



(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)



1-0035578

(51)<sup>7</sup> A61K 8/46; A61Q 5/02; A61Q 13/00; (13) B  
A61Q 19/10; A61K 8/11; A61K 8/73

(21) 1-2018-04330

(22) 06/03/2017

(86) PCT/EP2017/055152 06/03/2017

(87) WO2017/167552 A1 05/10/2017

(30) 16163563.6 01/04/2016 EP

(45) 25/05/2023 422

(43) 25/01/2019 370A

(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

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

(72) ALONSO Coralie Claudine (FR); CLARKSON Heather (GB); SHAW Neil Scott (GB).

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

(54) CHẾ PHẨM LÀM SẠCH CÁ NHÂN

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm làm sạch cá nhân chứa, trong pha liên tục hệ nước:

(i) từ 5 đến 30% trọng lượng của một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion;

(ii) các vi nang trong đó lõi chứa tác nhân có lợi được bao nang trong vỏ polyme, và

(iii) sự kết hợp của các polyme cation bao gồm:

(a) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 nhỏ hơn 1,2 đương lượng/g, tốt nhất là từ 0,5 đến 1,1; và

(b) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 ít nhất 1,2 đương lượng/g, tốt hơn là từ 1,2 đến 3, tốt hơn nữa là từ 1,2 đến 2.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm sạch chăm sóc cá nhân ví dụ như xà phòng dạng lỏng, xà phòng tắm và dầu gội đầu.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Trong chế phẩm làm sạch cá nhân như xà phòng dạng lỏng, xà phòng tắm và dầu gội đầu, sự lắng đọng và cấp phối các tác nhân có lợi là yếu tố then chốt tạo nên hiệu quả của sản phẩm. Ví dụ như, có rất nhiều sản phẩm dầu gội đầu trên thị trường ngày nay tiến hành cấp phối lợi ích cho tóc bằng cách làm lắng đọng tác nhân có lợi như chất tạo mùi hương, silicon, thuốc nhuộm, và các chất trị gàu lên trên tóc khi gội.

Các kỹ thuật khác nhau đã được áp dụng để cải thiện việc cấp phối tác nhân có lợi vào thời điểm mong muốn. Một kỹ thuật được sử dụng rộng rãi là việc đóng nang tác nhân có lợi trong lớp phủ bảo vệ ví dụ như chất liệu polyme. Chất liệu polyme này có thể bảo vệ tác nhân có lợi, ví dụ như chất tạo mùi hương, chất chống sự bay hơi, chất phản ứng, chất oxy hóa hoặc nếu không sẽ bị phân biến dần trước khi sử dụng.

Tuy nhiên, việc tối đa hóa sự lắng đọng viên nang trong khi làm sạch là một nhiệm vụ khó khăn do hầu hết các chế phẩm làm sạch cá nhân đã được thiết kế để loại bỏ các bụi mịn ra khỏi da hoặc tóc. Khi các viên nang bị gột rửa, cần phải có lượng đáng kể các tác nhân có lợi được bao nang trong chế phẩm để cấp phối lợi ích mong muốn cho người sử dụng.

WO 2009/100464 bộc lộ chế phẩm chứa vi hạt được bao phủ chứa tác nhân có lợi và được bao phủ bằng polyme loại 1 (Type-1) chứa polyme cation với hàm lượng nguyên tử cation lớn hơn khoảng 3% trọng lượng và trọng lượng phân tử trung bình ít hơn khoảng 800000 Da; và polyme loại 2 chứa polyme cation với hàm

lượng nguyên tử cation ít hơn khoảng 3% trọng lượng và trọng lượng phân tử trung bình lớn hơn khoảng 1000000 Da.

WO2007/065537 bộc lộ chế phẩm dầu gội hệ nước chứa: (i) một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion; (ii) các giọt nhỏ chất dưỡng tóc rời rạc, phân tán không hòa tan trong nước với đường kính giọt trung bình ( $D_{3,2}$ ) nhỏ hơn hoặc bằng 4 micromet; (iii) một hoặc nhiều polyme cation (A) được chọn từ các polyme acrylamit biến tính cation có mật độ điện tích cation ở độ pH=7 nhỏ hơn 1,0 đương lượng/gam, xenluloza biến tính cation và các hỗn hợp của chúng; và (iv) một hoặc nhiều polyme cation (B) được chọn từ các polyme acrylamit biến tính cation có mật độ điện tích cation ở độ pH=7 lớn hơn 1,0 đương lượng/gam, các polygalactomanan biến tính cation, và các hỗn hợp của chúng, trong đó chế phẩm này chứa polyme cation ngoại trừ polyme acrylamit biến tính cation. Silicon được ưu tiên và được minh họa làm chất dưỡng tóc không hòa tan trong nước.

