

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发 明 专 利 说 明 书

专利号 ZL 97192193.8

[51] Int. Cl.

*C09C 1/30 (2006.01)*

*A61K 8/25 (2006.01)*

*A61Q 1/00 (2006.01)*

*C09C 1/00 (2006.01)*

*C09C 3/04 (2006.01)*

[45] 授权公告日 2006 年 3 月 1 日

[11] 授权公告号 CN 1243796C

[22] 申请日 1997.1.15 [21] 申请号 97192193.8

[30] 优先权

[32] 1996.2.12 [33] GB [31] 9602797.4

[86] 国际申请 PCT/EP1997/000202 1997.1.15

[87] 国际公布 WO1997/030126 英 1997.8.21

[85] 进入国家阶段日期 1998.8.11

[71] 专利权人 克罗斯菲尔德有限公司

地址 英国沃灵顿

[72] 发明人 P·拜内斯 P·W·斯塔尼尔

审查员 殷朝晖

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 刘元金 杨九昌

权利要求书 1 页 说明书 14 页

[54] 发明名称

颗粒形式的无机材料

[57] 摘要

一种化妆品组合物，包含一种颗粒形式无机材料，该材料在该化妆品组合物使用的条件下破碎成某一粒度，其中当用湿筛分法测定时 45 微米以上的不到 5%(重量)、较好不到 2%(重量)、最好不到 1%(重量)。

1. 颗粒形式无机材料, 其特征在于所说的材料具有的颗粒强度使该颗粒在用 60 微米振幅超声处理 7 分钟之后仍留在 45 微米湿筛上的残留物少于 5%, 所说的无机材料包含:

- 5       至少 95%重量的水不溶性颗粒物, 其中(a)5~90%的该水不溶性颗粒物是由一种水不溶性颗粒状材料制成, 该水不溶性颗粒状材料具有重均粒度小于 20 微米和吸油能力为  $90\sim 145\text{cm}^3/100\text{g}$ , 且选自非晶态二氧化硅、氧化铝、碳酸钙、磷酸二钙、三代磷酸钙、不溶性偏磷酸钠、焦磷酸钙、羟基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸镁、浮石, 以及
- 10       (b)5~90%的该水不溶性颗粒物是由一种重均粒度小于 20 微米和吸油能力为  $150\sim 190\text{cm}^3/100\text{g}$  的非晶态二氧化硅制成。

2.按照权利要求 1 的无机材料, 其特征在于, 所说的材料包含至少 95%重量的非晶态二氧化硅团粒。

- 3.按照权利要求 1 的颗粒形式无机材料, 其特征在于, 当用筛分法测定所述的材料时, 95%的所述材料具有的粒度小于 1000 微米, 以及 95%的所述材料具有的粒度大于 45 微米。
- 15

4.化妆品组合物, 其中包含 1~20%重量的按照权利要求 1~3 的任一项权利要求的一种无机材料。

- 5.化妆品组合物, 其中包含 1~10%重量的按照权利要求 1~3 的任一项
- 20 权利要求的一种无机材料。

## 颗粒形式的无机材料

发明领域

- 5 本发明涉及可用于化妆品组合物的颗粒形式无机材料。本发明最具体地涉及一种剥落和/或按摩和/或清洁材料。本发明也涉及一种含有所述无机材料的化妆品组合物。

发明背景

- 10 皮肤的鳞状剥落和清洁是身体护理的一个基本要素。剥落组合物在技术上是众所周知的。这样的组合物可以通过磨蚀来清除皮肤表面上的残留化妆品（残妆）和死细胞，以期防止毛孔堵塞。这是由悬浮在所述组合物中的磨料颗粒实现的。

- 过去，使用过两种颗粒状磨蚀材料；即碳酸钙和杏核壳。最近，人们认为这些磨蚀材料有一种固有的砂砾性质，理想的是生产一种有初始  
15 皮肤感觉且该感觉会在使用化妆品配方的同时消失的磨蚀材料。

因此，在 EP - A - 670, 712 中已经公开了一种包含粒度范围为 0.03 ~ 3mm 的颗粒状剥落材料的剥落组合物，其中颗粒状材料包含一种其初级粒度范围为 0.01 ~ 0.2 微米、易碎且在该组合物使用的条件下破碎成平均粒度小于 40 微米的微粒的团粒二氧化硅。

- 20 这份文件中公开了唯一一种二氧化硅团粒类型，它被描述为一种 Sident 22S 造粒物。

这份文件中公开的是，悬浮磨料微粒的固有砂砾性质被避免了。进一步公开的是，平均粒度小于 40 微米的微粒没有砂砾感，而且剥落颗粒破碎后的平均粒度将小于 40 $\mu$ m。

