



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115068350 A

(43) 申请公布日 2022.09.20

(21) 申请号 202210698614.6

(22) 申请日 2022.06.20

(71) 申请人 常州琉璃光生物科技有限公司  
地址 213000 江苏省常州市天宁区北塘河  
东路15号

(72) 发明人 李和伟

(51) Int. Cl.

A61K 8/02 (2006.01)

A61K 8/42 (2006.01)

A61K 8/37 (2006.01)

A61K 8/86 (2006.01)

A61K 8/9789 (2017.01)

A61K 8/34 (2006.01)

A61K 8/39 (2006.01)

A61K 8/49 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

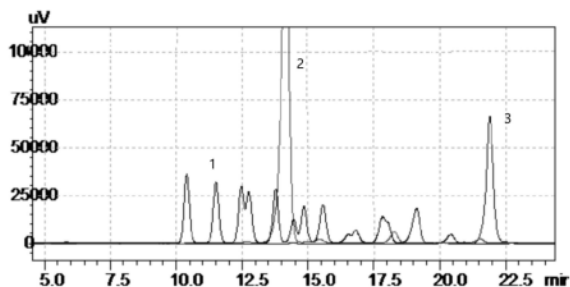
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种保质型清洁面膜及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于功效面膜制备技术领域,特别涉及一种保质型清洁面膜及其制备方法,保质型清洁面膜包括基布载体和负载于基布载体上的功能层,功能层包括温敏性水凝胶以及分散负载于温敏性水凝胶中的活性成分,温敏性水凝胶为温度下降时发生体积膨胀、温度上升时发生体积收缩的水凝胶。制备时,将包括活性成分、温敏性单体、交联剂、引发剂于分散溶剂中混合充分作为涂布料,将所得的涂布料涂布于基布载体上进行交联反应,反应结束后进行冻干操作。



1. 一种保质型清洁面膜,其特征在于:所述的保质型清洁面膜包括基布载体和负载于基布载体上的功能层,功能层包括温敏性水凝胶以及分散负载于温敏性水凝胶中的活性成分,温敏性水凝胶为温度下降时发生体积膨胀、温度上升时发生体积收缩的水凝胶。

2. 一种如权利要求1所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:所述的制备方法为,将包括活性成分、温敏性单体、交联剂、引发剂于分散溶剂中混合充分作为涂布料,将所得的涂布料涂布于基布载体上后进行交联反应,反应结束后进行冻干操作,即得到保质型清洁面膜。

3. 如权利要求2所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:所述的活性成分为在潮湿环境下易变质、失效的功效物质。

4. 如权利要求2所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:所述的温敏性单体为N-异丙基丙烯酰胺、N-异丙基甲基丙烯酰胺、2-甲基-2-丙烯酸-2-(2-甲氧基乙氧基)乙酯、甲氧基聚乙二醇甲基丙烯酸酯、丙烯酸羟丙酯中的一种或几种。

5. 如权利要求2所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:所述的交联剂为乙二醇二甲基丙烯酸酯、N,N'-亚甲基双丙烯酰胺、聚乙二醇二丙烯酸酯中的一种或几种。

6. 如权利要求2所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:所述的分散溶剂为甘油、油醇,辛酸/癸酸甘油三酯、聚甘油-10甘油酯、聚甘油-10-硬脂酸酯、聚山梨醇酯80中的一种或几种。

7. 如权利要求2所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:按重量份数计算,所述活性成分、所述温敏性单体、所述交联剂、所述引发剂、所述分散溶剂的投加比例为1~20:50~100:2~10:0.5~1:5~120。

8. 如权利要求2所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:将包括活性成分、温敏性单体、交联剂、引发剂于分散溶剂中混合充分、将涂布料涂布于基布载体上并发生交联反应,均在保护气氛下进行。

9. 如权利要求2所述的保质型清洁面膜的制备方法,其特征在于:所述的冻干操作为,将交联反应后的基布载体转移至-70℃~5℃的环境下冷冻充分后,先在真空度为1Pa~1000Pa的条件下,升温至比冷冻温度高出10℃~20℃后保持1~4小时,保持真空度不变,继续升温50℃~75℃后保持1~4小时。

10. 一种如权利要求1所述的保质型清洁面膜的应用,其特征在于:所述的应用为,敷用时向所述的保质型清洁面膜上加水。

## 一种保质型清洁面膜及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于功效面膜制备技术领域,特别涉及一种保质型清洁面膜及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 虽然很多面膜作为商品在使用前都是密封包装保存的,但考虑到一些包装在密封性上不是很理想,或者在存放过程中包装受到破坏而影响了其密封性,这同样会导致面膜在存放过程中与外部相接触,而影响到面膜中活性物质的有效性和利用率。因此,是否可以从面膜自身出发,通过对其改性,来避免环境对面膜中活性物质的影响,从而有可能在不久的将来降低面膜产品对包装体的要求和依赖。

