



(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)



1-0033890

(51)¹⁹ A61Q 5/00; A61K 8/49; A61K 8/67; (13) B
A61Q 5/02; A61K 8/81; A61K 8/46;
A61K 8/73

(21) 1-2019-05376

(22) 22/03/2018

(86) PCT/EP2018/057379 22/03/2018

(87) WO2018/177903 04/10/2018

(30) 17163752.3 30/03/2017 EP

(45) 25/11/2022 416

(43) 25/12/2019 381A

(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

Port Sunlight, Wirral, Merseyside, CH62 4ZD, United Kingdom

(72) TURNER Graham Andrew (GB); SMITH Christopher Francis (GB).

(74) Công ty TNHH Trần Hữu Nam và Đồng sự (TRAN H.N & ASS.)

(54) CHẾ PHẨM LÀM SẠCH CÁ NHÂN KHÁNG VI SINH VẬT

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm sạch cá nhân kháng vi sinh vật chứa:

- (i) pha liên tục hệ nước gồm một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion;
- (ii) pha phân tán chứa các hạt phân tán kẽm pyrithion (ZPT);
- (iii) polyme tạo cấu trúc cho pha liên tục hệ nước được chọn từ các polyme nhũ tương acrylic trương nở trong chất kiềm (ASE) liên kết ngang; và
- (iv) niacinamit với lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 20%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm,
trong đó polyme tạo cấu trúc được chọn từ các copolyme liên kết ngang của axit (met)acrylic với một hoặc nhiều C₁-C₅ alkyl este của axit (met)acrylic.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm sạch cá nhân kháng vi sinh vật như xà phòng dạng lỏng, sữa tắm và dầu gội đầu.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Kẽm pyrithion (hoặc ZPT) là chất kháng vi sinh vật, có tác dụng chống lại cả vi khuẩn gram dương và gram âm, cũng như nấm và men vi sinh vật. Nó được sử dụng rộng rãi trong các chế phẩm làm sạch cá nhân kháng vi sinh vật, chẳng hạn như dầu gội trị gàu (AD). Thông thường, các hạt phân tán ZPT ở dạng lơ lửng trong dầu gội đầu, sau đó nó được cấp lên tóc để lắng các hạt ZPT trên tóc và da đầu.

Việc tối đa hóa khả năng phân phối ZPT trong quá trình làm sạch là nhiệm vụ khó khăn vì hầu hết các chế phẩm làm sạch cá nhân được thiết kế để mang đi các hạt trên da hoặc trên tóc.

Theo đó, những nỗ lực đã được thực hiện để làm tăng hiệu quả kháng vi sinh vật của ZPT, ví dụ như việc làm tăng cường sự phát tán và hoạt tính sinh học của nó trên da đầu.

Sự kết hợp của niacinamit đã được xác định là phương pháp có tiềm năng làm tăng hiệu quả kháng vi sinh vật của ZPT trong khuôn khổ của dầu gội trị gàu. Tuy nhiên, việc kết hợp niacinamit (đặc biệt là ở hàm lượng cao) có thể làm suy giảm các thuộc tính của sản phẩm, ví như độ nhớt và độ ổn định vật lý của dầu gội đầu.

Sáng chế này nhằm giải quyết vấn đề trên.

Đơn sáng chế Đức DE 102006032505 mô tả chế phẩm làm sạch chứa chất hoạt động bề mặt gồm có dầu thầu dầu được hydro hóa để làm ổn định thành phần trị gàu không hòa tan trong chế phẩm làm sạch.

Chế phẩm được cho là cung cấp khả năng làm sạch hoàn toàn và nhẹ nhàng, không tách pha, không làm thay đổi độ nhớt và không làm thay đổi quá trình tạo bọt khi bảo quản.

WO2017/042004 mô tả chế phẩm làm sạch cá nhân có độ pH từ 4,5 đến 5,1 và chứa pha nước gồm chất hoạt động bề mặt làm sạch anion cụ thể, chất có lợi được phân tán cụ thể và polyme nhũ tương trương nở trong chất kiềm, có thể được biến đổi kỵ nước.

Bằng sáng chế Hàn Quốc số 20120051199 mô tả chế phẩm chăm sóc tóc chứa kẽm pyrithion, panthenol, biotin và axit nicotinic.