- 25 不过，已经发现，虽然砂砾性质减少了，但使用者仍感觉有微粒残留在皮肤上。

- 颗粒破碎后的理想特征应是让使用者感觉到皮肤上有该产品的奶油状滑溜肥皂沫和缓缓清洁。已经发现，如 EP - A - 670, 712 中所述的二氧化硅团粒的使用并没有给出这种效果，因为它们没有充分破碎，因而没有以较小微粒可以提供的增稠效果的方式对所形成肥皂沫作出贡献。  
30

因此，需要一些在提供所需要剥落性能的同时能逐渐破碎到它们再

也检测不出来的程度的剥落性微粒。对于这样的剥落微粒来说，也理想的是在化妆品组合物中破碎时能给出一种奶油状滑溜的肥皂沫。

### 测试和定义

#### i) 吸油 (油吸收)

- 5 吸油是用 ASTM 小刮匙擦掉方法(美国材料试验学会标准 D - 281 ) 确定的。

该试验基于如下原理：用一把小刮匙在一个平整表面上摩擦而使亚麻子油与二氧化硅混合，直至形成一种用小刮匙切割时不会断裂或分离的浓油灰样膏状物。然后，把用油量代入以下方程：

10

$$\begin{aligned} & \text{cm}^3 \text{ 吸油} \times 100 \\ \text{吸油} = & \frac{\text{用克表示的二氧化硅样品重量}}{\text{cm}^3 \text{ 油}/100\text{g 二氧化硅}} \end{aligned}$$

15

#### ii) 重均粒度

- 水不溶性颗粒物造粒前的重均粒度是用一台莫尔文仪器公司 (伍斯特郡莫尔文市) 制造、有 MS 15 样品表述单元的 X 型 Malvern Mastersizer 测定的。这种仪器利用 Fraunhofer 衍射原理，利用一个低功率 He/Ne 激光器。用超声法使水不溶性颗粒物在水中分散 7 分钟，以形成一种水悬浮液，然后进行机械搅拌，直至按照仪器说明手册中所描述的测量程序，用检测器系统中的 45mm 透镜对它们进行测定。

- 25 这种 Malvern 粒度仪测定水不溶性颗粒物的重量粒度。从仪器产生的数据，很容易得到 50 百分位重均粒度 (  $d_{50}$  )、10 百分位重均粒度 (  $d_{10}$  ) 和 90 百分位重均粒度 (  $d_{90}$  )。

#### iii) 颗粒强度

- EP - A - 670712 描述了一种测定干粉条件下的造粒物强度的试验。可以认为，这种试验不是化妆品组合物使用时盛行的条件的代表，而且颗粒是在水基体系中破裂的。
- 30 因此，有必要发展一种更具代表性的试验，使之在水的存在下进行，并让颗粒发生受控松团作用。

颗粒破裂表征是用一台 Microson XL 2020 近程声电定位器可编程

超声液体处理机进行的，该处理机由 Misonix 公司（美国纽约州法明代尔市）制造，由 Labcaire Systems Ltd（埃文市）在英国供应的。

Microson XL 2020 近程声电定位器超声处理机有最大 550 瓦输出和一个 20 KHz 转换器，并装配一个 3/4 英寸出声喇叭。该处理机有可变振幅控制和一个微处理机控制的、与脉冲周期计时器一体化的数字式计时器，并有功率输出显示和走时显示。

压电转换器把电能转变成 20 KHz 频率的机械能。压电晶体的振荡由一个钛破碎喇叭（disruptor horn）传输和聚焦，把能量幅射到正在处理的液体中。一种称为空洞形成的现象，即由强大声波产生的微观蒸汽泡的形成和塌陷，产生一种剪切和撕裂作用。这种活动几乎全部只在该探测器尖端前沿发生。

此发生器提供 20 KHz 能力的高电压脉冲，而且可以随着负荷条件如粘度和温度的改变而调整。它能感受阻抗变化并自动增加或减少向探测器尖端输送的功率。

3/4 英寸探测器是一个用来处理 25 ~ 500ml 体积的中等强度喇叭。探测器尖端的最大振幅是 60 微米。因此，以输出控制设定 10 运行的近程声电定位器处理机在探测器尖端有 60 微米的振幅（尖端辐射面的峰-峰幅度）。

