



(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)



1-0045289

(51)<sup>2020.01</sup> A61K 8/44; A61Q 5/02; A61K 8/892; (13) B  
A61K 8/04; A61K 8/46

(21) 1-2020-06755

(22) 12/06/2019

(86) PCT/EP2019/065407 12/06/2019

(87) WO2019/243143 A1 26/12/2019

(30) 18179144.3 21/06/2018 EP

(45) 25/04/2025 445

(43) 26/04/2021 397A

(71) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

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

(72) COOK Joanne Louise (GB); JONES Claire Louise (GB); PUNTAMBEKAR Smita (GB); RILEY Robert George (GB); STARCK Pierre (FR).

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

(54) CHẾ PHẨM LÀM SẠCH CÁ NHÂN

(21) 1-2020-06755

(57) Chế phẩm làm sạch cá nhân chứa, trong pha liên tục ở thể nước, tổng lượng chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính và chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính bao gồm: (i) chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat có công thức chung (I) với lượng từ 3% đến dưới 7% trọng lượng; (ii) chất hoạt động bề mặt betain được chọn từ chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain; và (iii) một hoặc nhiều chất có lợi phân tán được chọn từ silicon dạng nhũ tương có đường kính trung bình (D3,2) từ 4 micromet trở xuống; trong đó tỷ lệ trọng lượng của (i) đến (ii) trong khoảng từ 1:1 đến 4,5:1 và độ pH của chế phẩm là từ 3 đến 6,5; và lượng kết hợp của (i) và (ii) nằm trong khoảng từ 5% đến 9% trọng lượng (tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm); và trong đó chế phẩm còn chứa chất điện phân vô cơ. Chế phẩm theo sáng chế mang lại tính dịu nhẹ có lợi mà không ảnh hưởng đến việc làm sạch và tính lưu biến.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập tới các chế phẩm làm sạch cá nhân như xà phòng dạng lỏng, sữa tắm và dầu gội đầu.

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

Alkyl sulfat và alkyl ete sulfat, ví dụ, natri laureth ete sulfat (SLES), thường được dùng làm chất hoạt động bề mặt chính trong các chế phẩm làm sạch cá nhân. Hàm lượng các chất hoạt động bề mặt này cao hơn mang lại lợi ích làm sạch được cải thiện nhưng làm tăng khả năng gây kích ứng. Cocamidopropyl betain (CAPB) thường được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt thứ cấp trong các chế phẩm làm sạch cá nhân có chất hoạt động bề mặt chính nêu trên. Là chất hoạt động bề mặt thứ cấp, CAPB cung cấp bọt và tạo độ nhót một cách xuất sắc và làm giảm khả năng gây kích ứng của alkyl sulfat và alkyl ete sulfat khi được sử dụng cùng với chúng.

Tuy nhiên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng việc tăng lượng CAPB so với chất hoạt động bề mặt chính đã được phát hiện là làm giảm việc cấp phối các chất có lợi từ chế phẩm. Các chất có lợi như silicon thường được đưa vào trong chế phẩm làm sạch cá nhân dưới dạng các giọt nhỏ nhũ tương phân tán. Việc cấp phối hiệu quả của các chất liệu này lên da và/hoặc tóc thường là yếu tố quyết định hiệu năng sản phẩm, đặc biệt là với các chế phẩm như xà phòng dạng lỏng, sữa tắm và dầu gội đầu.

Các loại chế phẩm chăm sóc tóc đã biết có khai thác sự kết hợp chất hoạt động bề mặt anion và ion lưỡng tính:

US2013/150338 bộc lộ dầu gội trị gàu chứa: a) muối kẽm trị gàu với hàm lượng từ 0,1 đến 0,5% trọng lượng; b) alkyl glycinate và/hoặc alkyl cacboxyglycinat

với hàm lượng từ 1 đến 8% trọng lượng; c) alkyl sulfat và/hoặc chất hoạt động bề mặt anion alkyl sulfat được etoxyl hóa với hàm lượng từ 2 đến 16% trọng lượng; và d) sản phẩm isethionat của acyl béo với hàm lượng từ 1 đến 10% trọng lượng và sản phẩm này chứa chất isethionat của acyl béo với hàm lượng từ 40 đến 80% trọng lượng và axit béo tự do và/hoặc muối của axit béo với hàm lượng từ 15 đến 50% trọng lượng.