US2015/0065476 mô tả chế phẩm chăm sóc da đầu chứa chất mang dễ bay hơi, chất điều chỉnh lưu biến polyme và chất có lợi cho da đầu dạng hạt, chế phẩm này được làm mỏng và có độ nhớt cắt xác định.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

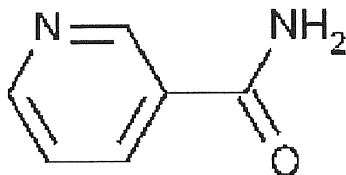
Mục đích của sáng chế này là đề xuất chế phẩm làm sạch cá nhân kháng vi sinh vật chứa:

- (i) pha liên tục hệ nước chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion;
- (ii) pha phân tán chứa các hạt phân tán kẽm pyrithion (ZPT);
- (iii) polyme tạo cấu trúc cho pha liên tục hệ nước được chọn từ các polyme nhũ tương acrylic trương nở trong chất kiềm (ASE) liên kết ngang; và
- (iv) niacinamit với lượng nằm trong khoảng từ 3% trọng lượng đến 20% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm,

Trong đó polyme tạo cấu trúc được chọn từ các copolyme liên kết ngang của axit (met)acrylic với một hoặc nhiều alkyl este có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon của axit (met)acrylic.

Mô tả chi tiết sáng chế

Niacinamit, còn được gọi là nicotinamit, là dạng tan trong nước của vitamin B3 và có cấu trúc được đưa ra dưới đây:



Trong tài liệu này, thuật ngữ “hòa tan” có nghĩa là có độ hòa tan lớn hơn 0,1g/100mL ở 20°C. Lượng niacinamid trong chế phẩm của sáng chế này phù hợp với lượng ít nhất là 3%, và tốt hơn là ít nhất 5%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm. Trong chế phẩm điển hình theo sáng chế này, lượng niacinamid thường nằm trong khoảng từ 3 đến 20% và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 15%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Chế phẩm theo sáng chế này chứa pha liên tục hệ nước (i) gồm một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion.

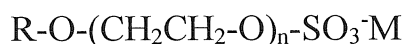
“Pha liên tục hệ nước” có nghĩa là pha liên tục mà có nước là thành phần căn bản. Một cách phù hợp, chế phẩm theo sáng chế sẽ chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 90%, tốt hơn là từ 55% đến 85%, tốt hơn nữa là từ 60% đến 85%, và tốt nhất là từ 65% đến 83% (tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Thông thường, các chất hoạt động bề mặt làm sạch anion sử dụng trong sáng chế bao gồm các chất hoạt động bề mặt chứa nhóm hữu cơ kỵ nước có từ 8 đến 14 nguyên tử cacbon, tốt hơn là từ 10 đến 14 nguyên tử cacbon trong cấu trúc phân tử của chúng; và có ít nhất một nhóm hòa tan trong nước được ưu tiên chọn từ sulfat, sulfonat, sarcosinat và isethionat.

Ví dụ cụ thể của các chất hoạt động bề mặt làm sạch anion này bao gồm amoni lauryl sulfat, amoni laureth sulfat, trimetylamin lauryl sulfat, trimetylamin laureth sulfat, trietanolamin lauryl sulfat, trimetyletanolamin laureth sulfat, monoetanolamin lauryl sulfat, monoetanolamin laureth sulfat, dietanolamin lauryl sulfat, dietanolamin laureth sulfat, lauric monoglyxerit natri sulfat, natri lauryl sulfat, natri laureth sulfat, kali lauryl sulfat, kali laureth sulfat,

natri lauryl sarcosinat, natri lauroyl sarcosinat, lauryl sarcosin, amoni cocoyl sulfat, amoni lauroyl sulfat, natri cocoyl sulfat, natri lauryl sulfat, kali cocoyl sulfat, kali lauryl sulfat, monoetanolamin cocoyl sulfat, monoetanolamin lauryl sulfat, natri tridexyl benzen sulfonat, natri dodexyl benzen sulfonat, natri cocoyl isethionat và hỗn hợp của chúng.

Nhóm chất hoạt động bề mặt làm sạch anion được ưu tiên để sử dụng trong sáng chế là alkyl ete sulfat có công thức chung:



Trong đó R là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, có từ 10 đến 14 nguyên tử cacbon, n là số nguyên thể hiện mức etoxyl hóa trung bình và nằm trong khoảng từ 1 đến 5, tốt hơn là từ 1 đến 3, và M là kim loại kiềm, amoni hoặc alkanolamoni cation, tốt hơn là natri, kali, monoetanolamoni hoặc trietanolamoni, hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ cụ thể về các chất hoạt động bề mặt làm sạch anion được ưu tiên nêu trên bao gồm muối natri, kali, amoni hoặc etanolamin của C₁₀ - C₁₂ alkyl sulfat và C₁₀ - C₁₂ alkyl ete sulfat (ví dụ như natri lauryl ete sulfat).

Hỗn hợp của bất kỳ chất nào mô tả ở trên cũng có thể được sử dụng.