Mặc dù có giải pháp thuộc tình trạng kỹ thuật, nhưng vẫn có nhu cầu đối với chế phẩm làm sạch cá nhân đem lại sự lắng đọng gia tăng của tác nhân có lợi được bao nang lên trên tóc hoặc da mà không làm suy giảm các thuộc tính khác của sản phẩm ví dụ như tính lưu biến, nhạy cảm và hiệu quả dưỡng.

Sáng chế này sẽ giải quyết vấn đề này.

#### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm sạch cá nhân chứa, trong pha liên tục hệ nước:

(i) một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion với lượng từ 5 đến 30% trọng lượng;

(ii) các vi nang trong đó lõi chứa tác nhân có lợi được bao nang trong vỏ polyme, và trong đó tác nhân có lợi của lõi vi nang (ii) được chọn từ các hương liệu,

(iii) chất tạo mùi hương, và

(iv) sự kết hợp của các polyme cation bao gồm:

(a) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 nhỏ hơn 1,2 đương lượng/g, tốt hơn là từ 0,5 đến 1,1; và

(b) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 ít nhất là 1,2 đương lượng/g, tốt hơn là từ 1,2 đến 3, tốt hơn nữa là từ 1,2 đến 2.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

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.

Thuật ngữ "pha liên tục hệ nước" có nghĩa là pha liên tục mà có nước là thành phần chính.

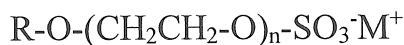
Chế phẩm thích hợp theo sáng chế sẽ chứa nước với lượng từ khoảng 50 đến khoảng 90%, tốt hơn là từ khoảng 55 đến khoảng 85%, tốt hơn nữa là từ khoảng 60 đến khoảng 85%, tốt nhất là từ khoảng 65 đến khoảng 83% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Các chất hoạt động bề mặt làm sạch anion thông thường (i) để sử dụng trong sáng chế bao gồm các chất hoạt động bề mặt chứa nhóm kỵ nước hữu cơ 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 ít nhất một nhóm hòa tan trong nước, tốt hơn là được 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, triethanolamin lauryl sulfat, trimetyletanolamin laureth sulfat, monoethanolamin lauryl sulfat, monoethanolamin 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, monoethanolamin cocoyl sulfat, monoethanolamin lauryl sulfat, natri tridexyl

benzen sulphonat, natri dodexyl benzen sulphonat, natri cocoyl isethionat và các 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 chất hoạt động bề mặt anion được ưu tiên bao gồm muối natri, kali, amoni hoặc etanolamin của alkyl sulfat có từ 10 đến 12 nguyên tử cacbon và alkyl ete sulfat có từ 10 đến 12 nguyên tử cacbon (ví dụ như natri lauryl ete sulfat).

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

Trong chế phẩm thông thường theo sáng chế, lượng chất hoạt động bề mặt làm sạch anion nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Tốt hơn là, pha liên tục hệ nước của chế phẩm theo sáng chế cũng chứa thêm một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, ngoài chất hoạt động bề mặt làm sạch anion được mô tả nêu trên. Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính thích hợp là betain, như các chất có công thức chung  $\text{R}(\text{CH}_3)_2\text{N}^+\text{CH}_2\text{COO}^-$ , trong đó R là nhóm alkyl hoặc alkylamidoalkyl, nhóm alkyl tốt hơn là có từ 10 đến 16 nguyên tử cacbon. Các betain đặc biệt thích hợp là oleyl betain, caprylamidopropyl betain, lauramidopropyl betain, isostearylamidopropyl betain, và cocoamidopropyl betain. Cocoamidopropyl betain được đặc biệt ưu tiên.

Khi được thêm 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% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm làm sạch tóc.

Tốt hơn là, chế phẩm theo sáng chế chứa các giọt nhỏ chất dưỡng phân tán với đường kính trung bình ( $D_{3,2}$ ) bằng hoặc nhỏ hơn 4 micromet.

Lượng được ưu tiên của các giọt nhỏ phân tán này là từ 0,1 đến 10% trọng lượng tổng chế phẩm.

