries Inc.(Hawthorne, N.Y.); Lancaster Synthesis Inc.(Windham, N.H) 和 Spectrum Quality Product Inc.(New Brunswick, N.J.)。

[0023] 二元酸是含两个羧酸基团或其反应等价物的有机分子。优选的二元酸是聚合的脂肪酸,和特别地聚合的脂肪酸的二聚酸组分。聚合的脂肪酸典型地是包括二聚酸和三聚酸的结构的混合物,其中单个二聚酸可以是饱和的、不饱和的、环状的、无环的和其组合。聚合的脂肪酸典型地是通过下述方式制备的:在粘土催化剂的存在下将长链不饱和脂肪酸,例如C<sub>18</sub>单羧酸,加热至200-250°C以便脂肪酸聚合。产物典型地包括二聚酸即通过脂肪酸的二聚形成的C<sub>36</sub>二羧酸,和三聚酸,即由脂肪酸的三聚形成的C<sub>54</sub>三羧酸。脂肪酸聚合的更详细的讨论可见于US 3157681。

[0024] 因为相比于三聚酸,脂肪酸聚合典型地形成了更多的二聚酸,本领域技术人员经常可能称聚合的脂肪酸为二聚酸,尽管一些三聚酸,和甚至更高级的聚合产物,可与二聚酸一起存在。优选的是聚合的脂肪酸包含小于20wt%的三聚酸,基于聚合的脂肪酸的总重量,并且二聚酸构成聚合的脂肪酸的至少80wt%。更优选地,二聚酸构成基本上全部的聚合的脂肪酸。

[0025] 典型的用于形成聚合的脂肪酸的不饱和脂肪酸包括油酸、亚油酸和亚麻酸。妥尔油脂肪酸,其是含长链不饱和脂肪酸的混合物,作为木材制浆方法的副产物获得的,优先用于制备聚合的脂肪酸。

[0026] 聚合的脂肪酸可以被加氢,然后用于形成树脂的反应。加氢往往提供了略微更高的熔点和更大的氧化和颜色稳定性。

[0027] 从许多商业供应商可以获得聚合的脂肪酸、二聚酸和其加氢型式。例如,Arizona Chemical(Jacksonville, Fla.)在它们的UNDYME®商标下销售聚合的脂肪酸。

[0028] 除聚合的脂肪酸或其反应性等价物外,二元酸可以包括共二酸(co-diacid)。示范性的共二酸(co-diacid)是式HOOC-R<sup>1</sup>-COOH的所谓的“线性”二酸,其中R<sup>1</sup>是线性C<sub>4-17</sub>烃基团,更优选地是线性C<sub>6-8</sub>烃基团。适用于本发明的线性共二酸(co-diacid)包括1,6-己烷二酸(己二酸),1,7-庚烷二酸(庚二酸),1-8-辛烷二酸(辛二酸),1,9-壬烷二酸(壬二酸),1,10-癸烷二酸(癸二酸),1,11-十一烷二酸,1,12-十二烷二酸(1,10-癸烷二羧酸),1,13-十三烷二酸(十三烷二酸)和1,14-十四烷二酸(1,12-十二烷二羧酸)。

[0029] 另一示范性的共二酸(co-diacid)是丙烯酸或甲基丙烯酸(或其酯,其中随后的水解步骤而形成酸)和不饱和脂肪酸的反应产物。例如,这种类型的C<sub>21</sub>二酸可以通过丙烯

酸与 C<sub>18</sub> 不饱和脂肪酸（例如油酸）反应来形成，其中烯 - 反应 (ene-reaction) 大概在反应物之间进行。示范性的 C<sub>21</sub> 二酸市售可得自 Westvaco Corporation, Chemical Division, Charleston Heights, S. C. , 其产品编号 1550。

[0030] 芳族二酸可用作共二酸 (co-diacid)。如本文中使用的“芳族二酸”是具有两个羧酸基团 (-COOH) 或其反应等价物（例如酰基氯 (-COCl) 或酯 (-COOR) 和至少一个芳环 (“Ar”) 的分子。苯二甲酸，例如间苯二甲酸和对苯二甲酸，是示范性的芳族二酸。

[0031] 在一个方面中，树脂是用共二酸 (co-diacid) 制备的并且共二酸 (co-diacid) 选自 1, 4- 环己烷二羧酸，间苯二甲酸，己二酸，壬二酸，癸二酸，和十二烷二酸。

[0032] 可用于本发明的第二类聚酰胺是酯 - 封端的聚 (酯 - 酰胺) 树脂。这些是通过使包括二元酸、二胺、多元醇和一元醇的组分反应制备的，其中至少 50 当量 % 的二元酸包括聚合的脂肪酸；和至少 50 当量 % 的二胺包括乙二胺。典型的二元酸和二胺已经在上文中描述。

[0033] 酯 - 封端的聚 (酯 - 酰胺) 树脂的另外的组成是一元醇反应物。一元醇可以由式 R<sup>3</sup>-OH 表示，其中 R<sup>3</sup> 优选地是具有至少 10 个碳原子的烃基团。因此，一元醇还可以被称作一羟基醇。在一个方面中，R<sup>3</sup> 是 C<sub>10-30</sub>- 烃，优选地 C<sub>12-24</sub> 烃，仍更优选地是 C<sub>16-22</sub> 烃，和还仍更优选地是 C<sub>18</sub> 烃。优选地，R<sup>3</sup> 是线性，其中羟基位于末端碳原子，即一元醇是伯一元醇。因此，1- 十二烷醇，1- 十四烷醇，1- 十六烷醇（鲸蜡醇），1- 十八烷醇（硬脂醇），1- 二十烷醇（花生醇）和 1- 二十二烷醇（山嵛醇）是用于制备本发明的聚酰胺树脂粘结剂的优选的一元醇。