Trong chế phẩm điển hình theo sáng chế, lượng chất hoạt động bề mặt làm sạch anion thường sẽ nằm trong khoảng từ 8% đến 25%, và tốt hơn là từ 10% đến 16%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Trong chế phẩm được ưu tiên theo sáng chế, chất hoạt động bề mặt làm sạch anion là natri lauryl ete sulfat có mức etoxyl hóa trung bình là 1 (1EO), ở lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 16% (tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

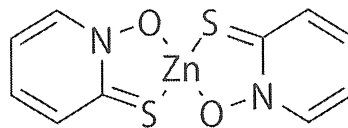
Tốt hơn là, pha liên tục hệ nước của chế phẩm theo sáng chế cũng chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, ngoài chất hoạt động bề mặt làm sạch anion được mô tả ở trên. Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính thích hợp là betain, như các chất có công thức chung R(CH₃)₂N⁺CH₂COO⁻, trong đó R

là nhóm alkyl hoặc alkylamidoalkyl, nhóm alkyl tốt hơn là có từ 10 đến 16 nguyên tử cacbon. Cụ thể, các betain phù hợp là oleyl betain, caprylamidopropyl betain, lauramidopropyl betain, isostearylamidopropyl betain, và cocoamidopropyl betain. Hỗn hợp của bất kỳ chất nào được mô tả ở trên cũng có thể phù hợp. Cocoamidopropyl betain được đặc biệt ưu tiên.

Khi được đưa vào, tổng lượng chất hoạt động bề mặt lưỡng tính tốt hơn là từ 0,1 đến 10%, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 5%, và tốt nhất là từ 1 đến 3% (tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Chế phẩm làm sạch cá nhân kháng vi sinh vật theo sáng chế chứa pha phân tán (ii) gồm các hạt phân tán kẽm pyrithion (ZPT).

Kẽm pyrithion (ZPT) có cấu trúc hóa học sau:



Các hạt ZPT có thể ở dạng vô định hình, hoặc có thể ở dạng tinh thể có hình thái đều đặn hoặc không đều như dạng hình que, kim, khối, cầu và sự kết hợp các dạng với nhau. Đường kính hạt trung bình của các hạt ZPT (kích thước tối đa) như được xác định nằm trong khoảng từ 0,1 đến 50 μm , tốt hơn là từ 0,1 μm đến 10 μm , tốt hơn nữa là từ 0,1 μm đến 5 μm , ví dụ như sử dụng tán xạ laze Horiba LA-910 phân tích phân bố kích thước hạt.

Lượng ZPT trong chế phẩm theo sáng chế thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% và tốt hơn là từ 0,2 đến 2%, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5% (tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Tốt hơn là, chế phẩm theo sáng chế còn chứa thêm một hoặc nhiều polyme cation. Các polyme này có thể làm tăng cường việc phân phối các chất dưỡng và do đó cải thiện các lợi ích dưỡng thu được.

Các polyme cation phù hợp để sử dụng trong sáng chế có mật độ điện tích cation nằm trong khoảng từ 0,3 đến 4 meq/g, tốt hơn là từ 0,4 đến 3,5 meq/g.

Thuật ngữ "mật độ điện tích cation" trong phạm vi của sáng chế này đề cập đến tỷ lệ giữa số lượng điện tích dương trên một đơn vị monome, trong đó polyme được cấu thành từ trọng lượng phân tử của đơn vị monome. Mật độ điện tích được nhân lên với trọng lượng phân tử polyme chỉ ra số lượng vị trí điện tích dương trên chuỗi polyme đó. Mật độ điện tích cation có thể được xác định theo hương pháp Kjeldahl. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ xác nhận rằng mật độ điện tích của các polyme có chứa nhóm chức amino có thể thay đổi tùy theo độ pH và điểm đẳng điện của các nhóm amino. Mật độ điện tích cần nằm trong những giới hạn trên tại độ pH được dự kiến sử dụng.

Các polyme cation phù hợp để sử dụng trong sáng chế này bao gồm các dẫn xuất polysacarit cation, như dẫn xuất xenluloza cation, dẫn xuất tinh bột cation và dẫn xuất gôm guar cation.

Dẫn xuất polysacarit cation được ưu tiên sử dụng trong sáng chế này bao gồm dẫn xuất gôm guar cation và dẫn xuất xenluloza cation.

Ví dụ về các dẫn xuất gôm guar cation được ưu tiên sử dụng trong sáng chế bao gồm guar hydroxypropyltrimetylamoni clorua. Guar hydroxypropyltrimetylamoni clorua sử dụng trong sáng chế này thường bao gồm trực chính guar gum không ion, được chức năng hóa với nhóm 2-hydroxypropyltrimetylamoni clorua liên kết ete, và thường được điều chế bằng phản ứng guar gum với N-(3-clo-2- hydroxypropyl) trimetylamoni clorua.