因此，在输出控制旋钮（或振幅调整旋钮）与探测器尖端的振幅之间有一种线性关系，即每个控制旋钮设定（控制旋钮每一档）为 6 微米振幅。因而，对于一个给定输出控制设定，该发生器就汲取能量来保持该尖端上的恒定振幅。这显示在 % 输出功率表上，而且是以瓦表示的能量（即输出 = % / 100 \* 550 有效瓦 = × 输送瓦）。

S. Berliner 先生（热系统 - 超声公司技术服务部主任）在超声工业协会第 9 次年度技术讨论会上发表的一篇题为“超声处理机的应用（声化作用中的功率与强度）”的文章，进一步提供了这种实验技术中所涉及的原理的详细信息。

程序：

一个派热克斯玻璃烧杯进行绝热，并配备一个盖，其中心有一个 3/4 英寸孔以容纳超声探测器，且其靠边部分有一个 1/8 英寸孔以容纳一个温度探测器。

向绝热的烧杯中称量所希望数量的、保持在 21 °C 恒温的去离子水，

和所希望数量的无机颗粒，以获得最终重量为 200g。把一根磁搅拌棒放进烧杯中，把烧杯放在一个配备了温度传感器的磁力搅拌器加热板上（Heidolph MR 3003 磁力搅拌器加热板，有一个不锈钢 PT - 100 温度传感器和 rpm 搅拌器速度计，可购自曼彻斯特市 Orme 科学公司）。烧杯内容物在第 3 档（~ 300rpm）搅拌，把超声探头浸入液体中 5/8 英寸的深度，把温度传感器插入液体中以连续监测温度。

启动 Sonicator 超声处理机，并按照要求获得关于程序化的处理时间和脉冲方式的信息。

通过把输出控制旋钮旋转到所希望的振幅档，使空洞形成引进该系统中，同时密切监测温度分布。也按照档位记录保持探测器尖端振幅所需要的 % 功率输出。

当空洞形成过程完成时，关掉搅拌器，并取出磁搅拌棒。用刮匙继续手工搅拌以保持分散。

#### + 45 微米湿筛测试方法

通过一个 45 微米筛倾倒无机微粒分散液。用初始水量的一半，洗涤烧杯中的任何残留物并使之通过该筛。然后，该筛在一台 105 °C 烘箱中干燥到恒重。然后，将仍留在 45 微米筛上的残留物称重，并以无机颗粒初始重量的百分率表示。截留在筛上的数量越大，该颗粒的团粒强度也就越大，它也就越难以破碎。一种最佳产品将无任何残留物留在筛上。

已经发现，对于一种颗粒来说，为了能在化妆品组合物中令人满意地破碎，它在第 10 档（60 微米振幅）超声化为期 7 分钟之后在 + 45 微米筛上的残留物将少于 5 %、较好少于 2 %、最好少于 1 %（重量）。

#### iv ) 筛分法粒度分布

颗粒组合物真正粒度分布的精确量度是用筛分法进行的。

把 100g 样品放在能覆盖该颗粒粒度范围、彼此间隔约 50 微米的一系列 BS 筛的顶筛上。这些筛按照以最细的为这一摞的底、以最粗的为这一摞的顶的顺序排列。把这些筛子放在一台机械振动器如 Inclyno 机械筛摇床（Pascall 工程公司）上，盖上盖，摇 10 分钟。每个筛的级分精确称重，结果计算如下：

$$\% \text{ 残留} = \frac{\text{残留物重量} \times 100}{\text{样品重量}}$$

## v) BET 表面积

表面积是采用 Brunauer、Emmett 和 Teller (BET) 的标准氮气吸附法, 借助于意大利 Carlo Erba 公司供应的一台 Sorpty 1750 装置, 以单点法测定的。样品在测定之前在 270℃ 真空脱气 1 小时。

5      本发明的一般描述

本发明的第一目的是提供一种颗粒形式的无机材料, 其颗粒强度应使得在用 60 微米振幅超声处理 7 分钟之后 45 微米湿筛上留下的残留物少于 5%、较好少于 2%、最好少于 1% (重量)。

较好的是, 该无机材料含有至少 95% (重量) 非晶形二氧化硅。

10      更好的是, 该无机材料含有至少 95% (重量) 非晶形二氧化硅团粒。

甚至更好的是, 该颗粒形式的无机材料含有至少 95% (重量) 水不溶性颗粒物, 从而 5~90% 的这种水不溶性颗粒物是由一种水不溶性颗粒状材料制成, 具有重均粒度小于 20 微米、吸油能力为  $90 \sim 145 \text{cm}^3/100\text{g}$ , 且选自非晶态二氧化硅、氧化铝、碳酸钙、磷酸二钙、三代磷酸钙、不溶性偏磷酸钠、焦磷酸钙、羟基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸镁、浮石, 而 5~90% 的该水不溶性颗粒物是由一种非晶态二氧化硅制成, 具有重均粒度小于 20 微米而吸油能力为  $150 \sim 190 \text{cm}^3/100\text{g}$ 。

