

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **239755**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **425719**

(22) Data zgłoszenia: **24.05.2018**

(51) Int.Cl.

**A61K 8/73 (2006.01)**

**A61K 8/99 (2017.01)**

**A61Q 19/10 (2006.01)**

---

(54) **Sposób wytwarzania kompozycji kosmetycznej do złuszczenia komórek naskórka**

---

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

**02.12.2019 BUP 25/19**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

**03.01.2022 WUP 01/22**

(73) Uprawniony z patentu:

**UNIWERSYTET MIKOŁAJA KOPERNIKA  
W TORUNIU, Toruń, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**JUSTYNA KOZŁOWSKA, Toruń, PL  
WERONIKA PRUS, Jeżewo, PL**

(74) Pełnomocnik:

**recz. pat. Grzegorz Ćwikliński**

---

**PL 239755 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kompozycji kosmetycznej do złuszczenia komórek naskórka, szczególnie obumarłych (zrogowaciałych) komórek naskórka. Kompozycja może być także stosowana do oczyszczania skóry z zanieczyszczeń.

Skóra ludzka zbudowana jest z trzech głównych warstw: tkanki podskórnej, skóry właściwej i naskórka. Zewnętrzną warstwę naskórka stanowi warstwa rogowa naskórka (*stratum corneum*), która tworzy się wskutek keratynizacji komórek polegającej przemianie jądra w keratynę i tracąc wodę, w naturalny sposób ulega złuszczeniu, i zastępowaniu komórkami z głębszej, podstawowej warstwy, w ten sposób naskórek ulega naturalnej odnowie przeciętnie w ciągu 28 do 30 dni.

Aby skóra, zwłaszcza twarzy, wyglądała młodziej, była lepiej ukrwiona, a substancje czynne kosmetyków i leków lepiej przenikały do głębiej położonych warstw skóry, stosuje się peelings mechaniczne, enzymatyczne lub chemiczne albo ich kombinacje, które przyspieszają proces złuszczenia i usuwania martwych komórek naskórka.

Przykładem do peelingu chemicznego jest kompozycja znana z opisu patentowego japońskiego JP2017218436, która ma pH 5 lub niższe i zawiera  $\alpha$ -hydrokys kwas i/lub  $\beta$ -hydrokys kwas, włóknistą celulozę, syntetyczne polimery zagęszczające i trimetyloglicynę. Korzystnie, kompozycja kosmetyczna do skóry zawiera ponadto niejonowe środki powierzchniowo czynne typu estry kwasów tłuszczowych.

Niedogodnością jest możliwość wywoływania podrażnień i alergii ze względu na uczulenia na specyficzne związki chemiczne.

Kompozycje kosmetyczne do peelingu mechanicznego zawierają natomiast różnego rodzaju drobinki, na przykład zmielone łupiny orzechów, nasiona, pestki owoców, które mechanicznie ścierają zrogowaciały naskórek.

Jednak trudno jest uzyskać regularny kształt zmielonych cząstek, który nie powodowałby podrażnienia skóry, dlatego zastąpiono je syntetycznymi lub modyfikowanymi polimerami w formie kuleczek o średnicy w przedziale od 5  $\mu\text{m}$  do 1 mm.

Znana z opisu zgłoszenia patentowego nr US2017312196 kosmetyczna kompozycja oczyszczająca zawiera porowate cząstki krzemionki o krągłości od 0,1 do 0,5, o objętości porów od 1,0 do 2,0 ml/g, zakres wielkości od 50 do 600  $\mu\text{m}$ . Efekt peelingu uzyskuje się przez pocieranie z obciążeniem 1,0 do 1,4 KPa przez ok. 30 sekund. Kompozycja pozwala uzyskać łagodny efekt peelingu warstwy rogowej naskórka i pozwala zapobiec uszkodzeniu skóry i uszkodzeniu mikrokrążenia w warstwie rogowej naskórka.

Znany z opisu patentowego europejskiego nr EP0688561 olejowy żel do oczyszczania ma lepkość 100–15000 mPa/s. i zawiera jednorodną dyspersję złuszczejących cząstek polimeru organicznego, zwłaszcza polietylenu o średnicy od 100–500 mikronów, a korzystnie do 150 do 300 mikronów.