Guar hydroxypropyltrimetylamoni clorua sử dụng trong sáng chế thường có trọng lượng phân tử trung bình (khối lượng phân tử trung bình tính theo trọng lượng (Mw) được xác định theo phương pháp sắc ký loại trừ kích thước) nằm trong khoảng từ 500000 đến 3 triệu g/mol, tốt hơn nữa là từ 800000 đến 2,5 triệu g/mol.

Guar hydroxypropyltrimetylamoni clorua sử dụng trong sáng chế thường có mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,8 meq/g.

Ví dụ về các dẫn xuất xenluloza cation được ưu tiên sử dụng trong sáng chế bao gồm poly(1,2-oxyetanedyl)-2-hydroxy-3-trimetylamoni propyl clorua xenluloza ete (INCI: Polyquaternium-10).

Hỗn hợp của bất kỳ polyme cation nào được mô tả ở trên cũng có thể được sử dụng.

Trong chế phẩm điển hình theo sáng chế này, lượng polyme cation thường nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5%, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,2%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Trong chế phẩm theo sáng chế này, được ưu tiên là một hoặc nhiều polyme cation được chọn từ guar hydroxypropyltrimethylamoni clorua có Mw nằm trong khoảng từ 800000 đến 2,5 triệu g/mol và mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,8 meq/g; với lượng nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,2% (tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Chế phẩm theo sáng chế chứa polyme tạo cấu trúc (iii) cho pha liên tục hệ nước, được chọn từ polyme nhũ tương acrylic trương nở trong chất kiềm liên kết ngang.

Các polyme nhũ tương acrylic trương nở trong chất kiềm (polyme ASE) là các copolyme có chứa carboxyl được điều chế bằng phản ứng polyme hóa bổ sung monome không bão hòa etylen. Các polyme không hòa tan trong nước ở độ pH thấp, nhưng khi trung hòa với bazơ thì chúng thể hiện sự giãn nở chuỗi và đồng thời hòa tan ở độ pH lớn hơn 6.

Polyme ASE được ưu tiên để sử dụng làm polyme tạo cấu trúc (iii) trong sáng chế có thể được điều chế bằng phản ứng polyme hóa bổ sung hỗn hợp monome bao gồm ba thành phần monome có thể polyme hóa.

Axit carboxylic không bão hòa có chứa các monome được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn là lượng axit carboxylic không bão hòa có chứa monome nằm trong khoảng từ 20 đến 80%, tốt hơn nữa là từ 25 đến 70%, và tốt nhất là từ 35 đến 65%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của tất cả các đơn monome thành polyme ASE.

Được sử dụng trong tài liệu này, thuật ngữ “(met)acrylat” biểu thị acrylat và/hoặc metacrylat.

Thành phần monome thứ hai được chọn từ một hoặc nhiều monome vinyl không ion, trong đó monome vinyl không ion được chọn từ $C_1 - C_5$ alkyl (met)acrylat và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn nữa là các monome vinyl không ion được chọn từ metyl acrylat, etyl acrylat, butyl acrylat và hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn là lượng monome vinyl không ion nằm trong khoảng từ 80 đến 15%, tốt hơn là từ 75 đến 25%, và tốt nhất là từ 65 đến 35%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của tất cả các monome tạo thành polyme ASE.

Thành phần monome thứ ba được chọn từ một hoặc nhiều monome liên kết ngang đa bất bão hòa. Các monome liên kết ngang đa bất bão hòa được sử dụng để tạo ra một phần hoặc gần như toàn bộ hệ polyme liên kết ngang ba chiều. Thuật ngữ "đa bất bão hòa (polyunsaturated)" có nghĩa là monome liên kết ngang có chứa ít nhất hai liên kết đôi có khả năng polyme hóa mà phản ứng với các thành phần monome thứ nhất và thứ hai đã mô tả ở trên. Ví dụ về các monome liên kết ngang đa bất bão hòa thích hợp bao gồm: hợp chất di(met)acrylat như etylen glycol di(met)acrylat, polyetylen glycol di(met)acrylat, trietylen glycol di(met)acrylat, 1,3-butylen glycol di(met)acrylat, 1,6-butylen glycol di(met)acrylat, 1,6-hexanediol di(met)acrylat, neopentyl glycol di(met)acrylat, 1,9-nonanediol di(met)acrylat, 2,2'-bis(4-(acryloxypropyloxyphenyl)propan, và 2,2'-bis(4-(acryloxydiethoxyphenyl)propan; các chất tri(met)acrylat như trimetylolpropan tri(met)acrylat, trimetyloletan tri(met)acrylat, và tetrametylolmetan tri(met)acrylat; hợp chất tetra(met)acrylat như ditrimetylolpropan tetra(met)acrylat, tetrametylolmetan tetra(met)acrylat, và pentaerythritol tetra(met)acrylat; hợp chất hexa(met)acrylat như dipentaerythritol hexa(met)acrylat; hợp chất alyl như alyl(met)acrylat, dialylphtalat, dialyl itaconat, dialyl fumarat, và dialyl maleat; polyalyl ete của sucroza có từ 2 đến 8 nhóm alyl trên mỗi phân tử; polyalyl ete của pentaerythritol như pentaerythritol dialyl ete, pentaerythritol trialyl ete, và pentaerythritol tetraalyl ete; và polyalyl ete của trimetylolpropan như trimetylolpropan dialyl ete và trimetylolpropan trialyl ete. Các monome liên kết ngang đa bất bão hòa thích hợp khác bao gồm divinyl glycol, divinyl benzen và