[0034] 在制备本发明的 ETPEA 树脂中必需的最终的成分是多元醇，其也可称为多羟基醇。多元醇是式 R<sup>4</sup>(OH)<sub>n</sub>，其中 R<sup>4</sup> 是 n 价的有机基团。例如 R<sup>4</sup> 可以是没有羟基取代的 C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> 有机基团。作为另一实例，R<sup>4</sup> 可以是烃。典型地，n 选自 2, 3, 4, 5 和 6。用于制备本发明的 ETPEA 树脂的合适的多元醇包括乙二醇，丙二醇，丁二醇，甘油，三羟甲基丙烷，季戊四醇，新戊二醇，三（羟基甲基）甲醇，二季戊四醇和三季戊四醇。

[0035] ETPEA 树脂的制备和说明见于 US 7329719 B2，其引入本文作为参考。这些树脂在商标 Sylvaclear AF 1900V 下市售可得自 Arizona Chemical Company。这些树脂容易地与 OMC 密切混合而形成具有光保护遮光作用的复合颗粒。

[0036] 遮光剂可以遍及聚酰胺树脂粘结剂散布或者可以以粘结剂所围绕的芯的形式形成。遍及粘结剂的分散是优选的。

[0037] 根据本发明的遮光剂将具有在 290 至 400 nm 的紫外区内吸收的至少一种发色基团。发色有机遮光剂可以被分成以下种类（以及特定的实例），包括：对氨基苯甲酸，它的盐和它的衍生物（乙基，异丁基和甘油基酯；对二甲基氨基苯甲酸）；氨基苯甲酸酯（邻氨基苯甲酸酯；甲基，~~乙~~ 基，苯基，苄基，苯乙基，里哪基，松油基和环己烯基酯）；水杨酸酯（辛基，戊基，苯基，苄基，~~乙~~ 基，甘油基和一缩二丙二醇酯）；肉桂酸衍生物（~~乙~~ 基和苄基酯，α - 苯基肉桂腈；丁基肉桂酰丙酮酸酯 (butyl cinnamoyl pyruvate)）；二羟基肉桂酸衍生物（伞形酮，甲基伞形酮和甲基乙酰 - 伞形酮）；三羟基肉桂酸衍生物（七叶亭，甲基七叶亭，瑞香素，和糖昔，七叶昔和瑞香昔）；烃（二苯基丁二烯和均二苯乙烯）；二亚苄基丙酮和亚苄基乙酰苯；萘酚磺酸盐 (2- 萘酚 -3, 6- 二磺酸和 2- 萘酚 -6, 8- 二磺酸的钠盐)；二羟基 - 萘甲酸和它的盐；邻和对羟基联苯二磺酸盐；香豆素衍生物 (7- 羟基, 7- 甲基和 3- 苯

基) ;二唑 (2-乙酰 -3- 溴吲唑, 苯基苯并噁唑, 甲基萘并噁唑和不同的芳基苯并噁唑) ;奎宁盐 (硫酸氢盐, 硫酸盐, 氯化物, 油酸盐和单宁酸盐) ;喹啉衍生物 (8-羟基喹啉盐和 2-苯基喹啉) ;羟基 - 或甲氧基 - 取代的二苯甲酮; 尿酸和 vilouric 酸; 单宁酸和它的衍生物 (例如六乙基醚) ;(丁基乙氧基乙氧基 (carbityl)) (6-丙基胡椒基) 醚; 氢醌; 二苯甲酮 (羟苯甲酮 (oxybenzone), 舒利苯酮 (sulisobenzone), 二羟苯宗 (dioxybenzone), 苯酰间苯二酚 (benzoresorcinol), 2, 2', 4, 4' - 四羟基二苯甲酮, 2, 2' - 二羟基 -4, 4' - 二甲氧基二苯甲酮和奥他苯酮 (octabenzone)) ;4- 异丙基二苯甲酰甲烷; 丁基甲氧基二苯甲酰甲烷; 依托立林 (etocrylene) ; 和 4- 异丙基 - 二苯甲酰甲烷。

[0038] 特别有用的遮光剂是 : 对甲氧基肉桂酸 2- 乙基己酯, 4, 4' - 叔丁基甲氧基二苯甲酰甲烷, 2- 羟基 -4- 甲氧基二苯甲酮 (也称为二苯甲酮 -3), 辛基二甲基对氨基苯甲酸, 榄酰棓酸三油酸酯 (digallyltriolate), 2, 2- 二羟基 -4- 甲氧基二苯甲酮, 4-[ 双 ( 羟丙基 )] 氨基苯甲酸乙酯, 2- 氰基 -3, 3- 二苯基丙烯酸 2- 乙基己酯, 水杨酸 2- 乙基己酯, 对氨基苯甲酸甘油酯, 水杨酸 3, 3, 5- 三甲基环己酯, 邻氨基苯甲酸甲酯, 对二甲基氨基苯甲酸或氨基苯甲酸酯, 对二甲基氨基苯甲酸 2- 乙基己酯, 2- 苯基苯并咪唑 -5- 磺酸, 2-( 对二甲基氨基苯基 )-5-sulfoiniobenzoxazoic 酸, 4- 甲基亚苄基樟脑, 双乙基己氧基苯酚甲氧基苯酚三嗪, 亚甲基双 - 苯并三唑基四甲基苯酚, 聚二甲二乙基苯亚甲基丙二酸盐 (dimethicodietethylbenzal malonate), 甲氧基肉桂酸异戊酯, 辛基三嗪酮, 对苯二亚甲基 (terephthalidene) 二樟脑磺酸和其混合物。

[0039] 本发明的化妆用组合物可以不仅具有容纳在复合颗粒中的遮光剂, 而且一定量的遮光剂可以在没有粘结剂的情况下配制在组合物中。当在复合材料的外部存在时, 遮光剂的量可以是 0.1 至 25%, 特别地 2 至 15%, 按组合物的重量计。本发明的一些优选的实施方案可以在复合材料外没有任何遮光剂或者具有仅仅相对少量的这样的材料的情况下配制。例如, 外部的遮光剂可以是 0 至 5%, 优选地 0.01 至 2%, 和也许 0.01 至 0.8%, 按组合物的重量计。