也更好的是, 该颗粒形式的无机材料包含至少 95% (重量) 水不溶性颗粒物, 而 5~90% 的这种水不溶性颗粒物是由一种水不溶性颗粒状材料制成, 其重均粒度小于 20 微米、吸油能力为  $90 \sim 145 \text{cm}^3/100\text{g}$ , 且选自氧化铝、碳酸钙、磷酸二钙、三代磷酸钙、不溶性偏磷酸钠、焦磷酸钙、羟基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸镁、浮石, 而 5-90% 该水不溶性颗粒物的是由一种非晶态二氧化硅制成, 具有重均粒度小于 20 微米而吸油能力为  $130 \sim 190 \text{cm}^3/100\text{g}$ 。

25      较好的是, 该无机材料当用筛分法量度时, 其粒度有 95% 在 1000 微米以下且 95% 在 45 微米以上。

该颗粒形式的无机材料可以用任何一种团粒化或密实化技术生产。

团粒化可以通过诸如盘式造粒、干辊密实化、挤出、喷雾造粒或转盘式造粒来实现。

30      当在一台盘式造粒机中进行团粒化时, 本发明产品的水: 固体比较好是在 1.0:1~1.25:1 的范围内。这个比值对于达到有正确强度的团粒来说是重要的, 因为低于此值时该材料仍为粉末, 而高于此值时形成一

种膏状物。利用这种方法，得到的团粒需要加以干燥。这种干燥可以用若干种方式，例如，用烘箱或用流化床进行。在这个干燥阶段期间，使这些团粒达到所需程度的强度。

一旦密实化，就按照产品用途所希望的粒度范围，使这些团粒的粒度缩小。

由于这些团粒的多孔性质，使之有可能起到那些会带来化妆效益的物质如着色颜料、矫味矫臭剂、香料或其它化妆品成分的输送载体的作用。这样的物质可以被容纳在该材料的小孔内。

如需要着色的颗粒，就可以在不影响颗粒强度的情况下向该颗粒的组合物中添加适用的着色颜料，例如，Hoechst公司供应的Cosmenyl商标的颜料分散液，或者Hostaperm商标或Cosmetic Pink RC 01 (D & C Red No. 30)的颜料粉末，或假日颜料公司 (Holliday Pigments) 供应的Ultramarine Grade 54。

本发明的第二目的是提供一种包含这样的颗粒形式无机材料的化妆品组合物。

当诸如通过用手在皮肤上按摩来使用化妆品组合物时，所产生的剪切力和破碎力引起颗粒形式的无机材料颗粒在一段短时间、典型地是10 ~ 25秒、较好少于20秒之后破碎到它们再也不能被感受到的程度。

本发明的第三目的是提供一种包含颗粒形式无机材料的化妆品组合物，其特征在于该颗粒形式无机材料在该化妆品使用的条件下破碎成某一粒度，其中，当用湿筛分法测定时，45微米以上的占5% (重量) 以下、较好占2% (重量) 以下、最好占1% (重量) 以下。

较好的是，该化妆品组合物呈一种液体、一种乳液或一种多重乳液的形式。通过适当调整固-液比和液相粘度，该组合物可以取任何一种物理形式：从稠膏状物或凝胶到低粘度液体。

在本发明的化妆品组合物中，颗粒形式无机材料的水平可以占1 ~ 20% (重量)、较好1 ~ 10% (重量)、更好的是3 ~ 10% (重量)、甚至更好的是3 ~ 5% (重量)。

本发明的化妆品组合物，因产品的终端用途而异，可以含有一种或多种附加成分，典型的终端用途是个人洗涤用品例如淋浴用凝胶、美容清洁剂和香波。

清洁组合物也包含一种或多种表面活性剂，较好选自阴离子型、非

离子型、两性型和两两性离子型表面活性剂及其混合物。这些表面活性剂的总存在量可为 1 ~ 50 % (重量)、较好约 2 ~ 30 % (重量)。

水是本发明化妆品组合物的另一种成分, 其存在量可为 10 ~ 90 % (重量)、较好 20 ~ 80 % (重量)、更好的是 40 ~ 75 % (重量)。

5       在本发明的化妆品组合物中, 较好的是包括一种或多种增稠剂或悬浮剂, 以使该颗粒形式的无机材料保持稳定地分散于整个组合物中。这些药剂在该组合物中的总存在量因药剂的性质而异, 可为 0.1 ~ 60 % (重量)。