### 发明内容

[0003] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种保质型清洁面膜及其制备方法,保质型清洁面膜包括基布载体和负载于基布载体上的功能层,功能层包括温敏性水凝胶以及分散负载于温敏性水凝胶中的活性成分,温敏性水凝胶为温度下降时发生体积膨胀、温度上升时发生体积收缩的水凝胶,

[0004] 制备方法为:

[0005] 将包括活性成分、温敏性单体、交联剂、引发剂于分散溶剂中混合充分作为涂布料,将所得的涂布料涂布于基布载体上进行交联反应,反应结束后进行冻干操作,即得到保质型清洁面膜,

[0006] 作为优选:活性成分选自在潮湿环境下易变质、失效的功效物质,如多肽类成分,酚类成分,皂苷类成分等,

[0007] 温敏性单体选自N-异丙基丙烯酰胺、N-异丙基甲基丙烯酰胺、2-甲基-2-丙烯酸-2-(2-甲氧基乙氧基)乙酯、甲氧基聚乙二醇甲基丙烯酸酯、丙烯酸羟丙酯中的一种或几种,

[0008] 交联剂选自乙二醇二甲基丙烯酸酯、N,N'-亚甲基双丙烯酰胺、聚乙二醇二丙烯酸酯中的一种或几种,

[0009] 作为优选:分散溶剂选自甘油、油醇,辛酸/癸酸甘油三酯、聚甘油-10甘油酯、聚甘油-10-硬脂酸酯、聚山梨醇酯80中的一种或几种,

[0010] 按重量份数计算,活性成分、温敏性单体、交联剂、引发剂、分散溶剂的投加比例为1~20:50~100:2~10:0.5~1:5~120,

[0011] 作为优选:将包括活性成分、温敏性单体、交联剂、引发剂于分散溶剂中混合充分、将涂布料涂布于基布载体上并发生交联反应,均在保护气氛下进行,

[0012] 交联反应为,将涂有涂布料的基布载体置于60℃~80℃的热环境下保持1~24小时,

[0013] 冻干操作为,将交联反应后的基布载体转移至-70℃~5℃的环境下冷冻充分后,在负压条件下进行升温处理,具体为,冷冻充分后,先在真空度(绝对真空度,下同)为1Pa~

1000Pa的条件下,升温至比冷冻温度高出10℃~20℃后保持1~4小时,保持真空度不变,继续升温50℃~75℃后保持1~4小时,

[0014] 使用时向保质型清洁面膜上加水。

[0015] 本发明的有益效果在于:

[0016] 将温敏性水凝胶作为面膜的功能成分之一,水凝胶具有良好的保水能力,并且本方案中选用具有温敏功能的水凝胶,在与活性成分混合在一起的情况下,温敏水凝胶交联制备完成后经过冻干处理,主要是为了,在冻干过程中伴随着温度回升至常温,温敏水凝胶于分散溶剂中发生一定程度的收缩,使功能层体系中一部分原本能顺利接触到外界的活性成分被包在或者说更进一步地限制在了水凝胶内,即减少了外部空气对这部分活性成分的接触影响,也就更有利于避免这部分活性成分受潮、变质,有利于长期保存,

[0017] 虽然温敏性水凝胶在作为给药载体的时候,在其受热收缩时更多是将原本分散在水凝胶体系中的药物活性成分挤出、实现释药。但是本方案中,温敏水凝胶中所含的不是水溶液,而是在常温下粘度(沸点)明显比水溶液要大的有机混合体系,并且其所经历的升温过程也不是一般意义的受热,而是冻干操作中由冷冻状态升温至常温的过程。在冻干的升温阶段,有很大一部分该有机混合物在由固态转化为液态的过程中,由于粘度大,还没来得及排出水凝胶中的容纳结构,就被水凝胶包裹、限制住了,从而实现隔离保护。

[0018] 使用过程中再向面膜的功能层中加水,并将面膜敷在皮肤上,虽然人体皮肤散发一定的热量有可能导致面膜温度略高于常温而使其中的温敏水凝胶发生进一步收缩,但是水凝胶自身分子结构上本身含有大量的亲水基团,之前面膜为无水状态,此时一旦有水介入后,水依然能顺利进入到水凝胶中使水凝胶大幅溶胀,不仅没有受皮肤温度的影响,水凝胶还会通过溶胀行为将限制在其中的那部分活性成分重新释放,总体上不会影响皮肤对活性成分的吸收。