metylenbisacrylamit. Hỗn hợp của bất kỳ monome liên kết ngang đa bất bão hòa nào được mô tả ở trên cũng có thể được sử dụng.

Tốt hơn là các monome liên kết ngang đa bất bão hòa được chọn từ divinyl glycol, alyl ete của sucroza, alyl ete của pentaerythritol, dialylphtalat và hỗn hợp của chúng.

Lượng monome liên kết ngang đa bất bão hòa được tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5%, tốt hơn nữa là từ 0,03 đến 3%, và tốt nhất là từ 0,05 đến 1%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của tất cả các monome tạo thành polyme ASE.

Polyme ASE sử dụng làm polymer có cấu trúc (iii) trong sáng chế thường không có bất kỳ nhóm nào có nguồn gốc từ các monome liên hợp. Các monome "liên hợp - associative" có thể có đặc trưng chung là có nhóm cuối có khả năng polyme hóa, phân giữa ưa nước và nhóm cuối kỵ nước (điển hình là alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 8 đến 40 nguyên tử cacbon). Thuật ngữ "thường không có" trong bối cảnh sáng chế này để chỉ hàm lượng nhỏ hơn 1%, tốt hơn là nhỏ hơn 0,5% và tốt hơn nữa là nhỏ hơn 0,2%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng tất cả các monome tạo thành polyme ASE.

Polyme ASE sử dụng làm polyme tạo cấu trúc (iii) trong sáng chế được chọn từ các copolyme liên kết ngang của axit (met)acrylic với một hoặc nhiều C₁-C₅ alkyl este của axit (met)acrylic.

Trong chế phẩm điển hình theo sáng chế, lượng polyme tạo cấu trúc (iii) thường nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2%, tốt hơn là từ 0,1 đến 1,5%, tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 1%, thậm chí tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Trong chế phẩm được ưu tiên theo sáng chế này, polyme tạo cấu trúc (iii) được chọn từ copolyme liên kết ngang của axit (met)acrylic với một hoặc nhiều C₁-C₅ alkyl este của axit (met)acrylic; với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1%, tính theo trọng lượng của copolyme hoạt tính, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Trong chế phẩm có chứa polyme ASE như copolyme được mô tả ở trên, thường cần phải được trung hòa ít nhất một phần của các nhóm carboxyl tự do bằng cách thêm bazơ vô cơ hoặc hữu cơ. Ví dụ về các bazơ vô cơ hoặc hữu cơ phù hợp bao gồm hydroxit của kim loại kiềm (ví dụ như natri hoặc kali hydroxit), natri cacbonat, amoni hydroxit, metylamin, dietylamin, trimetylamin, monoetanolamin, trietanolamin và hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm theo sáng chế này có thể thích hợp khi chứa ít nhất một chất điện phân vô cơ. Chất điện phân vô cơ này có thể được sử dụng để đem đến độ nhớt cho chế phẩm. Thuật ngữ "chất điện phân vô cơ", trong khuôn khổ của sáng chế này để chỉ muối vô cơ hòa tan trong nước và ion hóa nhưng các ion của chúng không bị kết tụ lại trong dung dịch, ví dụ như làm cho các ion của chất hoạt động bề mặt kết tụ lại để tạo thành dạng mixen.

Các chất điện phân vô cơ thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm clorua kim loại (như natri clorua, kali clorua, canxi clorua, magie clorua, kẽm clorua, sắt clorua và nhôm clorua) và sulfat kim loại (như natri sulfat và magie sulfat). Chất điện phân vô cơ được sử dụng để hỗ trợ quá trình hòa tan các chất dưỡng dạng dầu lỏng gốc hydrocacbon (ii) và đem lại độ nhớt cho chế phẩm.

Ví dụ về chất điện phân vô cơ được ưu tiên để sử dụng trong sáng chế bao gồm natri clorua, kali clorua, magie sulfat và hỗn hợp của chúng.