Chất dưỡng phân tán được ưu tiên là silicon được nhũ hóa.

Các giọt nhỏ silicon được nhũ hoá để đưa vào chế phẩm theo sáng chế thường có đường kính giọt trung bình ( $D_{3,2}$ ) bằng hoặc nhỏ hơn 2 micromet. Tốt hơn là, đường kính giọt trung bình ( $D_{3,2}$ ) 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 laser sử dụng công cụ như Malvern Mastersizer.

Các silicon thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm polydiorganosiloxan, đặc biệt là polydimethylsiloxan (dimethicon), polydimethylsiloxan có các nhóm cuối hydroxyl (dimethiconol) và các polydimethylsiloxan nhóm chức amino (amodimethicon).

Tốt hơn là, các silicon này không bay hơi (với áp suất hơi nhỏ hơn 1000 Pa ở 25°C), và tốt hơn là có trọng lượng phân tử lớn hơn 100000, tốt hơn nữa là lớn hơn 250000.

Tốt hơn là, các silicon có độ nhớt động học lớn hơn 50000 cS ( $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ) và tốt hơn nữa là có độ nhớt động học lớn hơn 500000 cS ( $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ). Độ nhớt động lực học của silicon trong bối cảnh 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 năm 1970.

Các silicon thích hợp để sử dụng trong sáng chế có sẵn như các nhũ tương silicon được điều chế trước từ các nhà cung cấp như Dow Corning và GE Silicons. Việc sử dụng các nhũ tương silicon được điều chế trước được ưu tiên nhằm dễ xử lý và kiểm soát kích thước hạt silicon. Các nhũ tương silicon được điều chế trước này thông thường sẽ chứa chất nhũ tương thích hợp, và có thể được điều chế bằng quy trình nhũ hóa hóa học như polyme hóa nhũ tương, hoặc bằng nhũ hóa cơ học bằng cách sử dụng máy trộn có độ cắt cao. Các nhũ tương silicon được điều chế trước có đường kính giọt trung bình (D<sub>3,2</sub>) bằng hoặc nhỏ hơn 0,15 micromet thường được gọi là các vi nhũ tương.

Ví dụ về các nhũ tương silicon được điều chế trước 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 từ Dow Corning. Đây là tất cả các nhũ tương/vi nhũ tương của dimethiconol. Nhũ tương amodimethicone như DC939 (từ Dow Corning) và SME253 (từ GE Silicons) cũng thích hợp.

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

Trong chế phẩm thông thường theo sáng chế, lượng silicon (trong mỗi thành phần hoạt tính) thông thường sẽ nằm trong khoảng từ 1 đến 8%, và tốt hơn là khoảng từ 2 đến 7,5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Chế phẩm theo sáng chế có thể thích hợp chứa ít nhất một chất điện phân vô cơ. Chất điện phân vô cơ này có thể được sử dụng để đem lại độ nhớt cho chế phẩm.

Độ nhớt của chế phẩm thích hợp nằm trong khoảng từ 3000 đến 10000 mPa.s, tốt hơn là từ 4000 đến 8000 mPa.s, tốt hơn nữa là từ 5000 đến 7000 mPa.s khi đo bằng máy đo độ nhớt Brookfield V2 (trục quay RTV5, 1 phút, 20 vòng/phút) ở 30°C.

Các chất điện phân vô cơ thích hợp 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).

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.

Chế phẩm theo sáng chế còn chứa vi nang (iii) trong đó lõi chứa tác nhân có lợi được bao nang trong vỏ polyme.

Tốt hơn là, các vi nang có mặt với lượng từ 0,1 đến 5% trọng lượng tổng chế phẩm.

Thuật ngữ “tác nhân có lợi” trong bối cảnh của sáng chế này bao gồm các chất có thể mang lại lợi ích cho tóc và/hoặc da đầu và/hoặc da (tốt hơn là tóc và/hoặc da đầu) cũng như các chất mà có ích kết hợp vào chế phẩm làm sạch cá nhân, ví dụ như các chất thẩm mỹ.

Tác nhân có lợi của lõi của vi nang được chọn phù hợp từ các hương liệu.

Hương liệu thường chứa hỗn hợp số lượng các hương nước hoa, mỗi loại có một mùi hoặc hương thơm. Số lượng chất thơm trong hương liệu thường là 10 hoặc nhiều hơn. Phạm vi của các chất tạo mùi hương được sử dụng trong hương liệu là rất rộng; các chất đó có nguồn gốc từ nhiều loại chất hóa học, nhưng nói chung là các loại dầu không hòa tan trong nước. Trong nhiều ví dụ, trọng lượng phân tử của hương liệu là hơn 150, nhưng không vượt quá 300.