[0019] 本方案中选择的分散溶剂为具有肤感剂功能的有机物,不仅起到溶剂的作用,(由于这些溶剂物质沸点较高,冻干操作基本不会减少其在面膜中的含量)面膜制备完成后留在面膜上可直接作为肤感剂使用。

## 附图说明

[0020] 图1为对实施例1制备的面膜进行成分分析时的液相色谱,其中,谱线1为实施例1的试样被检测到的谱线,谱线2代表矢车菊素-3-O-葡萄糖苷的对照样,谱线3代表不含糖苷的矢车菊素的对照样。

## 具体实施方式

[0021] 花青素作为皮肤营养素,具有很强的抗氧化、消除自由基的作用,还能够恢复胶原蛋白活力,增强血管弹性、改善循环系统,使皮肤平滑而富有弹性、防止皮肤皱纹生成,但同时又很容易受到环境影响而氧化失效。因此本申请各实施例中,以含有花青素的欧洲越橘提取物作为活性成分来制备面膜的功能层,从而比较不同冻干工艺下的凝胶体对花青素的保护程度。

[0022] 以下的欧洲越橘提取物均为,将欧洲越橘果实加入乙醇的水溶液中进行常温超声提取,提取结束后过滤并保留滤液,将滤液经过大孔吸附树脂柱吸附后,经过洗脱并冻干,

得到欧洲越橘果实提取物。

[0023] 实施例1

[0024] 按重量份数计算,将6份的欧洲越橘提取物、58份的2-甲基-2-丙烯酸-2-(2-甲氧基乙氧基)乙酯、7份的乙二醇二甲基丙烯酸酯、0.5份的偶氮二异丁腈、12份的甘油、10份的油醇、8份的聚甘油-10-硬脂酸酯于37℃左右混合充分作为涂布料,将所得的涂布料均匀刷涂于无纺布的其中一个布面上,平均涂布量为15g/m<sup>2</sup>,将涂布好的无纺布转移至70℃的烘箱中保持8小时,随炉冷却后(组分混合、涂布、涂布后的烘箱加热交联均在氮气气氛中进行),将该无纺布转移至真空冷冻干燥机中,先于常压-45℃下冷冻2小时,再将冷冻干燥机中的真空度调整为50Pa、温度升至-25℃下保持4小时,然后保持冷冻干燥机中的真空度不变、温度升至30℃保持1小时,即得到保质型清洁面膜。

[0025] 实施例2

[0026] 按重量份数计算,将4份的欧洲越橘提取物、16份的N-异丙基甲基丙烯酰胺、35份的甲氧基聚乙二醇甲基丙烯酸酯、3.5份的N,N'-亚甲基双丙烯酰胺、0.8份的偶氮二异丁腈、15份的辛酸/癸酸甘油三酯、10份的聚山梨醇酯80于40℃左右混合充分作为涂布料,将所得的涂布料均匀刷涂于无纺布的其中一个布面上,平均涂布量为12g/m<sup>2</sup>,将涂布好的无纺布转移至65℃的烘箱中保持9.5小时,随炉冷却后(组分混合、涂布、涂布后的烘箱加热交联均在氮气气氛中进行),将该无纺布转移至真空冷冻干燥机中,先于常压-60℃下冷冻2小时,再将冷冻干燥机中的真空度调整为10Pa、温度升至-32℃下保持2小时,然后保持冷冻干燥机中的真空度不变、温度升至25℃保持2小时,即得到保质型清洁面膜。

[0027] 实施例3

[0028] 按重量份数计算,将13份的欧洲越橘提取物、70份的2-甲基-2-丙烯酸-2-(2-甲氧基乙氧基)乙酯、18份的丙烯酸羟丙酯、6份的乙二醇二甲基丙烯酸酯、0.5份的偶氮二异丁腈、20份的油醇、15份的辛酸/癸酸甘油三酯于35℃左右混合充分作为涂布料,将所得的涂布料均匀刷涂于无纺布的其中一个布面上,平均涂布量为15g/m<sup>2</sup>,将涂布好的无纺布转移至65℃的烘箱中保持8小时,随炉冷却后(组分混合、涂布、涂布后的烘箱加热交联均在氮气气氛中进行),将该无纺布转移至真空冷冻干燥机中,先于常压-50℃下冷冻4小时,再将冷冻干燥机中的真空度调整为5Pa、温度升至-25℃下保持2小时,然后保持冷冻干燥机中的真空度不变、温度升至25℃保持2小时,即得到保质型清洁面膜。