10       本发明的化妆品组合物也可以含有在毛发或皮肤化妆品组合物中通常发现的其它成分。

按照本发明的组合物可以按照洗面用品等化妆品组合物的常用制备方法制作。然而, 如果悬浮是通过表面活性剂薄层相形成法进行的, 则较好的是在能使所分散微粒稳定化的薄层相形成之前把颗粒状材料掺入该组合物中, 以期能把该颗粒状成功和稳定地掺入其中。替而代之以的是, 15       对于霜剂和膏剂来说, 基组合物可以通过使各基剂成分混合, 再添加增稠剂或悬浮剂 (若使用的话), 随后进行预制颗粒状材料的低剪切混合来制备。

重要的是, 在按照本发明的组合物的制备中, 任何混合都要以足够低的剪切力进行, 使得颗粒形式的无机材料不会经受大到足以引起该颗粒破裂的力。 20

#### 本发明的详细说明

本发明将在下列实例中进一步描述。

#### 比较例 1

25       二氧化硅颗粒是按照 EP - A - 670, 712 制备的。一种有高度结构的单 - 二氧化硅 Sorbosil TC 15 (可购自英格兰 Joseph Crosfield 父子公司), 以 200g 粉末批量 (实验室规模) 用去离子水 (水 : 固体比为 2.1 : 1), 利用威尔士 Blaenau Ffestiniog 市 Metcalfe 餐饮设备公司供应的 Sirman SV 6 混合机进行团粒化。

30       然后, 所形成的湿团粒在 150 °C 的烘箱中干燥 4 小时, 轻轻迫使它通过 500 微米筛, 并以 106 微米过筛, 以调整粒度分布。

该二氧化硅有下列性质:

Sorbosil TC 15\*

|   |                                    |      |
|---|------------------------------------|------|
|   | 吸油能力 ( $\text{cm}^3/100\text{g}$ ) | 339  |
|   | 重均粒度 ( 微米 ) $D_{10}$               | 5.6  |
|   | $D_{50}$                           | 12.9 |
|   | $D_{90}$                           | 29.3 |
| 5 | 表面积 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )      | 260  |

\*可购自英格兰 Crosfield 公司。

为了确定颗粒组合物强度和破碎特征，使用一台如试验和定义的部分 iii ) 中所述的 Microson XL 2020 短程声电定位器，对团粒化的二氧化硅进行超声处理。

- 10
- 试验中使用的颗粒重量是 1g，并添加去离子水以达到最终重量为 200g。该超声处理机对于定时和脉冲方式是程控的，在为期 7 分钟内达到尖端最大振幅。该处理机按程序控制，持续脉冲 30 秒和停止脉冲 20 秒，达到总处理时间 7 分钟和最低限度热量增加。把输出控制钮旋转
- 15
- 到第 10 档，以达到尖端最大振幅为 60 微米，并启动程序。不断监测分散液温度，发现该温度上升到 42℃。

当空洞形成完成时，将无机颗粒分散液倾倒，使之通过 45 微米筛，并像试验和定义的部分 iii ) 中所描述的那样干燥到恒重。

- 20
- 为了确定不进行超声处理时在 45 微米筛上截留的湿筛残留物，使用了与上述相同重量的团粒：水。用一把刮匙搅拌无机颗粒分散液，以保持分散，倾倒而使之直接通过 45 微米筛，用 100 $\text{cm}^3$  去离子水冲洗，像试验和定义的部分 iii ) 中所述那样干燥到恒重。

比较例 2

- 25
- 两种二氧化硅，一种有高度结构即 Sorbosil TC 15 和一种凭借低度结构而有中等边界即 Sorbosil AC 77 ( 可购自英格兰 Crosfield 公司 )，以 1:1 重量比掺合在一起，并以 200g 粉末批量 ( 实验室规模 ) 用去离子水 ( 水：固体比为 1.33:1 )，利用威尔士 Blaenau Ffestiniog 市 Metcalfe 餐饮设备公司供应的一台 Sirman SV 6 混合机进行团粒化。

然后，所形成的湿团粒在 1 台 150℃ 烘箱中干燥 4 小时，缓缓迫使它通过一个 500 微米筛，并以 106 微米过筛，以调整粒度分布。

- 30
- Sorbosil AC 77 有下列性质：

Sorbosil AC 77\*

吸油能力 (  $\text{cm}^3/100\text{g}$  ) 129

|                    |      |
|--------------------|------|
| 重均粒度 (微米) $D_{10}$ | 2.7  |
| $D_{50}$           | 8.1  |
| $D_{90}$           | 17.8 |