W trakcie zabiegów kosmetycznych zawarte w kosmetykach kuleczki polietylenowe są splukiwane do ścieków i z powodu małych rozmiarów przedostają się do środowiska naturalnego, nie ulegają biodegradacji, a ponadto wykazują tendencję do absorbowania i bioakumulacji toksycznych substancji i chemicznych zanieczyszczeń, takich jak wielopierścieniowe węglowodory aromatyczne, polichlorowane bifenylole, czy dioksyny. Stwierdzono obecność mikrokuleczek polietylenowych w zooplanktonie i różnych gatunkach wodnych w łańcuchu pokarmowym już od jego najniższych poziomów troficznych.

W związku z tym Cosmetics Europe – europejskie stowarzyszenie branżowe w przemyśle kosmetyków i produktów higieny osobistej – w październiku 2015 roku zaleciło zaprzestanie do 2020 roku stosowania w produktach zmywalnych do złuszczenia i oczyszczania skóry, stałych cząstek z tworzyw, które nie są biodegradowalne w środowisku wodnym.

W chińskim opisie zgłoszenia CN105418944 ujawniono zastosowanie sferycznych mikrocząstek biodegradowalnego polimeru alginianu sodu lub alginianu sodu i skrobi mających średnicę cząstek od 0,01  $\mu\text{m}$  do 50  $\mu\text{m}$ , albo średnicę cząstek od 10  $\mu\text{m}$  do 1500  $\mu\text{m}$  w zależności od sposobu ich otrzymywania do kompozycji kosmetycznych jako środek złuszczejący.

Mikrocząstki z alginianu sodu otrzymano metodą suszenia rozpyłowego albo odparowania rozpuszczalnika z roztworu emulsyjnego alginianu. Według tego wynalazku metoda polega na wytworzeniu emulsji polimeru w fazie ciekłej, a emulgatorem może być alkohol poliwinylowy, żelatyna, a następnie wprowadzaniu do fazy ciekłej, jaką jest woda lub/i organiczny rozpuszczalnik organiczny, którym może być dichlorometan, chloroform, aceton, tetrahydrofuran, N, N-dimetyloformamidy, dimetylosulfotlenek, metanol, eter etylowy, izopropanol, eter naftowy lub n-heksany.

Celem wynalazku jest opracowanie prostego sposobu otrzymania skutecznej kompozycji kosmetycznej z biodegradowalną substancją ścierającą dla ograniczenia niekorzystnego wpływu produktów kosmetycznych na środowisko naturalne.

Sposób wytwarzania kompozycji polega na tym, że mikrocząstki otrzymuje się metodą ekstruzji, która polega na ciągłym dozowaniu roztworu polimeru alginianu sodu lub potasu albo roztworu polimeru alginianu sodu, lub potasu i skrobi przez otwór o średnicy od 0,08 mm do 1,00 mm, korzystnie dyszę lub igłę, pod ciśnieniem od 1,1 bara do 1,5 bara i natężeniu przepływu od 0,5 ml/min do 200 ml/min do naczynia z cieczą utwardzającą lub sieciującą poddaną jednocześnie wibracji o częstotliwości od 40 Hz do 6000 Hz i mieszaniu w temperaturze od 5°C do 40°C. Otrzymane mikrocząstki suszy się w temperaturze od 15°C do 30°C a następnie dodaje w ilości od 0,01% do 10,00% do mieszaniny zawierającej od 5% do 15% poliglukozydu kwasów oleju kokosowego (INCI: *Coco-Glucoside*), od 2% do 8% Polyquaternium-37 (INCI: *Polyquaternium-37*), od 2% do 8% gliceryny (INCI: *Glycerin*), od 1% do 4% polioksyetylenowanego 40 molami tlenu etylenu uwodornionego oleju rycynowego (INCI: *PEG-40 Hydrogenated Castor Oil*), kwas cytrynowy (do pH = 5,5) (INCI: *Citric Acid*), środki zapachowe (INCI: *Parfum*), uzupełnienie do 100% stanowiła woda (INCI: *Aqua*) i kwas cytrynowy (do pH = 5,5).

Korzystnie mieszanina zawiera od 0,5% do 5% ekstraktu z nagietka (INCI: *Calendula Officinalis Flower Extract*).