#### [0040] 油包水硅酮表面活性剂

多种硅酮表面活性剂在本文中是有用的。这些硅酮典型地是非交联有机改性的有机聚硅氧烷如二甲基硅氧烷 (dimethicone) 共聚醇。

[0041] 二甲基硅氧烷共聚醇及在本文中有用的其他硅酮表面活性剂的非限制性实例包括具有侧面的 (pendant) 聚氧化乙烯侧链的聚二甲硅氧烷聚醚共聚物, 具有侧面的 (pendant) 聚氧化丙烯侧链的聚二甲硅氧烷聚醚共聚物, 具有侧面混合的 (pendant mixed) 聚氧化乙烯和聚氧化丙烯侧链的聚二甲硅氧烷聚醚共聚物, 具有侧面混合的 (pendant mixed) 聚氧化 (乙烯) (丙烯) 侧链的聚二甲硅氧烷聚醚共聚物, 具有侧面的 (pendant) 有机甜菜碱侧链的聚二甲硅氧烷聚醚共聚物, 具有侧面的 (pendant) 羧化物侧链的聚二甲硅氧烷聚醚共聚物, 具有侧面的 (pendant) 季铵侧链的聚二甲硅氧烷聚醚共聚物; 以及含侧面的 ( $C_2-C_{30}$  直链、支链或环状烷基) 部分的前述共聚物的进一步的变体。由 Dow Corning Corporation 出售的在本文中有用的市售可得的二甲基硅氧烷共聚醇的实例是 Dow Corning® 190, 193, Q2-5220, 2501 Wax, 2-5324 流体, 和 5225C (该后者的材料以与环甲基硅酮 (cyclomethicone) 的混合物的形式销售)。鲸蜡基二甲基硅氧烷共聚醇是以与聚甘油 -4 异硬脂酸酯 (和) 月桂酸己酯的混合物的形式市售可得的并且在商品名 ABIL®

WS-08 下销售（也可得自 Goldschmidt）。二甲基硅氧烷共聚醇的其它非限制性实例包括月桂基二甲基硅氧烷共聚醇，二甲基硅氧烷共聚醇乙酸酯，二甲基硅氧烷共聚醇己二酸酯，二甲基硅氧烷共聚醇胺，二甲基硅氧烷共聚醇山嵛酸酯，二甲基硅氧烷共聚醇丁基醚，二甲基硅氧烷共聚醇羟基硬脂酸酯，二甲基硅氧烷共聚醇异硬脂酸酯，二甲基硅氧烷共聚醇月桂酸酯，二甲基硅氧烷共聚醇甲基醚，二甲基硅氧烷共聚醇磷酸酯，二甲基硅氧烷共聚醇磺基丁二酸酯和二甲基硅氧烷共聚醇硬脂酸酯。最优先的是 PEG-10 二甲基硅氧烷，可得自 Shin Etsu。

[0042] 硅酮表面活性剂的量可以为 0.1 至 30%，优选地 1 至 10%，最佳地 1.5 至 5%，按组合物的重量计。

[0043] 分散的水相

本发明的组合物包括 5% 至 90%，更优先地 30% 至 75%，和更优先地 45% 至 60% 的分散的水相。在乳液技术中，术语“分散相”是指以悬浮在连续相中的并且被连续相包围的小颗粒或液滴形式存在的相。

[0044] 水相可以是水，或水和一种或多种水溶性或分散性成分的组合。这样的任选的成分的非限制性实例包括但不限于增稠剂，酸，碱，盐，螯合剂，胶，水溶性或分散性醇和多元醇，缓冲液，防腐剂和着色剂。

[0045] 连续油相

连续油相将存在于本发明的组合物中。油相的量可以为 1 至 90%，优选地 20 至 70%，最佳地 30 至 60%，按组合物的重量计。

[0046] 油相的典型的组分可以是硅酮，烃，甘油三酯和其组合。在下文中在任选的组部分下描述了更具体的材料。

[0047] 任选的组分

本发明的组合物可以包含各种其它组分以提高物理性能和特性。这些组分可以是油或水相的构成部分。

[0048] 本发明的任选的组分可以是交联的硅酮（有机聚硅氧烷）弹性体。对于可用作交联的硅酮弹性体的原材料的可固化有机聚硅氧烷组合物的类型来说，没有特别的限制存在。在这方面的实例是在铂族金属催化下通过在含 SiH 的二有机聚硅氧烷和具有硅 - 键合的乙烯基基团的有机聚硅氧烷间的加成反应固化的加成反应 - 固化有机聚硅氧烷组合物；在有机锡化合物的存在下通过在羟基封端的二有机聚硅氧烷和含 SiH 的二有机聚硅氧烷间的脱氢反应固化的缩合 - 固化有机聚硅氧烷组合物；在有机锡化合物或钛酸酯的存在下通过在羟基封端的二有机聚硅氧烷和可水解的有机硅烷间的缩合反应（这种缩合反应例证为脱水，醇 - 释放，肟 - 释放，胺 - 释放，酰胺 - 释放，羧基 - 释放，和酮 - 释放反应）固化的缩合 - 固化有机聚硅氧烷组合物；在有机过氧化物催化剂的存在下热固化的过氧化物 - 固化有机聚硅氧烷组合物；和通过高能辐射，如通过  $\gamma$  - 射线，紫外辐射或电子束固化的有机聚硅氧烷组合物。

[0049] 通常这些材料是以溶解或悬浮在二甲基硅氧烷流体（通常环甲基硅酮）中的 1-30% 交联的硅酮弹性体的形式提供的。对于定义来说，“交联的硅酮弹性体”是指单独的弹性体，而非总商品化组合物，后者还包括溶剂（例如二甲基硅氧烷）载体。

[0050] 二甲基硅氧烷 / 乙烯基二甲基硅氧烷交联聚合物 (crosspolymer) 和二甲基硅

氧烷交联聚合物 (crosspolymer) 可从许多供应商得到, 包括 Dow Corning (9040, 9041, 9045, 9506 和 9509), General Electric (SFE 839), Shin Etsu (KSG-15, 16 和 18 [二甲基硅氧烷 / 苯基乙烯基二甲基硅氧烷交联聚合物 (crosspolymer)]) 和 Grant Industries (Gransil™系列的材料), 和月桂基二甲基硅氧烷 / 乙烯基二甲基硅氧烷交联聚合物 (crosspolymer), 供应商 Shin Etsu (例如 KSG-31, KSG-32, KSG-41, KSG-42, KSG-43 和 KSG-44)。