表面积 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) 120

- 5 团粒化二氧化硅的颗粒组合物强度和破碎特征表征像实例 1 中所述那样进行。

#### 本发明实例 3

两种二氧化硅, 一种凭借低度结构而有中等边界即 Sorbosil AC 39\* 和一种有中度结构即 Neosyl AC\*, 以 3:1 重量比掺合在一起。得到的  
10 二氧化硅掺合物以 200g 粉末批量 (实验室规模) 用去离子水 (水: 固体比为 1.1:1), 用威尔士 Blaenau Ffestiniog 市 Metcalfe 餐饮设备公司供应的一台 Sirman SV 6 混合机进行团粒化。

\*: 可购自英格兰 Crosfield 公司。

然后, 所得到的湿团粒在一台 150 °C 烘箱中干燥 4 小时, 缓缓迫使  
15 它通过 500 微米筛网并以 106 微米过筛, 以调整粒度分布。

该二氧化硅有下列性能:

| 性 能                                | Sorbosil AC 39(*) | Neosyl AC(*) |
|------------------------------------|-------------------|--------------|
| 吸油能力 ( $\text{cm}^3/100\text{g}$ ) | 125               | 155          |
| 重均粒度 (微米) $D_{10}$                 | 3.2               | 3.7          |
| $D_{50}$                           | 11.3              | 11.9         |
| $D_{90}$                           | 31.7              | 38.1         |

\*: 可购自英格兰 Crosfield 公司。

团粒化二氧化硅的颗粒组合物强度与破碎表征像实例 1 中所述那样进行。

#### 20 本发明实例 4

两种二氧化硅, 一种有中度结构即 Neosyl AC\* 和一种凭借低度结构而有中等边界即 Sorbosil AC 35\*, 以 9:1 重量比掺合在一起。得到的二氧化硅掺合物以 200g 粉末批量 (实验室规模) 用去离子水 (水: 固体比为 1.25:1), 利用威尔士 Blaenau Ffestiniog 市 Metcalfe 餐饮设备  
25 公司供应的一台 Sirman SV 6 混合机进行团粒化。

\*: 可购自英格兰 Crosfield 公司。

然后, 得到的湿团粒在一台 150 °C 烘箱中干燥 4 小时, 缓缓迫使它

通过 500 微米筛网，并以 106 微米过筛，以调整粒度分布。

Sorbosil AC 35 有下列性能：

Sorbosil AC 35\*

|   |                                    |      |
|---|------------------------------------|------|
|   | 吸油能力 ( $\text{cm}^3/100\text{g}$ ) | 100  |
| 5 | 重均粒度 ( 微米 ) $D_{10}$               | 1.6  |
|   | $D_{50}$                           | 10.0 |
|   | $D_{90}$                           | 29.7 |

本发明实例 5

两种二氧化硅，一种凭借低度结构而有中等边界即 Sorbosil AC 39\* 和一种中度结构即 Neosyl AC\*，以 9 : 1 重量比掺合在一起。得到的二氧化硅掺合物以 200g 粉末批量（实验室规模）用去离子水（水：固体比为 1.1 : 1 ），利用威尔士 Blaenau Ffestiniog 市 Metcalfe 餐饮设备公司供应的一台 Sirman SV 6 混合机进行团粒化。

\*：可购自英格兰 Joseph Crosfield 父子公司。

15 然后，得到的湿团粒在一台 150 °C 烘箱中干燥 4 小时，缓缓迫使它通过 500 微米筛网并以 106 微米过筛，以调整粒度分布。

本发明实例 6

20 用与实例 3 相同的二氧化硅组合物占 97 % 和掺入该二氧化硅掺合物中的 Ultramarine Blue Grade 54\* 占 3 %，制备一种着色的团粒。按照与实例 3 中所述相同方法进行处理、干燥和粒度调整。

\*：由英格兰亨伯赛德郡 Holliday Pigments 公司供应。

结果：

以下是 45 微米筛上截留的团粒残留 % 的结果。

| 团粒名称 | 无超声处理 | 用 60 微米振幅超声处理 7 分钟 |
|------|-------|--------------------|
| 实例 1 | 95    | 57                 |
| 实例 2 | 91    | 40                 |
| 实例 3 | 79    | 0                  |
| 实例 4 | 88    | 1                  |
| 实例 5 | 90    | 0                  |
| 实例 6 | 95    | 0                  |