WO2012/072424 bộc lộ dầu gội trị gàu chứa: -a) muối kẽm trị gàu với hàm lượng từ 0,1 đến 5% trọng lượng; b) alkyloyl isethionat mạch nhánh với hàm lượng từ 1 đến 8% trọng lượng; c) sản phẩm isethionat của acyl béo với hàm lượng từ 1 đến 10% trọng lượng và sản phẩm này chứa chất isethionat của acyl béo với hàm lượng từ 40 đến 80% trọng lượng và axit béo tự do và/hoặc muối của axit béo với hàm lượng từ 15 đến 50% trọng lượng; và, d) chất đồng hoạt động bề mặt với hàm lượng từ 0,5 đến 14% trọng lượng.

US2014/154200 bộc lộ chế phẩm chăm sóc tóc chứa dẫn xuất polysaccarit không chứa xenluloza: i) có trọng lượng phân tử trung bình (Mw) từ khoảng 100000 g/mol đến khoảng 2000000 g/mol; và ii) chứa ít nhất một nhóm cation, với mức độ thay thế cation là từ khoảng 0,20 đến khoảng 0,30. Đồng thời một phương pháp để cung cấp hiệu năng xả dưỡng tóc, chăm sóc tóc và/hoặc da đầu hoặc vẻ ngoài của mái tóc đẹp.

US2009/197791 bộc lộ chế phẩm để xử lý hoặc biến đổi bề mặt, chứa: chất mang, copolyme bao gồm các đơn vị ion lưỡng tính A và B, các đơn vị A chứa nhóm betain, là nhóm sulfobetain hoặc phosphobetain; và các đơn vị B là các đơn vị cation hoặc có khả năng trở thành cation; chất hoạt động bề mặt theo tùy chọn, có thể là anion hoặc lưỡng tính, theo tùy chọn muối, axit và/hoặc bazơ, và tác nhân để xử lý hoặc biến đổi bề mặt theo tùy chọn.

EP1433464 bộc lộ chế phẩm làm sạch tóc chứa amphipathic amit lipit, chất hoạt động bề mặt anion và silicon. Các chế phẩm dầu gội đầu được minh họa làm cho tóc sự mềm mượt và cảm nhận về độ ẩm tốt một cách rõ ràng sau khi sử dụng và ngăn ngừa tóc chẻ ngọn hoặc gãy.

Chế phẩm chăm tóc chứa silicon cũng đã được biết:

WO 17/097817 (Clariant) bộc lộ chế phẩm dầu gội đầu chứa muối amoni oligoeste để đem lại hoặc cải thiện nhiều lợi ích, cụ thể là gỡ rối tóc, cải thiện việc chải bằng lược khi ướt và khô, độ bóng để làm bóng tóc mà không cần đến silicon, dưỡng tóc, làm mềm mượt bề mặt tóc, phục hồi tóc, chịu nước, đặc tính tạo màng, giảm điện tích tĩnh, chống xơ rối xoắn cứng, bong tóc, hoạt động của chất làm đặc và chất hoạt động bề mặt.

Ví dụ gồm dầu gội đầu chứa natri laureth sulfat với hàm lượng từ 10 đến 16% trọng lượng, kết hợp với cocobetain và silicon.

US 2006/024381 (P&G) bộc lộ chế phẩm chứa chất liệu kẽm dạng hạt để xử lý các bệnh nhiễm trùng do vi khuẩn và nấm trên da và da đầu. Ví dụ bao gồm các chế phẩm dầu gội đầu được điều chế theo công thức có hàm lượng natri laureth sulfat cao kết hợp với cocamidopropyl betain và dimethicon.

US 2006/024256 (P&G) bộc lộ chế phẩm dầu gội đầu chứa: a) một hoặc vài chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với hàm lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 50% trọng lượng; b) pha mạng gel phân tán bao gồm: i) một hoặc vài chất béo lưỡng phân với hàm lượng ít nhất là khoảng 0,05% trọng lượng; ii) một hoặc vài chất hoạt động bề mặt thứ cấp với hàm lượng ít nhất là khoảng 0,01% trọng lượng; và iii) nước; và c) chất mang ở thể nước với hàm lượng ít nhất là khoảng 20% trọng lượng. Ví dụ bao gồm các chế phẩm dầu gội đầu được điều chế theo công thức có hàm lượng natri laureth sulfat cao kết hợp với cocamidopropyl betain và dimethicon.

WO 98/31327 (P&G) bộc lộ chế phẩm làm sạch cá nhân, để cung cấp khả năng làm sạch kết hợp với các lợi ích dưỡng ẩm và tạo bọt được cải thiện, ở dạng nhũ tương thể nước ổn định, chứa: a) hệ chất hoạt động bề mặt với hàm lượng nằm trong khoảng từ 4 đến 50% trọng lượng; b) polyme hòa tan trong nước không ion hoặc anion với hàm lượng nằm trong khoảng từ  $> 0,1\%$  đến  $< 1,0\%$  trọng lượng; c) chất khởi đầu quá trình phân tách pha được chọn từ nhóm bao gồm các chất điện phân, chất lưỡng phân và hỗn hợp của chúng với hàm lượng từ 0,1 đến 5% trọng lượng; và d) nước với hàm lượng từ 50 đến 95% trọng lượng, trong đó polyme nói trên tạo thành các giọt nhỏ thể nước quan sát rõ được bằng mắt thường trong hệ chất hoạt động bề mặt thể nước. Các ví dụ bao gồm các công thức chứa nồng độ natri laureth sulfat cao kết hợp với cocamidopropyl betain và dimethicon.