[0051] 其他适合的市售可得的硅酮弹性体粉末包括以 KSP-100、KSP-101、KSP-102、KSP-103、KSP-104 和 KSP-105 销售的来自 Shin-Etsu 的 乙烯基二甲基硅氧烷 (dimethicone) / 聚甲基硅氧烷 (methicone) 倍半硅氧烷交联聚合物 (crosspolymer), 和分别以 KSP-200 和 KSP-300 由 Shin-Etsu 销售的包含氟烷基或苯基的杂化硅酮粉末。

[0052] 交联的硅酮弹性体的浓度可以为 0.01 至 30%, 优选地 0.1 至 10%, 最佳地 0.5 至 2%, 按化妆用组合物的重量计。这些重量值排除在商品化“弹性体”硅酮如 Dow Corning 产品 9040 和 9045 中存在的任何溶剂如环甲基硅酮。例如, 9040 和 9045 中的交联的硅酮弹性体的量为 12–13wt%。

[0053] 任选的组分, 当结合到组合物中时, 应当适用于与人角质组织接触, 而在可靠判断的范围内没有过度毒性、不相容性、不稳定性、变态反应等。CTFA Cosmetic Ingredient Handbook, 第二版 (1992) 描述了各式各样的非限制性的通常用于皮肤护理业的化妆用和药用成分, 其适合用于本发明的组合物中。这些种类的实例包括: 研磨剂, 吸收剂, 美学组分如香料, 颜料, 着色剂 / 色料, 香精油, 皮肤感觉剂, 收敛剂等 (例如丁香油, 薄荷醇, 樟脑, 桉叶油, 丁香油酚 (eugenol), 乳酸薄荷酯和金缕梅蒸馏物), 抗粉刺剂, 抗结块剂, 消泡剂, 抗微生物剂, 抗氧化剂, 生物添加剂, 缓冲剂, 填充剂, 融合剂, 化学添加剂, 色料, 化妆用收敛剂, 化妆用生物杀伤剂, 变性剂, 药物收敛剂, 外部镇痛剂, 成膜聚合物, 遮光剂, pH 调节剂, 推进剂, 还原剂, 融合剂, 皮肤漂白和发光剂, 皮肤调节剂, 皮肤抚慰和 / 或修补剂和衍生物, 皮肤处理剂, 增稠剂和维生素及其衍生物。

[0054] 在本发明的任何实施方案中, 然而, 在本文中有用的活性物质可以通过它们提供的益处或通过它们假定的作用方式进行分类。然而, 应将理解的是在本文中有用的活性物质可以在有些情况下提供多于一种的益处或者通过多于一种的作用方式起作用。因此, 在本文中的分类是为了方便进行的并且不意图将活性物质限制为所列出的特定的一种或多种应用。

[0055] 安全和有效量的抗氧化剂 / 自由基清除剂可以以 0.01% 至 10%, 更优选地 0.1% 至 5% 的量添加, 按组合物的重量计。

[0056] 可以使用抗氧化剂 / 自由基清除剂如抗坏血酸 (维生素 C) 和它的盐, 脂肪酸抗坏血酸酯, 抗坏血酸衍生物 (例如磷酸抗坏血酸酯镁盐), 生育酚 (维生素 E), 生育酚山梨酸酯, 生育酚乙酸酯, 生育酚的其它酯, 丁基化的羟基苯甲酸和它们的盐, 6-羟基-2,5,7,8-四甲基苯并二氢吡喃-2-甲酸 (在商品名 Trolor® 下市售可得的), 胺 (例如 N,N-二乙基羟基胺, 氨基-胍), 去甲二氢愈创木酸, 生物类黄酮, 氨基酸, 水飞蓟素, 茶提取物和葡萄皮 / 籽提取物。优选的抗氧化剂 / 自由基清除剂选自生育酚的酯, 更优选地生育酚乙酸酯。

[0057] 本发明的组合物可以任选地包括类黄酮 (flavonoid) 化合物。类黄酮公开在 US 5

686 082 和 US 5 686 367, 其引入本文作为参考。特别合适的类黄酮的实例黄酮, 异黄酮, 香豆素, 色酮, 败坏翘摇素 (discoumarols), 苯并二氢吡喃 -4- 酮, 色原烷醇 (chromanols), 其异构体 (例如顺式 / 反式异构体) 和其混合物。

[0058] 优选使用的是黄酮和异黄酮, 特别地黄豆昔元 ( $7,4'$ -二羟基异黄酮), 染料木黄酮 ( $5,7,4'$ -三羟基异黄酮), 雌马酚 ( $7,4'$ -二羟基异黄烷 (isoflavan)),  $5,7$ -二羟基- $4'$ -甲氧基异黄酮, 大豆异黄酮 (从大豆提取的混合物) 和其混合物。在本文中有用的类黄酮 (flavonoid) 化合物市售可得自许多来源, 例如 Indofine Chemical Company Inc., Stearoids Inc. 和 Aldrich Chemical Company Inc. 本文中所述的类黄酮 (flavonoid) 化合物优选地以 0.01% 至 20%, 更优选地 0.1% 至 10%, 和更优选地 0.5% 至 5%, 按重量计, 存在。

[0059] 在本文中有用的抗炎剂包括尿囊素 (allantoin) 和甘草 (植物属 / 种光果甘草 (*Glycyrrhiza glabra*) 家族的化合物, 包括甘草亭酸 (glycyrrhetic acid), 甘草酸 (glycyrrhizic acid) 和其衍生物 (例如盐和酯)。

[0060] 组合物可以包括晒黑 (tanning) 活性物质。当存在时, 优选地, 该组合物包括 0.1% 至 20%, 更优选地 2% 至 7%, 按组合物的重量计。优选的晒黑 (tanning) 活性物质是二羟丙酮。