Korzystnie dozowaniu poddaje się roztwór polimeru alginianu sodu lub potasu o stężeniu od 0,1% do 5% w 0,5% do 2% roztworze chlorku sodu w wodzie albo w roztworze polimeru alginianu sodu lub potasu o stężeniu od 0,1% do 5% i skrobi o stężeniu od 0,1% do 5% w 0,5% do 2% roztworze chlorku sodu w wodzie.

Korzystnie cieczą utwardzającą lub sieciującą jest roztwór chlorku wapnia o stężeniu od 1% do 5%.

Najkorzystniej, gdy roztwór chlorku wapnia ma stężenie ok. 2%.

Wynalazek przedstawiono w przykładach wykonania, które nie stanowią ograniczenia wynalazku, lecz przedstawiają jego najkorzystniejszą realizację.

#### Przykład I

Do otrzymania sferycznych mikrocząstek z alginianu sodu zastosowano enkapsulator Buchi B395 Pro, który umożliwia uzyskanie szerokiego zakresu rozmiarów kapsulek mieszczących się w przedziale od 0,15 do 2,00 mm za pomocą wymiennych dysz o różnej średnicy. Sporządzono 1,5% roztwór alginianu sodu w wodzie, który mieszano na mieszadle magnetycznym do rozpuszczenia alginianu sodu. Tak otrzymany roztwór przeniesiono do butli ciśnieniowej enkapsulatora. Ustawiono parametry enkapsulatora wynoszące: częstotliwość wibracji 100 Hz, elektroda 1000 V, amplituda 5, ciśnienie 500 mbar. Średnica dyszy wynosiła 750 µm. Ustawiono szybkość przepływu tak, aby uzyskać symetryczne i stabilne rozproszenie strumienia mikrocząstek. Mikrocząstki otrzymane w wyniku wymuszonego przepływu zolu alginowego przez dyszę doprowadzono do żelowania w łaźni z 2% roztworem chlorku wapnia. Tak otrzymane mikrocząstki przepłukano wodą destylowaną i pozostawiono do wyschnięcia w temperaturze pokojowej. Otrzymane w taki sposób mikrocząstki z alginianu sodu przed wysuszeniem miały rozmiar  $1663,72 \pm 7,11 \mu\text{m}$ , natomiast po wysuszeniu  $747,31 \pm 7,11 \mu\text{m}$ .

Alternatywnie sporządzono 2% roztwór alginianu sodu w 0,9% roztworze chlorku sodu, który mieszano na mieszadle magnetycznym do rozpuszczenia alginianu sodu. Tak otrzymanym roztworem wypełniono strzykawkę, którą umieszczono 15 cm od powierzchni cieczy sieciującej – 2% roztworu chlorku wapnia. W wyniku wymuszonego przepływu zolu alginowego z igły o wymiarach 0,6 mm x 25 mm i doprowadzeniu do jego żelowania w łaźni z roztworem chlorku wapnia otrzymano sferyczne mikrocząstki z alginianu sodu. Mikrocząstki przepłukano wodą i pozostawiono do wyschnięcia.

Wytworzono żel do twarzy, zawierający 10% poliglukozydu kwasów oleju kokosowego (INCI: *Coco-Glucoside*), 5% Polyquaternium-37 (INCI: *Polyquaternium-37*), 5% gliceryny (INCI: *Glycerin*), 2% polioksyetylenowanego 40 molami tlenu etylenu uwodornionego oleju rycynowego (INCI: *PEG-40 Hydrogenated Castor Oil*), 1% ekstraktu z nagietka (INCI: *Calendula Officinalis Flower Extract*), 1% mikrocząstek z alginianu sodu (INCI: *Sodium Alginate*), kwas cytrynowy (do pH = 5,5) (INCI: *Citric Acid*), środki zapachowe (INCI: *Parfum*), uzupełnienie do 100% stanowiła woda (INCI: *Aqua*).

Zbadano wpływ na skórę otrzymanej kompozycji kosmetycznej, wykorzystując kolorymetr, korneometr, tewametr oraz sebumetr. Pomiarów kolorymetrycznych, korneometrycznych oraz tewametrycznych wykonano na przedramieniu, natomiast pomiary sebumetryczne na czole. Kompozycję kosmetyczną naniesiono na zwilżoną skórę, rozcierano kolistymi ruchami przez 3 minuty, spłukano wodą i osuszone. Następnie wykonano pomiary, a średnie z uzyskanych wyników przedstawiono w tabelach poniżej.