Hỗn hợp của bất kỳ chất nào được mô tả ở trên cũng có thể phù hợp.

Chế phẩm của sáng chế có thể có độ nhớt nằm trong khoảng từ 5000 đến 60000 mPa.s, tốt hơn là từ 5000 đến 20000 mPa.s, tốt hơn nữa là từ 5000 đến 15000 mPa, tốt hơn nữa là từ 5000 đến 10000 mPa.s, các phép đo được thực hiện với Máy đo độ nhớt Brookfield LVT (trục chính 3, 6 vòng/phút, trong 30 giây) ở 20°C.

Độ pH của thành phẩm, chế phẩm đã hoàn thiện của sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4 đến 7, tốt hơn nữa là từ 5,5 đến 6,5.

Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa các giọt nhũ hóa của silicon không bay hơi có đường kính giọt trung bình (D3,2) từ 1 micromet trở xuống. Tốt hơn là, đường kính giọt trung bình (D3,2) bằng hoặc nhỏ hơn 1 micromet,

tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 0,5 micromet, và tốt nhất là bằng hoặc nhỏ hơn 0,25 micromet.

Phương pháp thích hợp để đo đường kính giọt (D_{3,2}) là bằng tán xạ laze sử dụng công cụ như Malvern Mastersizer.

Thuật ngữ "silicon không bay hơi" trong khuôn khổ của sáng chế này có nghĩa là silicon có áp suất hơi nhỏ hơn 1000 Pa ở 25°C.

Các silicon thích hợp để sử dụng trong sáng chế này bao gồm các polydiorganosiloxan, đặc biệt là polydimethylsiloxan (dimeticon), polydimethylsiloxan có các nhóm cuối hydroxyl (dimeticonol) và các polydimethylsiloxan chứa nhóm chức amin (amodimeticon).

Silicon thích hợp được ưu tiên có trọng lượng phân tử lớn hơn 100000 và tốt hơn nữa là có trọng lượng phân tử lớn hơn 250000.

Tất cả các trọng lượng phân tử được sử dụng trong bản mô tả này là trọng lượng phân tử trung bình, trừ khi được quy định khác.

Tốt hơn là silicon thích hợp có độ nhớt động học lớn hơn 50000 cS (mm².giây⁻¹) và tốt hơn nữa là có độ nhớt động học lớn hơn 500000 cS (mm².giây⁻¹).

Độ nhớt động học của silicon trong khuôn khổ của sáng chế này được đo ở 25°C và có thể được đo bằng cách sử dụng máy đo độ nhớt mao quản thủy tinh như được nêu rõ hơn trong Dow Corning Corporate Test Method CTM004, ngày 20 tháng 7, 1970.

Silicon thích hợp để sử dụng trong sáng chế là có sẵn ở dạng nhũ tương silicon được tạo sẵn từ các nhà cung cấp như Dow Corning và GE Silicones. Việc sử dụng các nhũ tương silicon được tạo sẵn được ưu tiên nhằm giảm bớt quá trình xử lý và kiểm soát kích thước hạt silicon. Các nhũ tương silicon được tạo sẵn này thường sẽ chứa thêm chất nhũ hóa thích hợp, và có thể được điều chế bằng quy trình nhũ hóa hóa học như polyme hóa nhũ tương, hoặc bằng quy trình nhũ hóa cơ học sử dụng máy trộn có độ cắt cao. Các nhũ tương silicon được tạo sẵn có đường kính giọt trung bình (D_{3,2}) bằng hoặc nhỏ hơn 0,15 micromet thường được gọi là vi nhũ tương.

Ví dụ về các nhũ tương silicon được tạo sẵn thích hợp bao gồm nhũ tương DC2-1766, DC2-1784, DC-1785, DC-1786, DC-1788, DC-1310, DC-7123 và các vi nhũ tương DC2-1865 và DC2-1870, tất cả đều có sẵn tại Dow Corning. Đây là tất cả các nhũ tương/vi nhũ tương của dimeticonol. Cũng phù hợp là nhũ tương amodimeticon như DC939 (từ Dow Corning) và SME253 (từ GE Silicones).

Hỗn hợp của bất kỳ nhũ tương silicon nào được mô tả ở trên cũng có thể được sử dụng.