[0061] 组合物可以包括皮肤发光剂。当使用时, 组合物优选地包括 0.1% 至 10%, 更优选地 0.2% 至 5%, 还优选地 0.5% 至 2%, 按组合物的重量计, 的皮肤发光剂。合适的皮肤发光剂包括烟酰胺 (niacinamide), 曲酸 (kojic acid), 熊果苷 (arbutin), 凝血酸 (tranexamic acid), 胎盘提取物 (placental extract), 抗坏血酸和其衍生物 (例如磷酸抗坏血酸酯镁盐, 磷酸抗坏血酸酯钠盐, 抗坏血酸糖苷 (ascorbyl glucoside) 和四异棕榈酸抗坏血酸酯)。其它适用于本文中的皮肤发光材料包括 Actiwhite® (Cognis), Emblica® (Rona), Azeloglicina (Sinerga) 和提取物 (例如桑提取物)。

[0062] 组合物可以包括抗微生物或抗真菌活性物质。这样的活性物质能够消灭微生物, 防止微生物的发展或防止微生物的致病作用。安全和有效量的抗微生物或抗真菌活性物质可以被添加到本发明组合物中, 优选地, 0.001% 至 10%, 更优选地 0.01% 至 5%, 和更优选地 0.05% 至 2%, 按组合物的重量计。

[0063] 活性物质的优选的实例包括选自水杨酸, 过氧苯甲酰,  $3$ -羟基苯甲酸, 羟基乙酸, 乳酸,  $4$ -羟基苯甲酸, 乙酰水杨酸,  $2$ -羟基丁酸,  $2$ -羟基戊酸,  $2$ -羟基己酸, 顺 - 视黄酸, 反 - 视黄酸, 视黄醇, 肌醇六磷酸, N-乙酰-L-半胱氨酸 (cysteine), 硫辛酸, 壬二酸, 花生四烯酸, 过氧化苯甲酰, 四环素 (tetracycline), 布洛芬, 萘普生, 氢化可的松, 扑热息痛 (acetaminophen), 间苯二酚, 苯氧乙醇, 苯氧基丙醇, 苯氧基异丙醇,  $2,4,4'$ -三氯- $2'$ -羟基二苯醚,  $3,4,4'$ -三氯碳酰替苯胺 (trichlorocarbanilide), octopirox, 环吡酮 (ciclopirox), 盐酸利多卡因 (lidocaine hydrochloride), 克霉唑 (clotrimazole), 氯咪巴唑 (climbazole), 咪康唑 (miconazole), 酮康唑 (ketoconazole), 硫酸新霉素 (neocycin sulfate) 和其混合物的那些。

[0064] 组合物可以包括选自湿润剂, 补湿剂, 或皮肤调节剂的调节剂。许多这些材料可以被使用并且每一个的含量可以是 0.01% 至 40%, 更优选地 0.1% 至 30%, 和更优选地 0.5% 至 15%, 按组合物的重量计。这些材料包括但不限于胍; 脲; 羟基乙酸和羟乙酸盐 (例如铵

和季烷基铵) ; 乳酸和乳酸盐(例如铵和季烷基铵) ; 以其品种形式中任一种的芦荟(aloe vera)(例如芦荟(aloe vera)凝胶) ; 多羟基化合物如山梨糖醇, 甘露糖醇, 甘油, 己三醇, 丁三醇, 丙二醇, 丁二醇和己二醇; 聚乙二醇; 糖和淀粉衍生物(例如烷氧基化的葡萄糖, 果糖, 蔗糖和海藻糖); 透明质酸; 乳酰胺单乙醇胺; 乙酰胺单乙醇胺; 蔗糖聚酯; 矿脂; 和其混合物。

[0065] 组合物可以包括一种或多种增稠剂, 优选地0.05%至10%, 更优选地0.1%至5%, 和更优选地0.25%至4%, 按组合物的重量计。非限制性种类的增稠剂包括选自以下的那些:

a. 羧酸聚合物

这些聚合物是交联的化合物, 其包含一种或多种衍生自以下的单体: 丙烯酸, 被取代的丙烯酸, 和这些丙烯酸和被取代的丙烯酸的盐和酯, 其中交联剂包含两个或更多个碳碳双键并且源自于多羟基醇。

[0066] 在本文中有用的市售可得的羧酸聚合物的实例包括卡波姆(Carbomers), 其是用蔗糖或季戊四醇(pentaerytritol)的烯丙基醚交联的丙烯酸的均聚物。卡波姆是由Noveon Corporation以Carbopol® 900系列的形式可得的(例如Carbopol® 954)。另外, 其他适合的羧酸聚合物试剂包括C<sub>10-30</sub>烷基丙烯酸酯与丙烯酸、甲基丙烯酸或它们的短链(即C<sub>1-4</sub>醇)酯之一中的一种或多种单体的共聚物, 其中交联剂是蔗糖或季戊四醇(pentaerytritol)的烯丙基醚。这些共聚物被称为丙烯酸酯/C<sub>10-30</sub>烷基丙烯酸酯交联聚合物(crosspolymer)并且由Noveon Corporation以Carbopol® 1342, Carbopol® 1382, Ultrez® 21, Pemulen® TR-1和Pemulen® TR-2的形式市售可得。

[0067] b. 牛磺酸盐(Taurate)聚合物

本发明的组合物可能任选地包括交联的牛磺酸盐聚合物, 其可用作增稠剂或胶凝剂, 包括阴离子、阳离子和非离子聚合物。实例包括丙烯酸羟乙酯(hydroxyethyl acrylate)/丙烯酰二甲基牛磺酸钠(例如Simulgel® NS和INS 100), 丙烯酸酯(acrylate)/丙烯酰二甲基牛磺酸钠(例如Simulgel® EG), 丙烯酰二甲基牛磺酸钠(例如Simulgel® 800)和丙烯酰二甲基牛磺酸铵/乙烯基吡咯烷酮(例如Aristoflex® AVC)。

[0068] c. 聚丙烯酰胺聚合物

本发明的组合物可能任选地包括乙烯基聚合的聚丙烯酰胺聚合物, 特别地非离子的聚丙烯酰胺聚合物, 包括被取代的支链的(branched)或者无支链的(unbranched)聚合物。在这些聚丙烯酰胺聚合物中, 优选的是非离子聚合物, CTFA命名聚丙烯酰胺和异构烷烃和laureth-7, 在商标Sepigel® 305下可得自Seppic Corporation。