[0029] 对比实施例1

[0030] 相比于实施例1,仅仅是将混合后的涂布料先进行冻干操作后,再进行加热交联:

[0031] 按重量份数计算,将6份的欧洲越橘提取物、58份的2-甲基-2-丙烯酸-2-(2-甲氧基乙氧基)乙酯、7份的乙二醇二甲基丙烯酸酯、0.5份的偶氮二异丁腈、12份的甘油、10份的油醇、8份的聚甘油-10-硬脂酸酯于37℃左右混合充分作为涂布料,将所得的涂布料(包括后续涂布所要用的无纺布分别)于真空冷冻干燥机中,先于常压-45℃下冷冻2小时,再将冷冻干燥机中的真空度调整为50Pa、温度升至-25℃下保持4小时,然后保持冷冻干燥机中的真空度不变、温度升至30℃保持1小时,恢复常压后取出涂布料,并均匀刷涂于无纺布的其中一个布面上,平均涂布量为15g/m<sup>2</sup>,将涂布好的无纺布转移至70℃的烘箱中保持8小时,随炉冷却后(组分混合、涂布、涂布后的烘箱加热交联均在氮气气氛中进行),即得到保质型清洁面膜。

## [0032] 对比实施例2

[0033] 相比于实施例2,仅仅是将混合后的涂布料先进行冻干操作后,再进行加热交联:

[0034] 按重量份数计算,将4份的欧洲越橘提取物、16份的N-异丙基甲基丙烯酰胺、35份的甲氧基聚乙二醇甲基丙烯酸酯、3.5份的N,N'-亚甲基双丙烯酰胺、0.8份的偶氮二异丁腈、15份的辛酸/癸酸甘油三酯、10份的聚山梨醇酯80于40℃左右混合充分作为涂布料,将所得的涂布料(包括后续涂布所要用到的无纺布分别)于真空冷冻干燥机中,先于常压-60℃下冷冻2小时,再将冷冻干燥机中的真空度调整为10Pa、温度升至-32℃下保持2小时,然后保持冷冻干燥机中的真空度不变、温度升至25℃保持2小时,恢复常压后取出涂布料,并均匀刷涂于无纺布的其中一个布面上,平均涂布量为12g/m<sup>2</sup>,将涂布好的无纺布转移至65℃的烘箱中保持9.5小时,随炉冷却后(组分混合、涂布、涂布后的烘箱加热交联均在氮气气氛中进行),即得到保质型清洁面膜。

## [0035] 对比实施例3

[0036] 相比于实施例3,仅仅是将混合后的涂布料先进行冻干操作后,再进行加热交联:

[0037] 按重量份数计算,将13份的欧洲越橘提取物、70份的2-甲基-2-丙烯酸-2-(2-甲氧基乙氧基)乙酯、18份的丙烯酸羟丙酯、6份的乙二醇二甲基丙烯酸酯、0.5份的偶氮二异丁腈、20份的油醇、15份的辛酸/癸酸甘油三酯于35℃左右混合充分作为涂布料,将所得的涂布料(包括后续涂布所要用到的无纺布分别)于真空冷冻干燥机中,先于常压-50℃下冷冻4小时,再将冷冻干燥机中的真空度调整为5Pa、温度升至-25℃下保持2小时,然后保持冷冻干燥机中的真空度不变、温度升至25℃保持2小时,恢复常压后取出涂布料,并均匀刷涂于无纺布的其中一个布面上,平均涂布量为15g/m<sup>2</sup>,将涂布好的无纺布转移至65℃的烘箱中保持8小时,随炉冷却后(组分混合、涂布、涂布后的烘箱加热交联均在氮气气氛中进行),即得到保质型清洁面膜。

[0038] 将以上各实施例、对比实施例中制备的清洁面膜,功能层一面朝上地暴露于空气环境中(常温25℃(下同)、常压的空置房间内)4日(96小时)后,分别从各清洁面膜上剪下1cm×1cm的尺寸作为试样,为了尽量使该试样上的花青素脱离无纺布,将各个试样分别加入到10mL乙醇与去离子水的体积比为7:3的均匀混合溶剂中并搅拌充分,使试样上的功能层脱离无纺布并分散溶解在该混合溶剂中,过滤,保留滤液,并将过滤出来的无纺布再次加入到10mL乙醇与去离子水的体积比为7:3的均匀混合溶剂中并搅拌充分,过滤出无纺布后,合并两次滤液,离心,取上清液并过0.22μm滤膜,即得试样溶液,