Ví dụ về hương liệu để sử dụng trong sáng chế bao gồm geraniol, geranyl axetat, linalol, linalyl axetat, tetrahydrolinalol, xitronelol, xitronelyl axetat, dihydromyrcenol, dihydromyrcenyl axetat, tetrahydromyrcenol, terpineol, terpinyl axetat, nopyl axetat, 2-phenyl-ethanol, 2-phenylethyl axetat, rượu benzylic, benzyl axetat, benzyl salixylat, styrenyl axetat, benzyl benzoat, amyl salixylat, dimethylbenzyl-carbinol, trichlometylphenyl-carbinyl axetat, p-tert-butylxyclohexyl axetat, isononyl axetat, vetiveryl axetat, vetiverol,  $\alpha$ -hexylxinnamaldehyd, 2-metyl-3-p-tert-butylphenyl)propanal, 2-metyl-3- (p-isopropylphenyl)propanal, 2- (p-tert-

butylphenyl) propanal, 2,4-dimethyl-xyclohex-3-enyl-carboxaldehyt, trixyclodecenyl axetat, trixyclodecenyl propionat, 4-(4-hydroxy-4-methylpentyl) -3-xyclohexenecarboxyaldehyt, 4 -(4-methyl-3-pentenyl)-3-xyclohexencarboxaldehyt, 4-axetoxi-3-pentyl-tetrahydropyran, 3 -carboxymethyl-2-pentylxyclopentan, 2-n-heptylxyclopentanon, 3-methyl-2-pentyl-2-xyclopentenon, n-decanal, n-dodecanal, 9-decenol-1, phenoxyetyl isobutytrat, phenyl-axetaldehyt dimetyl-axetal, phenylaxetaldehyt dietylenetal, geranyl nitril, xitronetyl nitril, cedryl axetat, 3-isocamphylxyclohexanol, cedryl methyl ete, isolongifolanon, aubepin nitril, aubepin, heliotropin, coumarin, eugenol, vanillin, diphenyl oxit, hydroxyxitronelal, ionon, metylionon, isometylionon, sắt, cis-3-hexenol và este của chúng, xạ hương Ấn Độ (indan musks), xạ hương tetralin (tetralin musks), xạ hương isochroman (isochroman musks), xeton macrocyclic, xạ hương macrolacton (macrolacton musks), etylen brassylat và hỗn hợp của chúng.

Các chất tùy ý bổ sung có thể thêm vào trong lõi của vi nang bao gồm thuốc nhuộm, bột màu và chất bảo quản.

Vỏ polyme của vi nang có thể được điều chế bằng cách sử dụng các phương pháp đã biết đối người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực ví dụ như phương pháp đông tụ, polyme hóa bề mặt và đa trùng ngưng.

Quá trình đông tụ thường bao gồm việc bao nang chất không tan trong nước thông thường bằng cách kết tủa (các) chất keo trên bề mặt giọt nhỏ của chất. Đông tụ có thể đơn giản, ví dụ như sử dụng một chất keo như gelatin hoặc phức hợp trong đó hai hoặc nhiều chất keo có điện tích đối nhau, như gelatin và gôm arabic hoặc gelatin và cacboxymethyl xenluloza, được sử dụng trong điều kiện độ pH, nhiệt độ và nồng độ được kiểm soát cẩn thận.

Polyme hóa bề mặt sản xuất vỏ được bao nang từ phản ứng của ít nhất một chất tạo ra thành hòa tan trong dầu có mặt trong pha dầu với ít nhất một chất tạo ra thành hòa tan trong nước có mặt trong pha chứa nước. Phản ứng polyme hóa giữa hai chất tạo ra thành xảy ra dẫn đến sự hình thành liên kết cộng hóa trị ở bề mặt

chung của pha nước và pha dầu để tạo ra thành của viên nang. Ví dụ về vỏ viên nang được sản xuất bằng phương pháp này là viên nang polyuretan.