[0069] d. 多糖

各式各样的多糖在本文中是有用的。“多糖”是指包含重复糖(即碳水化合物)单元的主链的胶凝剂。多糖胶凝剂的非限制性实例包括选自以下的那些: 纤维素, 羧甲基羟乙基纤维素, 羟乙基纤维素, 羟乙基乙基纤维素, 羟丙基纤维素, 羟丙基甲基纤维素, 甲基羟乙基纤维素, 微晶纤维素, 纤维素硫酸钠和其混合物。

[0070] e. 胶(gums)和粘土

在本文中有用的其它增稠和胶凝剂包括主要衍生自天然来源的材料。非限制性实例包括选自以下的材料: 阿拉伯胶, 琼脂, 藻胶, 藻酸, 藻酸铵, 支链淀粉, 藻酸钙, 角叉菜胶钙, 卡尼汀, 角叉菜胶, 糊精, 明胶, 洁冷胶, 瓜尔胶, 瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵, 锂蒙脱石, 合

成锂皂石,膨润土,透明质酸,水合氧化硅,羟丙基壳聚糖,羟丙基瓜尔胶,刺梧桐树胶,巨藻(kelp),刺槐豆胶,纳托胶,角叉菜胶钾,藻酸丙二醇酯,小核菌胶(sclerotium gum),羧甲基右旋糖酐钠,角叉菜胶钠,黄蓍胶,黄原酸胶和其混合物。

[0071] 本发明的组合物可以包含一种或多种颗粒材料。颗粒材料的非限制性实例包括着色的和未着色的颜料,干扰颜料,无机粉末,有机粉末,复合粉末,荧光增白剂颗粒和其组合。颗粒材料可以存在,其为 0.01% 至 20%,更优选地 0.05% 至 10%,仍更优选地 0.1% 至 5%,按组合物的重量计。

[0072] 在本文中有用的颗粒材料包括但不限于氯氧化铋,绢云母,云母,用硫酸钡或二氧化钛处理的云母,沸石,高岭土,二氧化硅,氮化硼,月桂酰赖氨酸,尼龙,滑石,苯乙烯,聚苯乙烯,乙烯 / 丙烯酸共聚物,氧化铝,有机硅树脂,硫酸钡,碳酸钙,醋酸纤维素,PTFE,聚甲基丙烯酸甲酯,淀粉,变性淀粉,丝绸,玻璃和其混合物。优选的有机粉末 / 填料包括聚合物颗粒,其选自甲基硅倍半氧烷树脂微球如由 Toshiba Silicone 在 Tospearl 145A 名下销售的那些;聚甲基丙烯酸甲酯的微球,如由 Seppic 在 Micropearl M 100 名下销售的那些;交联的聚二甲硅氧烷的球状颗粒,特别地如由 Dow Corning Toray Silicone 在 Trefil E 506C 或 Trefil E 505C 名下销售的那些;聚酰胺和更特别地尼龙 12 的球状颗粒,特别地如由 Atochem 在 Orgasol 2002N Nat C05 名下销售的那些;聚苯乙烯微球,如由 Dyno Particles 在 Dynospheres 名下销售的那些;由 Kobo 在 FloBead EA209 名下销售的乙烯丙烯酸酯共聚物;PTFE;聚丙烯;淀粉辛烯基琥珀酸铝,如由 National Starch 在 Dry Flo 名下销售的;聚乙烯的微球,如由 Equistar 在 Microthene FN510-00 名下销售的那些;硅酮树脂;由 L-月桂酰赖氨酸制成的薄片状粉末;和其混合物。特别优选的是球状粉末,其平均初级粒径(primary particle size)是 0.1 至 75 微米,优选地 0.2 至 30 微米。

[0073] 主题发明的局部组合物包括但不限于洗液,乳液,摩丝(mousses),浆液,喷雾剂,气溶胶,泡沫,棒剂,笔剂,凝胶,乳膏和软膏。组合物也可通过织造或非织造成合成和 / 或天然纤维质纺织品(抹布或小毛巾)来施加。

[0074] 除在工作和对比实施例,或者在另外明确指出的情况以外,本说明书中表示材料的数量的全部数字应当被理解为被单词“约”修饰。

[0075] 术语“包括 / 包含 (comprising)”意图不局限于任何随后所述的元素,而是包含主要或次要功能重要性的未列举的元素。换言之,所列出的步骤、元素或选项不必是穷举的。每当使用单词“包括 (including)”或“具有 (having)”时,这些术语意图相当于如上所定义的“包括 / 包含 (comprising)”。