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku				
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h	2 h
5,33	5,97	5,38	5,22	5,35	5,42

T a b e l a 1. Zmierzony stopień podrażnienia (zaczerwienienia) skóry za pomocą sondy Skin-Colorimeter CL 400 firmy Courage+Khazaka, [jednostki własne].

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku				
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h	2 h
0	11,0	2,8	3,0	4,9	3,7

T a b e l a 2. Zmierzony stopień uwodnienia powierzchni skóry za pomocą sondy Corneometer CM 825 firmy Courage+Khazaka, [jednostki własne].

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku				
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h	2 h
6,2	15,4	6,3	5,3	6,1	6,2

T a b e l a 3. Zbadana jakość bariery naskórkowej za pomocą sondy Tewameter TM 300 firmy Courage+Khazaka, [g/h/m<sup>2</sup>].

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku			
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h
459	110	255	344	449

T a b e l a 4. Zmierzony stopień natłuszczenia skóry za pomocą sondy Sebumeter SM 815 firmy Courage+Khazaka, [jednostki własne].

Z przytoczonych danych wynika, że po zastosowaniu kompozycji kosmetycznej otrzymanej według przykładu I skóra została odtłuszczona, bariera naskórkowa po 10 minutach wróciła do poziomu sprzed aplikacji kompozycji, a zaczerwienienie i podrażnienie skóry nie wystąpiło. Ponadto nastąpiła poprawa nawilżenia skóry.

#### P r z y k ł a d II

Sporządzono roztwór 2% alginianu sodu i 2% skrobi w wodzie, który mieszano na mieszadle magnetycznym do rozpuszczenia. Tak otrzymany roztwór przeniesiono do butli ciśnieniowej enkapsulatora. Ustawiono parametry enkapsulatora wynoszące: częstotliwość wibracji 100 Hz, elektroda 2500 V, amplituda 6, ciśnienie 200 mbar. Średnica dyszy wynosiła 750 µm. Mikrocząstki otrzymane w wyniku wymuszonego przepływu zolu alginowego i skrobi przez dyszę doprowadzono do żelowania w łaźni z 2% roztworem chlorku wapnia. Tak otrzymane mikrocząstki przepłukano wodą destylowaną i pozostawiono do wyschnięcia w temperaturze pokojowej.

Następnie wytworzono żel do twarzy, zawierający 10% poliglukozydu kwasów oleju kokosowego (INCI: *Coco-Glucoside*), 5% Polyquaternium-37 (INCI: *Polyquaternium-37*), 5% gliceryny (INCI: *Glycerin*), 2% polioksyetylenowanego 40 molami tlenu etylenu uwodornionego oleju rycynowego (INCI: *PEG-40 Hydrogenated Castor Oil*), 1% ekstraktu z nagietka (INCI: *Calendula Officinalis Flower Extract*), 1% mikrocząstek z alginianu sodu (INCI: *Sodium Alginate*) i skrobi w proporcji 1 : 1, kwas cytrynowy (do pH = 5,5) (INCI: *Citric Acid*), środki zapachowe (INCI: *Parfum*), uzupełnienie do 100% stanowiła woda (INCI: *Aqua*).

Zbadano wpływ na skórę kompozycji kosmetycznej otrzymanej według przykładu II, wykorzystując kolorymetr, korneometr, tewametr oraz sebumetr. Pomiarów kolorymetrycznych, korneometrycznych oraz tewametrycznych wykonano na przedramieniu, natomiast pomiary sebumetryczne na czole. Kompozycję kosmetyczną naniesiono na zwilżoną skórę, rozcierano kolistymi ruchami przez 3 minuty, spłukano wodą i osuszono. Następnie wykonano pomiary, a średnie z uzyskanych wyników przedstawiono w tabelach poniżej.

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku				
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h	2 h
5,68	6,13	5,77	5,64	5,70	5,74

T a b e l a 5. Zmierzony stopień podrażnienia (zaczerwienienia) skóry za pomocą sondy Skin-Colorimeter CL 400 firmy Courage+Khazaka, [jednostki własne].

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku				
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h	2 h
0	15,0	4,4	5,2	4,4	3,1

T a b e l a 6. Zmierzony stopień uwodnienia powierzchni skóry za pomocą sondy Corneometer CM 825 firmy Courage+Khazaka, [jednostki własne].