Đa trùng ngưng bao gồm việc tạo thành chất phân tán hoặc nhũ tương của chất không tan trong nước (ví dụ như hương liệu) trong dung dịch nước của chất polyme tiền trùng ngưng dưới điều kiện khuấy thích hợp để tạo ra viên nang có kích thước mong muốn, và điều chỉnh điều kiện phản ứng để tạo ra sự trùng ngưng của chất polyme tiền trùng ngưng bằng axit xúc tác, dẫn đến chất ngưng tụ tách khỏi dung dịch và bao quanh chất phân tán không tan trong nước để tạo ra màng kết dính và vi nang mong muốn.

Phương pháp được ưu tiên để tạo ra vi nang để sử dụng trong sáng chế là đa trùng ngưng, thông thường để tạo ra viên nang aminoplast. Nhựa aminoplast là các sản phẩm phản ứng của một hoặc nhiều amin với một hoặc nhiều aldehyt. Ví dụ về amin thích hợp bao gồm ure, thioure, melamin và các dẫn xuất của nó, benzoguanamin và axetoguanamin và sự kết hợp của các amin này.

Tốt hơn là, vỏ polyme của vi nang là nhựa aminoplast được chọn từ melamin formaldehyt, ure formaldehyt, melamin glyoxal và polyure được hình thành bởi phản ứng giữa polyisoxyanat và polyamin. Vỏ polyme được ưu tiên nhất được chọn từ melamin glyoxal và polyure.

Tốt hơn là, các vi nang được kích hoạt bằng cách ép; tức là chúng bị phá vỡ bằng cách ép để giải phóng chất bên trong.

Vi nang được đặc biệt ưu tiên có vỏ melamin glyoxyl, được điều chế như mô tả trong WO2013/068255 và WO2011/161618 và có bán từ Firmenich SA.

Thuận lợi nếu vỏ polyme chứa tối đa 20% trọng lượng vi nang.

Bằng điều kiện xử lý biến tính, vi nang có kích thước mong muốn có thể được sản xuất theo cách đã biết. Vi nang thường có đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 500 micron, tốt hơn là từ 1 đến 300 micron, tốt hơn nữa là từ 1 đến 50 micron và tốt nhất là từ 1 đến 10 micron. Nếu cần thiết, vi nang như được

sản xuất ban đầu có thể được lọc hoặc sàng để tạo ra sản phẩm đồng nhất có kích cỡ lớn hơn.

Trong chế phẩm thông thường theo sáng chế, lượng vi nang thông thường sẽ nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2%, và tốt hơn là khoảng từ 0,5 đến 1,5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Chế phẩm theo sáng chế chứa, không kể các thành phần khác, sự kết hợp các polyme cation chứa:

(a) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 nhỏ hơn 1,2 đương lượng/g, tốt hơn là từ 0,5 đến 1,1; và

(b) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 ít nhất là 1,2 đương lượng/g, tốt hơn là từ 1,2 đến 3, tốt hơn nữa là từ 1,2 đến 2.

Thuật ngữ "mật độ điện tích" trong bối cảnh của sáng chế này đề cập đến tỷ lệ giữa số lượng điện tích dương trên một đơn vị monome trong đó polyme được chứa trong khối lượng phân tử của đơn vị monome. Mật độ điện tích được tăng lên gấp nhiều lần bằng trọng lượng phân tử polyme sẽ xác định số lượng vị trí điện tích dương trên mỗi chuỗi polyme.

Các polygalactomanan là polysacarit chủ yếu bao gồm galactosa và các đơn vị mannoza và thường được tìm thấy trong nội nhũ của hạt đậu, chẳng hạn như guar, hạt locust, Bò kết ba gai, cây ngọn lửa, và cây tương tự. Bột guar được cấu tạo chủ yếu từ galactomannan vốn là chuỗi mannan mạch thẳng với các nhánh galactosa đơn lẻ. Các đơn vị mannoza được liên kết trong liên kết 1-4- $\beta$ -glycosidic và phân nhánh galactosa nằm ở liên kết 1-6 trên các đơn vị mannoza thay thế. Do đó, tỷ lệ galactosa so với mannoza trong polyme guar là từ một đến hai.

Các chất polygalactomanan cation thích hợp (a) để sử dụng trong sáng chế bao gồm các polygalactomanan như guar và các dẫn xuất polygalactomanan, chẳng hạn như các guar hydroxyalkyl (ví dụ như guar hydroxyetyl hoặc guar

hydroxypropyl), đã được biến tính cation bằng phản ứng hóa học với một hoặc nhiều chất dẫn xuất.