[0039] 取10μl的试样溶液注入高效液相色谱仪中进行检测,记录在535nm波长处的色谱图,从而基于试样溶液和对照样溶液中目标成分的峰面积,通过相应的计算机程序运算,即得出产品中保留下来的花青素(从附图1中来看,主要以矢车菊素-3-O-葡萄糖苷为例)的含量(花青素与功能层整体的重量比),如下表1所示:

## [0040] 表1

[0041]

实施例1	1.28%
实施例2	1.15%
实施例3	2.17%
对比实施例1	0.91%
对比实施例2	0.75%

对比实施例3	1.44%
--------	-------

[0042] 数据分析:虽然以上各实施例和对比实施例中均存在冻干操作,但对比例中先进行冻干,类似于直接对原料混合物进行的冻干处理,其中,冷冻阶段结束后物料温度上升时,体系中的温敏单体之间尚未有效地交联到一起形成温敏水凝胶体系,因此无法同实施例1至3中那样,借助冻干后期温度的上升,使水凝胶体系收缩从而将一部分活性成分限制进去形成一定的封锁和保护,因此导致产品在经过暴露实验后,相比于各实施例,体系中有更多的活性成分受到空气环境的影响而变质。

[0043] 于上述经过暴露实验后的实施例1至3的各清洁面膜上,再分别剪下10cm×10cm的尺寸作为试样,将各个试样分别加入(浸没)到25mL去离子水中常温下静置浸润20分钟后,再向其中加入25mL乙醇与去离子水的体积比为9:1的均匀混合溶剂,静置5分钟后过滤出无纺布,将过滤后的滤液离心,取上清液并过0.22μm滤膜,即得试样溶液,按照上述同样的液相色谱法得出滤液中所溶出的花青素与功能层整体的重量比(溶出含量),如下表2所示:

[0044] 表2

[0045]	实施例1	1.03%
	实施例2	0.88%
	实施例3	1.76%

[0046] 表2中各溶出含量分别对应于表1中相应固有含量的比重都保持在较高百分比,都在70%~80%这样,符合面膜正常的溶出范围,可见,在静态条件下,活性成分依然可以顺利溶出被吸收。

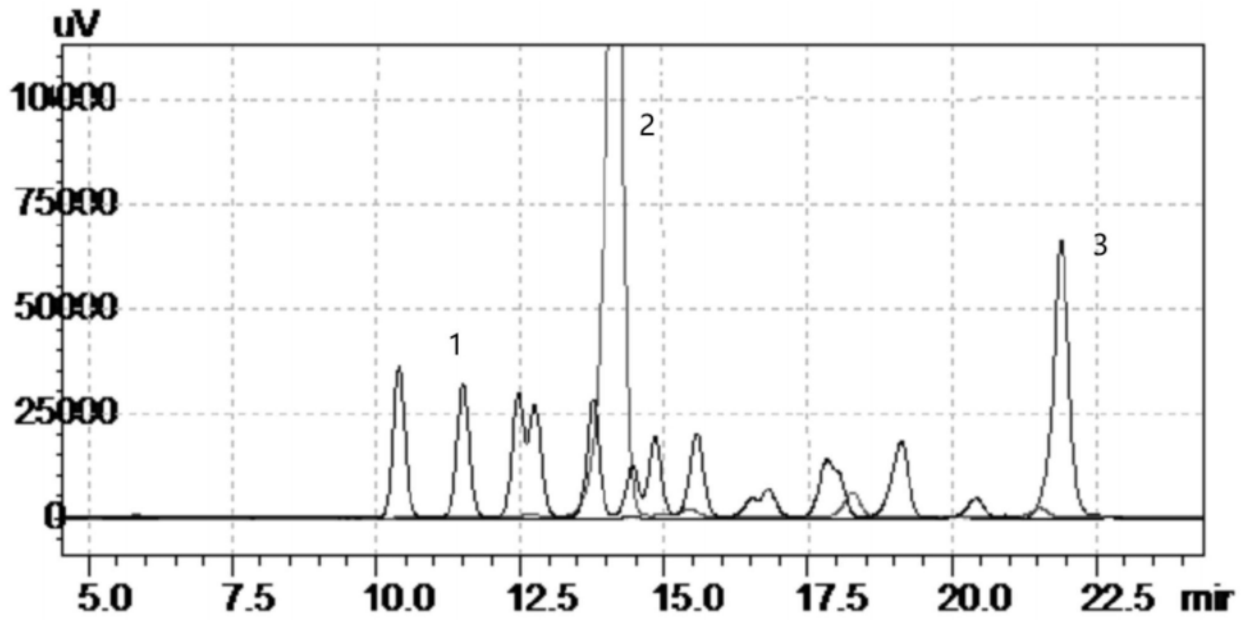


图1