可以看出, 按照 WO 94/12151 制作的先有技术二氧化硅颗粒太结实, 不破碎成在皮肤上无法感觉到的颗粒。类似地, 其中一半高度结构性的 Sorbosil TC 15 二氧化硅换成有低得多结构性的二氧化硅 Sorbosil AC 77 的一种较弱颗粒对于这种类型的用途来说仍然太过于结实, 在这种情况下, 像实例 3 ~ 6 这样的最佳产品能充分破碎, 在皮肤上再也无法感觉到。

#### 实例 7 (美容擦剂)

制备以下水包油 (O/W) 乳液, 其中使用了按照实例 1 ~ 4 的无机材料。

10 按照实例 1 ~ 4 的无机材料。

| <u>成分</u> | <u>重量%</u> |
|-----------|------------|
|-----------|------------|

#### 相 A

|      |      |
|------|------|
| 无机材料 | 5.00 |
|------|------|

|     |       |
|-----|-------|
| 矿物油 | 20.00 |
|-----|-------|

|                         |       |
|-------------------------|-------|
| 15 伯醇, 混合物 <sup>1</sup> | 10.00 |
|-------------------------|-------|

|           |      |
|-----------|------|
| 硬脂酸甘油酯 SE | 4.00 |
|-----------|------|

|               |      |
|---------------|------|
| Ceteareth -12 | 1.50 |
|---------------|------|

|               |      |
|---------------|------|
| Ceteareth -20 | 1.50 |
|---------------|------|

|        |      |
|--------|------|
| 甘油单油酸酯 | 1.00 |
|--------|------|

|             |      |
|-------------|------|
| 20 对羟基苯甲酸丙酯 | 0.05 |
|-------------|------|

#### 相 B

|      |           |
|------|-----------|
| 去离子水 | 补足到 100 % |
|------|-----------|

|          |      |
|----------|------|
| 对羟基苯甲酸甲酯 | 0.10 |
|----------|------|

#### 相 C

|                    |    |
|--------------------|----|
| 25 Fragrance (芳香剂) | 适量 |
|--------------------|----|

<sup>1</sup>Acropol 35 (得自 Exxon 化学公司, 法国)

#### 步骤

1. 按所列顺序添加相 A 各成分, 以 1000 rpm 搅拌, 加热到 70 °C。

2. 把相 B 加热到 75 °C。到此温度时, 把相 B 添加到相 A 中, 并将  
30 搅拌保持在 1000 rpm。当均匀时, 冷却到 40 °C。

3. 添加相 C, 并以低搅拌速度充分混合。

当由训练有素的小组讨论参加者使用时, 发现实例 1 和 2 导致粗糙

的初始皮肤感觉，而且（通过手掌之间的摩擦）在皮肤上摩擦 2 分钟之后颗粒留下砂砾性残留物。感受不到肥皂沫般的效果。这种手掌之间摩擦的技术在随后的实例 8 ~ 10 中用来评估皮肤上的团粒破碎。

实例 4 导致良好的初始皮肤感觉，其中，颗粒被感觉到，并在 25 秒后破碎。有乳脂状滑溜肥皂沫效果。

实例 3 导致良好的初始皮肤感觉，其中，颗粒初感觉到，并在 17 秒后破碎。有乳脂状滑溜肥皂沫效果，留下新鲜清洁的感觉。

实例 8（淋浴凝胶）

以下淋浴凝胶组合是用按照实例 3 的团粒作为无机材料生产的。

|    |                                  |            |
|----|----------------------------------|------------|
| 10 | <u>成分</u>                        | <u>重量%</u> |
|    | O - 月桂醚硫酸钠 <sup>2</sup> （ 27 % ） | 12.00      |
|    | 可可酰胺丙基甜菜碱 <sup>3</sup> （ 30 % ）  | 2.00       |
|    | 椰子二乙醇酰胺 <sup>4</sup>             | 1.00       |
|    | 无机材料                             | 5.00       |
| 15 | 氯化钠                              | 10.00      |
|    | 香料、着色剂、防腐剂                       | 适量         |
|    | 去离子水                             | 补足到 100 %  |

<sup>2</sup>. Empicol ESB3/M（得自 Albright & Wilson）

<sup>3</sup>. Empigen BS/P（得自 Albright & Wilson）

20 <sup>4</sup>. Empilan CDE（得自 Albright & Wilson）

步骤:

1. 把盐或其它薄层相形成成分溶解在水中，不加热。
2. 加防腐剂。
3. 边搅拌边添加颗粒状材料。
- 25 4. 添加 O - 月桂醚硫酸钠。
5. 添加任何其它任选成分，如浑浊化剂、珍珠闪烁剂、着色剂、香料等。
6. 最后添加可可酰胺丙基甜菜碱和椰子二乙醇酰胺。