Khi được đưa vào, lượng silicon không bay hơi được nhũ hóa trong chế phẩm có thể phù hợp khi nằm trong khoảng từ 0,05 đến 10%, tốt hơn là từ 0,2 đến 8% (tính theo tổng trọng lượng silicon, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa thêm các thành phần tùy ý để cải thiện hiệu suất và/hoặc đáp ứng thị hiếu của người tiêu dùng. Ví dụ về các thành phần này bao gồm chất tạo mùi hương, thuốc nhuộm và bột màu và chất bảo quản hoặc chất kháng vi sinh vật. Mỗi thành phần nêu trên sẽ có mặt với lượng hiệu quả cho chính mục đích của nó trong chế phẩm. Nói chung, các thành phần tùy ý này được thêm vào một cách riêng rẽ với lượng lên đến 5%, tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Cách sử dụng

Chế phẩm theo sáng chế chủ yếu nhằm để bôi/thoa lên cơ thể, tốt hơn là phần tóc và da đầu.

Tốt nhất là, chế phẩm theo sáng chế được cấp tại chỗ lên tóc và sau đó mát xa trên vùng tóc và da đầu. Chế phẩm sau đó sẽ được xả sạch khỏi tóc và da đầu bằng nước trước khi làm khô tóc.

Sáng chế được minh họa thêm với các ví dụ không giới hạn sau đây, trong đó tất cả tỷ lệ phần trăm trọng lượng được dẫn ra được tính theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm, trừ khi được quy định khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Một loạt các chế phẩm dầu gội làm sạch tóc đã được điều chế, có các thành phần được trình bày trong Bảng 1 dưới đây. Các ví dụ từ 1 đến 3 tương ứng với chế phẩm theo sáng chế này. Ví dụ từ A đến C tương ứng với các ví dụ so sánh (không theo sáng chế).

Bảng 1

Thành phần	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ A	Ví dụ B	Ví dụ C
	% trọng lượng (a.i.)					
SLES (1EO)	14	14	14	14	14	14
CAPB	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
Nhũ tương silicon DOW CORNING® 1788	1,3	1,3	1,3	1,2	1,2	1,2
Natri clorua	-	-	-	1	1	1
Kẽm pyrithion (ZPT)	0,5	0,5	0,5	1	1	1
Nhũ tương silicon DOW CORNING® 5- 7128	0,9	0,9	0,9	0,8	0,8	0,8
Hương liệu	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
CARBOPOL®980 ¹	-	-	-	0,6	0,6	0,6
CARBOPOL® Aqua SF-1 ²	3	3,6	3	-	-	-
Niaxinamit	5	10	15	0,5	1	2
Phenoxyetanol	-	-	-	0,5	0,5	0,5
Natri salixylat	-	-	-	0,3	0,3	0,3
DMDM hydantoin	0,1	0,1	0,1	-	-	-
Natri hydroxit	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Guar cation*	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3	0,3

Kẽm sulfat heptahydrat	-	-	-	0,1	0,1	0,1
Nước, thành phần phụ	đến 100%	đến 100%	đến 100%	đến 100%	đến 100%	đến 100%

* *Guar hydroxypropyltrimethylamoni clorua* có DS là 0,18 và trọng lượng phân tử trung bình (M_w) khoảng 1,35 triệu g/mol, từ *Lamberti S.p.A.*

1 *Carbomer* từ *Lubrizol*, là homopolyme của axit polyacrylic. *Carbopol*® 980 là loại 100% hoạt tính ở dạng bột.

2 *Copolymer Acrylat* từ *Lubrizol*, là copolyme liên kết ngang của axit (met)acrylic với một hoặc nhiều C_1 - C_4 alkyl este của axit (met)acrylic. *Carbopol*® Aqua SF-1 là polyme hoạt tính 30% trong nước.

Đề cập đến các ví dụ so sánh A, B và C ở trên, lưu ý rằng việc tăng lượng niacinamit vượt mức 0,5% đã kích hoạt sự thay đổi trong cấu trúc vi mô của dầu gội đầu và dẫn đến mất đi đáng kể độ nhớt. Ở mức 2% niacinamit (ví dụ C), độ nhớt có thể tăng lên tối đa khoảng 4000 mPa.s do bổ sung thêm muối. Tuy nhiên, giá trị độ nhớt ít nhất là 5000 mPa.s thường được coi là mong muốn đối với dầu gội đầu. Việc tăng lượng niacinamit vượt trên 2% bằng cách sử dụng cùng một công thức điều chế như từ ví dụ A đến C đã dẫn đến hệ có độ nhớt không đảm bảo, không thể dày lên được.

Trái lại, tất cả các ví dụ từ 1 đến 3 đều có độ nhớt ít nhất là 10000 mPa.s khi được đo bằng máy đo độ nhớt Brookfield LVT (trục chính 3, 30 giây, 6 vòng/phút) ở nhiệt độ 20°C. Đáng chú ý, ở ví dụ 3 có độ nhớt đo được là 10260 mPa.s, mặc dù lượng niacinamit tới 15%.