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku				
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h	2 h
7,0	30,6	8,6	7,5	7,7	7,5

T a b e l a 7. Zbadana jakość bariery naskórkowej za pomocą sondy Tewameter TM 300 firmy Courage+Khazaka, [g/h/m<sup>2</sup>].

Pomiar przed aplikacją kosmetyku	Czas po aplikacji kosmetyku			
	Bezpośrednio po aplikacji	10 min	30 min	1 h
343	206	248	305	340

T a b e l a 8. Zmierzony stopień natłuszczenia skóry za pomocą sondy Sebumeter SM 815 firmy Courage+Khazaka, [jednostki własne].

Po zastosowaniu kompozycji kosmetycznej otrzymanej według przykładu II skóra została odtłuszczona, bariera naskórkowa po 15 minutach wróciła do poziomu sprzed aplikacji kompozycji, a zaczerwienienie i podrażnienie skóry nie wystąpiło. Ponadto nastąpiła poprawa nawilżenia skóry. Mikrocząsteczki na bazie alginianu sodu i skrobi jako substancja ścierająca nie działają negatywnie na parametry skóry, dlatego mogą znaleźć zastosowanie w recepturowaniu peelingów do celów kosmetycznych.

Naturalne pochodzenie alginianu sodu i skrobi czyni je bardzo atrakcyjnymi składnikami ze względu na cechy, takie jak: nietoksyczność i biodegradowalność. Zatem jego użycie w skali przemysłowej nie przyczyni się do zanieczyszczenia środowiska.

## Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kompozycji kosmetycznej do złuszczenia komórek naskórka w postaci żelu zawierającej mikrocząstki z alginianu sodu albo alginianu sodu i skrobi **znamienny tym**, że mikrocząstki otrzymuje się metodą ekstruzji, która polega na ciągłym dozowaniu roztworu polimeru alginianu sodu lub potasu albo roztworu polimeru alginianu sodu lub potasu i skrobi przez otwór o średnicy od 0,08 mm do 1,00 mm, korzystnie dyszę lub igłę, pod ciśnieniem od 1,1 bara do 1,5 bara i natężeniu przepływu od 0,5 ml/min do 200 ml/min do naczynia z cieczą utwardzającą lub sieciującą poddaną jednocześnie wibracji o częstotliwości od 40 Hz do 6000 Hz i mieszaniu w temperaturze od 5°C do 40°C, a otrzymane mikrocząstki suszy się w temperaturze od 15°C do 30°C, a następnie dodaje w ilości od 0,01% do 10,00% do mieszaniny zawierającej od 5% do 15% poliglukozydu kwasów oleju kokosowego (INCI: *Coco-Glucoside*), od 2% do 8% Polyquaternium-37 (INCI: *Polyquaternium-37*), od 2% do 8% gliceryny (INCI: *Glycerin*), od 1% do 4% polioksyetylenowanego 40 molami tlenu etylenu uwodornionego oleju rycynowego (INCI: *PEG-40 Hydrogenated Castor Oil*), środki zapachowe (INCI: *Parfum*), i uzupełnienia do 100% wodą (INCI: *Aqua*) i kwasem cytrynowym (INCI: *Citric Acid*) do pH = 5,5.
2. Sposób wytwarzania kompozycji kosmetycznej według zastrz. 1 **znamienny tym**, że mieszanina zawiera od 0,5% do 5% ekstraktu z nagietka (INCI: *Calendula Officinalis Flower Extract*).
3. Sposób wytwarzania kompozycji kosmetycznej według zastrz. 1 **znamienny tym**, że dozowaniu poddaje się roztwór polimeru alginianu sodu lub potasu o stężeniu od 0,1% do 5% w 0,5% do 2% roztworze chlorku sodu w wodzie albo w roztwór polimeru alginianu sodu lub potasu o stężeniu od 0,1% do 5% i skrobi o stężeniu od 0,1% do 5% w 0,5% do 2% w roztworze chlorku sodu w wodzie.
4. Sposób wytwarzania kompozycji kosmetycznej według zastrz. 1 **znamienny tym**, że cieczą utwardzającą lub sieciującą jest roztwór chlorku wapnia o stężeniu od 1% do 5%.
5. Sposób wytwarzania kompozycji kosmetycznej według zastrz. 4 **znamienny tym**, że roztwór chlorku wapnia ma stężenie ok. 2%.