Các chất dẫn xuất thường chứa nhóm chức phản ứng, như nhóm epoxy, nhóm halogen, nhóm este, nhóm anhydrit hoặc nhóm không bão hòa chứa etylen, và ít nhất một nhóm cation như nhóm nitơ cation, thường là nhóm amoni bậc bốn. Phản ứng dẫn xuất thường đưa vào các nhóm cation bên trên trực chính polygalactomanan, nói chung là được liên kết qua các liên kết ete trong đó nguyên tử oxy tương ứng với các nhóm hydroxyl trên trực chính polygalactomanan đã phản ứng.

Polygalactomanan cation được ưu tiên (a) để sử dụng trong sáng chế bao gồm guar hydroxypropyltrimethylamoni clorua.

Guar hydroxypropyltrimethylamoni clorua để sử dụng trong sáng chế thường bao gồm trực chính gồm guar không ion được chức hóa với các nhóm 2-hydroxypropyltrimethylamoni clorua liên kết ete, và thường được điều chế bằng phản ứng gồm guar với N-(3-clo-2- hydroxypropyl)trimethylamoni clorua.

Polygalactomanan cation để sử dụng trong sáng chế (tốt hơn là guar hydroxypropyltrimethylamoni clorua) có trọng lượng phân tử trung bình (trọng lượng phân tử trung bình ( $M_w$ ) được xác định bằng 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.

Mật độ điện tích cation của polyme được xác định thích hợp thông qua phương pháp Kjeldahl như được mô tả trong US Pharmacopoeia trong các thử nghiệm hóa học để xác định nitơ.

Các ví dụ cụ thể về polygalactomanan cation được ưu tiên (a) là các guar hydroxypropyltrimoni clorua có mật độ điện tích cation từ 0,5 đến 1,1 đương lượng/g.

Các ví dụ cụ thể về các polygalactomanan cation được ưu tiên (b) là guar hydroxypropyltrimoni clorua có mật độ điện tích cation từ 1,2 đến 2 đương lượng/g.

Ví dụ cụ thể về hỗn hợp polygalactomanan cation được ưu tiên là hỗn hợp guar hydroxypropyltrimoni clorua trong đó một chất có mật độ điện tích cation từ 0,5 đến 1,1 đương lượng/g, và một chất có mật độ điện tích cation từ 1,2 đến 2 đương lượng/g.

Polygalactomanan cation (a) để sử dụng trong sáng chế có bán trên thị trường từ Rhodia là JAGUAR ® C13S, JAGUAR ® C14.

Polygalactomanan cation (b) để sử dụng trong sáng chế có bán trên thị trường từ Rhodia là JAGUAR ® C17.

Polygalactomanan cation được ưu tiên (a) được chọn từ guar hydroxypropyltrimoni clorua có trọng lượng phân tử trung bình nằm trong khoảng từ 800000 đến 2,5 triệu g/mol và mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,1 đương lượng/g.

Polygalactomanan cation được ưu tiên (b) được chọn từ guar hydroxypropyltrimoni clorua có trọng lượng phân tử trung bình nằm trong khoảng từ 800000 đến 2,5 triệu g/mol và mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 1,2 đến 2 đương lượng/g.

Trong chế phẩm thông thường theo sáng chế, tổng lượng polygalactomanan cation thông thường sẽ nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5% và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,3%, tốt hơn nữa là từ 0,15 đến 0,25% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa thêm các thành phần khác để cải thiện hiệu suất và/hoặc sự chấp nhận của người tiêu dùng. Thành phần này là chất tạo mùi hương. Thành phần này được đưa vào với lượng lên đến 5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm.

Tốt hơn là, độ pH của chế phẩm theo sáng chế nằm trong khoảng từ 4 đến 7, tốt hơn nữa là từ 5,5 đến 6,5.

#### Cách sử dụng

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

Tốt nhất là, chế phẩm theo sáng chế được sử dụng bôi/thoa lên tóc và 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 sẽ được minh họa thêm trong các ví dụ không giới hạn sau đây, trong đó tỷ lệ phần trăm trọng lượng được trích dẫn dựa trên tổng trọng lượng trừ khi được quy định khác.

#### Ví dụ thực hiện sáng chế

Ba chế phẩm dầu gội đầu đã được điều chế.

Enacps (Viên nang melamin glyoxyl, mua từ Firmenich) có chứa thuốc nhuộm hòa tan trong dầu, Hostasol, mà chất huỳnh quang được thêm vào sau vào các thành phần chính với lượng 0,4% trọng lượng theo tổng trọng lượng chế phẩm, như trong Bảng 1 dưới đây .