Bảng 2

Một loạt các chế phẩm dầu gội đầu làm sạch tóc đã được điều chế, có các thành phần được nêu trong Bảng 2 dưới đây. *Guar cation*, *CARBOPOL*®980 và *CARBOPOL*® Aqua SF-1 giống với các loại đã được sử dụng trong Bảng 1. Ví

dự 4 tương ứng với chế phẩm theo sáng chế này. Các ví dụ D và E tương ứng với các ví dụ so sánh (không theo sáng chế này).

Thành phần	Ví dụ D (% trọng lượng)	Ví dụ E (% trọng lượng)	Ví dụ 4 (% trọng lượng)
Natri laureth Sulfat/SLES (1EO)	14	14	14
Cocamidopropyl Betain	1,6	1,6	1,6
Kẽm pyrrithion (ZPT)	1,0	1,0	1,0
Hương liệu	0,75	0,75	0,75
CARBOPOL®980 ¹	0,6	-	-
CARBOPOL® Aqua SF-1 ²	-	-	3,00
CARBOPOL® Ultrez 20 [^]	-	1,00	
Niixinamit	5	5	5
Phenoxyetanol	0,5	0,5	0,5
Natri salixylat	0,3	0,3	0,3
Natri hydroxit	0,25	0,37	0,13
Guar cation	0,2	0,2	0,2
Nước, thành phần phụ	đến 100%	đến 100%	đến 100%
Độ pH	6	6	6
Độ nhớt (mPa s)/Ban đầu	108,7	4102	7270
Độ nhớt (mPa s)/24 giờ	121,0	3943	7308
Độ nhớt (mPa s)/1 tuần	106,5	3792	7400

[^] Acrylat/C10-30 alkylacrylat polyme liên kết ngang từ Lubrizol.
CARBOPOL® Ultrez 20 là loại 100% hoạt tính.

Độ nhớt được đo bằng dụng cụ Discovery Hybrid Rheometer HR-2, TA.
Đối với mỗi phép đo, lượng chế phẩm thích hợp được cho vào giữa đĩa dưới của

máy đo lưu tốc là kiểu đĩa Peltier và một đĩa trên là đĩa song song Sandlasted 40mm. Phép đo được thực hiện ở 30°C, tốc độ cắt 4/giây. Các mẫu được tạo cân bằng trong 30 giây, trước khi đo độ nhớt với chu kỳ thời gian 30 giây. Giá trị trung bình của 15 giây cuối cùng trong phép đo được ghi nhận trong tài liệu này là giá trị độ nhớt của mẫu. Giá trị độ nhớt thu được theo phương pháp này là tương đương với giá trị thu được từ phép đo với nhớt kế Brookfield LVT đã nói ở trên.

Đề cập đến mẫu D, lưu ý rằng với 5% niaxinamit dẫn đến suy giảm đáng kể độ nhớt, ngay cả khi có chứa polyme tạo cấu trúc (không theo sáng chế này). Mẫu E cho thấy polyme có cấu trúc khác không theo sáng chế này, có thể phần nào làm tăng độ nhớt, nhưng mức tối đa vẫn dưới 5000 mPa s. Ngoài ra, giá trị độ nhớt còn bị giảm dần theo thời gian lưu trữ. Ví dụ 4 chứa 0,9% polyme (hoạt tính) theo sáng chế này và nó đạt được độ ổn định cũng như có độ nhớt vượt mức 5000 mPa s.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm làm sạch cá nhân kháng vi sinh vật chứa:

(i) pha liên tục hệ nước gồm một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion;

(ii) pha phân tán chứa các hạt phân tán kẽm pyrithion (ZPT);

(iii) polyme tạo cấu trúc cho pha liên tục hệ nước được chọn từ các polyme nhũ tương acrylic trương nở trong chất kiềm (ASE) liên kết ngang; và

(iv) niacinamit với lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 20% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm,

trong đó polyme tạo cấu trúc được chọn từ các copolyme liên kết ngang của axit (met)acrylic với một hoặc nhiều C_1 - C_5 alkyl este của axit (met)acrylic.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chất hoạt động bề mặt làm sạch anion là natri lauryl ete sulfat có mức etoxyl hóa trung bình là 1, và chiếm lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 16% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó lượng niacinamit nằm trong khoảng từ 5% đến 15% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó lượng ZPT nằm trong khoảng từ 0,5% đến 1,5% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chế phẩm còn chứa một hoặc nhiều polyme cation được chọn từ guar hydroxypropyltrimethylamoni clorua có trọng lượng phân tử nằm trong khoảng từ 800000 đến 2,5 triệu g/mol và mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,8 meq/g; và chiếm lượng nằm trong khoảng từ 0,15% đến 0,2% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó lượng polyme tạo cấu trúc (iii) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.