[0076] 本文中参考的全部文件,包括全部的专利、专利申请和印刷出版物,据此以其全部内容作为参考结合在本公开内容中。

[0077] 以下实施例将更充分地举例说明本发明的实施方案。在本文中和在所附的权利要求中所指的全部的份数、百分比和比例是按照重量计的,除非另外阐明的话。

[0078] 实施例 1-4

以下是根据本发明的遮光剂组合物的非限制性实例。

|                                      | 实施例 (wt%) |       |       |       |
|--------------------------------------|-----------|-------|-------|-------|
|                                      | 1         | 2     | 3     | 4     |
| <b>相 A</b>                           |           |       |       |       |
| DC-9040™                             | 8.60      | 3.00  | 37.00 | 5.00  |
| Sylvaclear™ PA 1200V 和 OMC 复合材料      | 4.00      | 6.50  | --    | --    |
| Sylvaclear™ AF 1900V 和 OMC 复合材料      | --        | --    | 4.00  | 6.50  |
| 二苯甲酮 - 3                             | 3.00      | 3.00  | 3.00  | 3.00  |
| 聚甲基倍半硅氧烷                             | 4.00      | 4.00  | 4.00  | 4.00  |
| 环甲基硅酮                                | 11.43     | 0.50  | 8.22  | 11.33 |
| 二甲基硅氧烷 PEG-10/15 交联聚合物               | 5.37      | 5.25  | 2.75  | 5.40  |
| 聚乙烯蜡                                 | 3.54      | --    | 2.41  | 2.05  |
| 香料                                   | 0.10      | 0.10  | 0.10  | 0.10  |
| 二氧化钛(涂布有 5% 二甲基硅氧烷)                  | --        | --    | --    | 0.65  |
| 二氧化钛(涂布有 6% 聚甲基硅氧烷(methicone)的涂布的云母) | 5.00      | 0.01  | 1.00  | --    |
| <b>相 B</b>                           |           |       |       |       |
| 甘油                                   | 10.00     | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| D-泛醇                                 | 0.50      | 0.50  | 0.50  | 0.50  |
| 戊二醇                                  | 3.00      | 3.00  | 3.00  | 3.00  |
| 己脒定二(羟乙基磺酸)盐(disethionate)           | 0.10      | 0.10  | 0.10  | 0.10  |
| 烟酰胺                                  | 5.00      | 5.00  | 5.00  | 5.00  |
| 羟苯甲酯                                 | 0.20      | 0.20  | 0.20  | 0.20  |
| 羟苯乙酯                                 | 0.05      | 0.05  | 0.05  | 0.05  |
| 柠檬酸钠                                 | 0.20      | 0.20  | 0.20  | 0.20  |
| 柠檬酸                                  | 0.03      | 0.03  | 0.03  | 0.03  |
| 苯甲酸钠                                 | 0.05      | 0.05  | 0.05  | 0.05  |
| 氯化钠                                  | 0.50      | 0.50  | 0.50  | 0.50  |
| FD&C 红 #40 (1%)                      | 0.05      | 0.05  | 0.05  | 0.05  |
| 水                                    | Qs        | Qs    | Qs    | Qs    |

[0079] 首先通过结合相 A 的成分, 在合适的容器中制备实施例中的配方。在单独的合适的容器中, 结合相 B 的成分。加热每个相至 73C-78° C, 同时使用合适的混合器 (例如锚式刮刀、螺旋桨叶、IKA T25) 混合每个相直到每一个达到温度并且是均匀的。慢慢地将相 B 添加到相 A, 同时继续混合相 A。继续混合直到批料是均一的。在 73-78° C 将产物倒入合适的容器并且在室温下存储。交替地, 随温度降低, 继续搅拌混合物, 这导致在 21° C 和 33° C 下较低的所观察到的硬度值。

## [0080] 实施例 5

进行一系列比较实验来显示本发明的各方面。这些实验基于在表 I 下所列的配方的测试。

表 1

| 组分   | 配方(wt%) |       |       |       |       |       |       |       |
|--|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|  | 1       | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     |
| DC 9045 硅酮弹性体共混物                               | 26.00   | 26.00 | 26.00 | 26.00 | 26.00 | 26.00 | 26.00 | 26.00 |
| 鲸蜡醇  | 1.00    | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  |
| Parsol MCX(甲氧基-肉桂酸辛酯)                          | 6.00    | 2.00  | 0.00  | 0.00  | 0.00  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| 辛酸/癸酸甘油三酯                                      | 3.00    | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  |
| DC 200 (二甲基硅氧烷)                                | --      | 2.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 2.00  |
| DC 245 (环戊硅氧烷)                                 | --      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |
| Silsoft 034 (辛基聚甲基硅氧烷<br>(caprylyl methicone)) | 2.00    | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |
| 二硬脂二甲铵锂蒙脱石                                     | 0.40    | 0.40  | 0.40  | 0.40  | 0.40  | 0.40  | 0.40  | 0.40  |
| PEG-10 二甲基硅氧烷                                  | 2.60    | 2.60  | 2.60  | 2.60  | 2.60  | 2.60  | 2.60  | 2.60  |
| 二氧化钛   | 0.50    | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |
| Timiron MP-111<br>(涂布有二氧化钛的云母)                 | 0.50    | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |
| Glydant Plus 液体                                | 0.20    | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  |
| EDTA 二钠  | 0.05    | 0.05  | 0.05  | 0.05  | 0.05  | 0.05  | 0.05  | 0.05  |
| UV Pearls™                                     | --      | --    | --    | 5.50  | --    | --    | --    | --    |
| Suncap 665™                                    | --      | --    | --    | --    | 9.50  | --    | --    | --    |
| Sylvaclar/PA 1200V™<br>复合材料(1:1 OMC)           | --      | --    | --    | --    | --    | 4.00  | --    | --    |
| Sylvaclar PA 1200V™纯的(无遮光剂)                    | --      | --    | --    | --    | --    | --    | 4.00  | 4.00  |
| 乙酰胺 MEA  | 0.50    | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |
| 甘油   | 5.00    | 5.00  | 5.00  | 5.00  | 5.00  | 5.00  | 5.00  | 5.00  |
| 甘醇酸(glycol acid) (70%)                         | 5.71    | 5.71  | 5.71  | 5.71  | 5.71  | 5.71  | 5.71  | 5.71  |
| 氢氧化钾   | 6.24    | 6.24  | 6.24  | 6.24  | 6.24  | 6.24  | 6.24  | 6.24  |
| Dequest 2006                                   | 0.49    | 0.49  | 0.49  | 0.49  | 0.49  | 0.49  | 0.49  | 0.49  |
| 共轭的亚油酸   | 1.00    | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  |
| 丁基羟基甲苯   | 0.20    | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  |
| 去离子水   | 余量      | 余量    | 余量    | 余量    | 余量    | 余量    | 余量    | 余量    |

## [0081] 光学测量

不透明度是垂直于介质或薄膜照射的透射光束的强度衰减的量度。直射光束衰减越高, 不透明度将越大。光束衰减的源头是双重的 :A) 一些原始的光从薄膜 / 介质反射回去。这赋予薄膜 / 介质具有大遮盖力的真实的白色 / 不透明外观。在配方中使用颜料级 TiO<sub>2</sub> 将产生该效果。B) 一些光从直射光束路径偏离, 但仍然透过薄膜 / 介质。实际上, 薄膜 / 介质从透明的到半透明的, 这产生“模糊的 (blurred)”图像。对此的另一术语是软焦点。