Bảng 1: tóm tắt về chế phẩm dầu gội đầu SH1, SH2, và SH3

| Dầu gội | Thành phần chính                                                                                                                     | Viên nang        |
|---------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|
| SH1     | Dầu gội đầu có bán trên thị trường, Pantene Pro-V Total Damage Care 10, có bán tại Indonesia. Chứa guar hydroxypropyltrimoni clorua. | 0,4% trọng lượng |
| SH2     | Chế phẩm dầu gội đầu, được thể hiện dưới đây                                                                                         | 0,4% trọng lượng |
| SH3     | Chế phẩm dầu gội đầu với hỗn hợp polygalactomanan theo sáng chế,                                                                     | 0,4% trọng lượng |

|  |                         |  |
|--|-------------------------|--|
|  | được thể hiện dưới đây. |  |
|--|-------------------------|--|

Bảng 2: Thành phần của SH2:

| Thành phần                              | % trọng lượng |
|-----------------------------------------|---------------|
| Natri laureth sulfat (2EO)              | 17,0          |
| Cocamidopropyl betain                   | 5,3           |
| Carbomer                                | 0,4           |
| Hương liệu                              | 0,7           |
| Silicon (Nhũ tương DOW CORNING® 1788)   | 5,0           |
| Hương liệu được bao nang (từ Firmenich) | 0,4           |
| Nước, thành phần phụ                    | Đến 100       |

Bảng 3: Thành phần của SH3:

| Thành phần                              | % trọng lượng |
|-----------------------------------------|---------------|
| Natri laureth sulfat (2EO)              | 17,0          |
| Cocamidopropyl betain                   | 5,3           |
| Carbomer                                | 0,4           |
| JAGUAR® C14S                            | 0,15          |
| JAGUAR® C17                             | 0,05          |
| Hương liệu                              | 0,7           |
| Silicon (Nhũ tương DOW CORNING® 1788)   | 5,0           |
| Hương liệu được bao nang (từ Firmenich) | 0,4           |
| Nước, thành phần phụ                    | Đến 100       |

Ví dụ 1: Sự lắng đọng của các viên nang lên tóc từ chế phẩm SH1, SH2 và SH3

Để đo sự lắng đọng viên nang lên tóc, phương pháp sau đã được sử dụng:

2 inch, 250 mg, mớ tóc nổi nguyên trạng ban đầu của người da trắng đã được sử dụng.

Đầu tiên, tóc được gội với 0,1 g chế phẩm dầu gội đầu (SH1, SH2 hoặc SH3) trên mỗi g tóc. Bím tóc đã được xoa xà phòng trong 30 giây và sau đó xả sạch với nước ấm (35°C - 40°C) trong 30 giây.

Sau đó, tóc đã được gội được tách chiết etanol. Toàn bộ búi tóc dài 2 inch đã được cắt vào lọ chứa 2 ml etanol được sử dụng để tách chiết chất huỳnh quang lắng đọng trong viên nang. Các mẫu tóc được cuộn trong một giờ trong khi tách chiết dung môi. Nồng độ của chất huỳnh quang trong một phần dung dịch etanol 200 microlit thu được như nêu trên đã được xác định bằng cách sử dụng tiêu chuẩn hiệu chuẩn thích hợp.

Các mẫu chiết xuất được đặt vào một tấm 96-giếng và được phân tích bằng quang phổ huỳnh quang trên máy dò huỳnh quang Varioskan để xác định mức lắng đọng của các vi nang lên tóc. Bước sóng kích thích 450nm và bước sóng phát xạ 520nm được sử dụng.

Các kết quả được đưa ra trong bảng 2 dưới đây.

Bảng 2: Mức độ lắng đọng của các vi nang lên tóc, từ SH1, SH2 và SH3

| Chế phẩm | Hiệu suất lắng đọng (%) |
|----------|-------------------------|
| SH1      | 14,7                    |
| SH2      | 17,8                    |
| SH3      | 23,0                    |

Có thể thấy được rằng độ lắng đọng lớn nhất trong chế phẩm SH3 theo sáng chế. Điều này trái ngược với SH1 chứa cùng lượng viên nang cũng có kết hợp với polyme của guar hydroxypropyltrimoni clorua.