有按照实例 3 的团粒的淋浴凝胶导致良好的初始皮肤感觉，其中微粒被感觉到并在 17 秒后破碎。有乳脂状滑溜肥皂沫效果，留下新鲜清洁感觉。

实例 9 (淋浴凝胶)

以下淋浴凝胶组合物是用按照实例 5 的团粒作为无机材料生产的。

| 成分                                                                                                                                                            | 重量 %      |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| O - 月桂醚硫酸钠 <sup>2</sup> ( 70 % )                                                                                                                              | 12.00     |
| 5 可可酰胺丙基甜菜碱 <sup>3</sup> ( 30 % )                                                                                                                             | 2.00      |
| 椰子二乙醇酰胺 <sup>4</sup>                                                                                                                                          | 1.00      |
| 无机材料                                                                                                                                                          | 5.00      |
| 非晶态二氧化硅 <sup>5</sup>                                                                                                                                          | 3.00      |
| 氯化钠                                                                                                                                                           | 5.00      |
| 10 香料、着色剂、防腐剂                                                                                                                                                 | 适量        |
| 去离子水                                                                                                                                                          | 补足到 100 % |
| <sup>2</sup> . Elfan NS 243S ( 得自 Akzo )                                                                                                                      |           |
| <sup>3</sup> . Empigen BS/P ( 得自 Albright & Wilson )                                                                                                          |           |
| <sup>4</sup> . Empilan CDE ( 得自 Albright & Wilson )                                                                                                           |           |
| 15 <sup>5</sup> . 按照专利 WO 94/11302 号的非晶态二氧化硅增稠剂, 其粒度分布调整到 D <sub>10</sub> 1.1μm, D <sub>50</sub> 4.4μm 和 D <sub>90</sub> 9.2μm, 可购自英格兰 Joseph Crosfield 父子公司。 |           |

步骤:

1. 把盐或其它薄层相形成成分溶解在水中并加热到 ~ 70 °C。
- 20 2. 把二氧化硅增稠剂充分分散。
3. 添加防腐剂。
4. 边搅拌边添加颗粒状材料。
5. 添加 O - 月桂醚硫酸钠。
6. 冷却到 ~ 50 °C, 添加任何其它任选成分, 如浑浊化剂、珍珠闪
- 25 烁剂、着色剂、香料等。
7. 最后添加可可酰胺丙基甜菜碱和椰子二乙醇酰胺, 并冷却到室温。

有按照实例 5 的团粒的淋浴凝胶导致良好的初始皮肤感觉, 其中微粒被感觉到并在 12 秒后破碎。有乳脂状滑溜肥皂沫效果, 留下新鲜清洁

30 感觉。

实例 10 (透明美容凝胶)

以下美容凝胶组合物是用按照实例 6 的团粒作为无机材料生产的。

|    | <u>成分</u>                                                                              | <u>重量%</u> |
|----|----------------------------------------------------------------------------------------|------------|
|    | 硫酸月桂酯铵 <sup>6</sup> ( 30 % )                                                           | 50.00      |
|    | 可可酰胺丙基甜菜碱 ( 30 % )                                                                     | 15.00      |
|    | Carbomer <sup>7</sup>                                                                  | 1.55       |
| 5  | 无机材料 ( 按照实例 6 )                                                                        | 1.00       |
|    | 香料, 防腐剂                                                                                | 适量         |
|    | 水                                                                                      | 补足到 100 %  |
|    | <sup>6</sup> . Empicol AL 30/T ( 得自 Albright & Wilson )                                |            |
|    | <sup>7</sup> . Carbopol Ultrez 10 ( 得自 B. F. Goodrich )                                |            |
| 10 | <u>步骤:</u>                                                                             |            |
|    | 1. 把 Carbomer 充分分散在水中, 升温到 ~ 50 °C, 混合 20 分钟。                                          |            |
|    | 2. 停止加热, 添加防腐剂和香料。                                                                     |            |
|    | 3. 添加表面活性剂, 充分混合。                                                                      |            |
|    | 4. 最后冷却到室温, 把无机材料搅拌进去。                                                                 |            |
| 15 | 有按照实例 6 的团粒的透明美容凝胶导致良好的初始皮肤感觉, 其中, 透明基剂中着色的可见微粒被感觉到, 并在 20 秒后破碎。有乳脂状滑溜肥皂沫效果, 留下新鲜清洁感觉。 |            |