[0082] 程序 : 使用涂布棒 (draw down bar) 将配方的 3 密耳 (76.2 微米) 薄膜施加 (或涂布) 到塑料架空的透明板上。在室温下让薄膜干燥 2 小时。获取涂布的架空的透明物体并且将其置于 Instrument Systems 变角分光光度计 (goniospectrophotometer) 中。设置在垂直于涂布的透明物体的直线中排列的光源和检测器。打开光源 (其被设置为 209 百万 Watt-nm/cm<sup>2</sup>, 其用作本文中报道的全部的透射强度值 (Transmission Intensity Values) 的参考物) 并且进行透射光强度的测量。通过移动检测器远离直接透射法线 10、30、40 和 50 度, 进行进一步的测量。这些值表明了软焦点光散射的程度。如同不透明度 / 软焦点光散射一样, 区别在于光源和检测器的位置, 确定产物的反射比或“发光度 (radiance)”。检测器是在法线 / 垂线的一侧上的 30 度, 而光源是在另一侧上的 20 度。为测定强度衰减的程度, 将强度值与未涂布的架空的透明物体的强度值进行比较。这两个值之间的差是衰减或不透明度的程度。

[0083] SPF 测量

阳光防护系数 (SPF) 是使用 Optometrics SPF 290 仪器体外测量的。测试程序需要校准 Optometrics SPF 290 仪器的单色仪和样品阶段。其后, 使用空白样品石英板 (10cmx10cm 和 3mm 厚度) 校准仪器。校准使 UV 检测器归零。使用 1 密耳的涂布 (draw-down) 施加器将配方施加到板上。这留下 2mg/cm<sup>2</sup> 的薄膜。薄膜行将干燥 30 分钟。随后, 使用在涂布的石英板的不同部分上的三次测量值并记录平均值, 在干燥的薄膜上获得 SPF 读数。

[0084] 配方的软焦点结果报道在表 II 中。

表II

透射强度值\*

|        | 配方       |          |        |            |              |                          |                     |                                |            |
|--------|----------|----------|--------|------------|--------------|--------------------------|---------------------|--------------------------------|------------|
|        | 1        | 2        | 3      | 4          | 5            | 6                        | 7                   | 8                              | 强度容许范围     |
| 可变组分   | 6% 外 OMC | 2% 外 OMC | 0% OMC | UV Pearls™ | SunCaps™ 664 | Sylvaclear™ 复合材料 (有 OMC) | Sylvaclear™ (无 OMC) | Sylvaclear™ (无 OMC) 和 2% 外 OMC |            |
| 透射角, 度 |          |          |        |            |              |                          |                     |                                |            |
| 0      | 7.1 M    | 6.5 M    | 6.0 M  | 6.2 M      | 6.4 M        | 4.6 M                    | 5.3 M               | 6.2 M                          | 4.0-7.0 百万 |
| 10     | 1.0 M    | 1.0 M    | 1.5 M  | 1.4 M      | 1.4 M        | 18 M                     | 1.6 M               | 1.3 M                          | 1.0-2.0 百万 |
| 30     | 115 K    | 122 K    | 131 K  | 123 K      | 122 K        | 139 K                    | 134 K               | 128 K                          | 120-140 千  |
| 40     | 56 K     | 63 K     | 70 K   | 62 K       | 63 K         | 79 K                     | 73 K                | 68 K                           | 60-80 千    |
| 50     | 37 K     | 42 K     | 51 K   | 44 K       | 43 K         | 60 K                     | 54 K                | 48 K                           | 40-60 千    |
| 反射角, 度 |          |          |        |            |              |                          |                     |                                |            |
| 30     | 138 K    | 143 K    | 151 K  | 153 K      | 150 K        | 164 K                    | 155 K               | 146 K                          | 140-170 千  |
| SPF 值  | 15       | 8        | 4      | 15         | 15           | 20                       | 4                   | 8                              |            |

\*值是光散射的强度(单位是 W-nm/cm<sup>2</sup>)

[0085] 全部的复合材料 (UV Pearls™、SunCaps™、Sylvaclear/Sunscreen) 经过配制, 以提供 2% 甲氧基肉桂酸辛基酯 (OMC) 到整个化妆用组合物中。UV Pearls™是由 EMD Chemicals 的 Rona Division 销售的。它们的制备方法描述在 US 7 264 795 中, 其被引入这里供参考。UV Pearls™是作为分散在水性载体中的颗粒物来销售的; 该颗粒物是涂布有二氧化硅、聚乙烯基吡咯烷酮和次要功能成分的甲氧基肉桂酸辛基酯。SunCaps™是由 Pennsylvania, Bethlehem 的 Particle Sciences Inc. 销售的并且已描述在 US 5 733 531 中, 其被引入这里供参考。这些颗粒包括包封在粘结剂中的甲氧基肉桂酸辛基酯, 该粘结剂包括蜂蜡, 巴西棕榈蜡, 乙烯基吡咯烷酮 / 二十碳烯 (eicosene) 共聚物和乳化剂。该封装是作为含有至多 65% 固体的水性分散体供应的。

[0086] 配方 6 (本发明)中的 Sylvaclear 聚合物遮光剂复合材料保持了 0% OMC 配方的软

焦点益处并且甚至改进了高角度软焦点性能。配方 6 的进一步的益处在于它仍然显示出高于 15 的 SPF。不透明度得到改善（降低）和反射比提高。这全部使得透射软焦点曲线和反射移动到强度允许范围中的最大性能。相形之下，含 UV Pearls™ 和 SunCaps™ 的配方 4 和 5 对软焦点具有负面影响。值低于 0% OMC 配方 3。如配方 8 中的，与外部的 2% OMC（不在粘结剂中）一起添加单独的 Sylvaclear 树脂，相对于配方 2，获得了高角度软焦点和反射比的少许提高。然而，对于配方 2 和 8 两者来说，8 的 SPF 是相同的。这与在聚合物复合材料中共混 2% OMC 的配方 6 的好得多的软焦点、反射比和遮光剂活性（20 的 SPF）形成对比。