Ví dụ 2: Cường độ hương liệu trên tóc được chăm sóc bằng SH1, SH2 và SH3

Cường độ hương liệu của tóc được chăm sóc với SH1, SH2 và SH3 được đánh giá bởi chuyên gia về chất thơm trước và sau khi chải các búi tóc.

Các búi tóc đầu tiên được gội với chế phẩm theo quy chuẩn gội được nêu ở trên. 7 inch tóc đã được sử dụng. Sau đó, tóc được để khô qua đêm. Cường độ hương liệu được đo 24 giờ sau khi gội.

Kết quả cường độ hương liệu được đưa ra trong Bảng 3.

Bảng 3: Cường độ hương liệu của tóc được chăm sóc bằng SH1, SH2 và SH3

| Chế phẩm | Đo lường       | Cường độ hương liệu |
|----------|----------------|---------------------|
| SH1      | Trước khi chải | 5                   |
|          | Sau khi chải   | 5,5                 |
| SH2      | Trước khi chải | 4,5                 |
|          | Sau khi chải   | 6                   |
| SH3      | Trước khi chải | 6                   |
|          | Sau khi chải   | 7,5                 |

Có thể thấy được rằng cường độ hương liệu lớn nhất khi chăm sóc tóc với chế phẩm SH3 theo sáng chế.

Ví dụ 3: Sự lắng đọng viên nang lên tóc từ SH3, SH4 và SH5

Các chế phẩm sau đã được điều chế:

SH3 - như trong Bảng 3 ở trên

SH4 - giống như SH3 nhưng thiếu polyme Jaguar C17.

SH5 - giống như SH3 nhưng với polyDADMAC (poly(diallyl dimetyl amoni clorua; Merquat 106, có bán từ Lubrizol) thay thế cho polyme C17 (với lượng 0,05% trọng lượng, dựa trên 100% hoạt tính và tổng trọng lượng của chế phẩm ).

Nghiên cứu về sự lắng đọng của các vi nang lên tóc được thực hiện theo cách tương tự như được mô tả trong ví dụ 1 nêu trên.

Các kết quả được đưa ra trong bảng 4 dưới đây.

Bảng 4: Mức độ lắng đọng của các vi nang lên tóc, từ SH3, SH4 và SH5

| Chế phẩm | Hiệu suất lắng đọng<br>(%) |
|----------|----------------------------|
| SH3      | 23,0                       |
| SH4      | 18,0                       |
| SH5      | 17,8                       |

Có thể thấy rằng chế phẩm theo sáng chế (SH3) dẫn đến sự lắng đọng cao hơn so với chế phẩm chứa chỉ một polyme (SH4) và chế phẩm có sự kết hợp của polyme của tình trạng kỹ thuật trước (SH5).

### **Yêu cầu bảo hộ**

1. Chế phẩm làm sạch cá nhân chứa, trong pha liên tục hệ nước:

(i) từ 5 đến 30% trọng lượng của một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch anion;

(ii) các vi nang trong đó lõi chứa tác nhân có lợi được bao nang trong vỏ polyme, và trong đó tác nhân có lợi của lõi của vi nang (ii) được chọn từ các hương liệu,

(iii) chất tạo mùi hương, và

(iv) sự kết hợp của các polyme cation bao gồm:

(a) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 nhỏ hơn 1,2 đương lượng/g; và

(b) ít nhất một polygalactomanan cation có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 ít nhất là 1,2 đương lượng/g.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó polygalactomanan cation (a) có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 từ 0,5 đến 1,1 đương lượng/g.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polygalactomanan cation (b) có mật độ điện tích trung bình ở độ pH 7 từ 1,2 đến 3 đương lượng/g, tốt hơn là từ 1,2 đến 2 đương lượng/g.

4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vỏ polyme của vi nang là nhựa aminoplast được chọn từ melamin glyoxal và polyure.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polygalactomanan cation (a) được chọn từ guar hydroxypropyltrimoni clorua có trọng lượng phân tử trung bình nằm trong khoảng từ 800000 đến 2,5 triệu g/mol và mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,1 đương lượng/g.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polygalactomanan cation (b) được chọn từ guar hydroxypropyltrimoni clorua có

trọng lượng phân tử trung bình nằm trong khoảng từ 800000 đến 2,5 triệu g/mol và mật độ điện tích nằm trong khoảng từ 1,2 đến 2 đương lượng/g.

7. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ trọng lượng giữa polyme cation (a) so với polyme cation (b) trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 3:1 đến 1:1.