WO 99/53889 (Unilever) bộc lộ dầu gội đầu thể nước chứa nước, ít nhất một chất hoạt động bề mặt làm sạch, polyme lắng đọng cation, silicon được nhũ tương hóa và silicon được vi nhũ tương hóa, cung cấp công năng dưỡng được cải thiện đáng kể. Các chế phẩm dầu gội chứa natri lauryl ete sulfat 2EO (với hàm lượng từ 8 đến 12% trọng lượng), cocamidopropyl betain và hỗn hợp silicon nhũ tương được ví dụ minh họa.

Các chế phẩm dầu gội đầu khác chứa natri lauryl ete sulfat 2EO (với hàm lượng 14% trọng lượng), cocamidopropyl betain và silicon được bộc lộ trong WO 99/29286 và WO 98/05296 (đều thuộc Unilever).

Các sản phẩm dầu gội đầu hiện nay có xu hướng có hiệu quả trong cả việc làm sạch với việc mang lại cảm giác dịu nhẹ cho da đầu. Các tác giả sáng chế nhận thấy rằng chỉ đơn giản làm giảm nồng độ chất hoạt động bề mặt, để cải thiện tính dịu nhẹ, sẽ tạo ra một sản phẩm loãng, không ổn định và làm suy giảm lợi ích làm sạch. Các cách thay thế nhắm đến tính dịu nhẹ bao gồm việc tăng độ etoxyl hóa của chất hoạt động bề mặt chính (thường là SLES) hoặc chất hoạt động bề mặt dịu nhẹ

thay thế cho những chất mạnh hơn, cả hai cách này đều dẫn đến việc làm công năng làm sạch kém hơn. Các lợi ích về công năng như độ nhót, tạo bọt và cấp phối chất bôi trơn khô cũng bị ảnh hưởng tiêu cực và thường phải bổ sung các thành phần khác để khắc phục các vấn đề về công năng này. Ví dụ, việc sử dụng nồng độ muối rất cao, hoặc đưa các chất phụ gia dạng polymer vào, làm ảnh hưởng tiêu cực đến thời gian của quy trình và đặc trưng cảm quan.

Do đó, vẫn còn tồn tại nhu cầu về các chế phẩm dầu gội đầu vừa có khả năng cải thiện việc loại bỏ bã nhờn từ tóc, mà vẫn dịu nhẹ cho da đầu và chất béo (lipit) của tóc, mà không ảnh hưởng đến các đặc tính lưu biến và tạo bọt của chế phẩm hoặc cấp phối silicon hoặc các lợi ích khác như tạo cảm giác tóc mềm mượt.

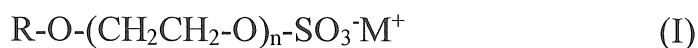
Các tác giả sáng chế nhận thấy rằng chế phẩm dầu gội đầu có sự kết hợp của chất hoạt động bề mặt anion và lưỡng tính với tỷ lệ chất lưỡng tính tăng cường, làm giảm nồng độ chất hoạt động bề mặt và mức etoxyl hóa SLES trung bình nhất định, mang lại khả năng làm sạch tuyệt vời, độ bám phủ các chất có lợi và các đặc tính lưu biến và tạo bọt mong muốn, trong khi vẫn duy trì cảm giác dịu nhẹ cho da và lipit trong tóc và để lại cảm giác tóc mượt mà và mềm mại.

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

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm sạch cá nhân như xà phòng dạng lỏng, sữa tắm và dầu gội đầu và phương pháp chăm sóc tóc bao gồm bước cấp chế phẩm này.

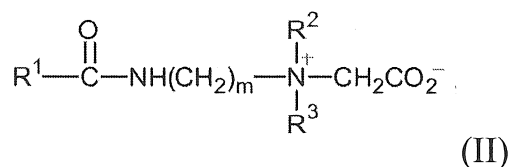
Để đạt được mục đích trên đây, theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất một chế phẩm làm sạch cá nhân chứa, trong pha liên tục ở thể nước:

(i) chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat với hàm lượng nằm trong khoảng từ 3% đến dưới 7% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng chế phẩm ở 100% hoạt tính, có công thức chung (I) :



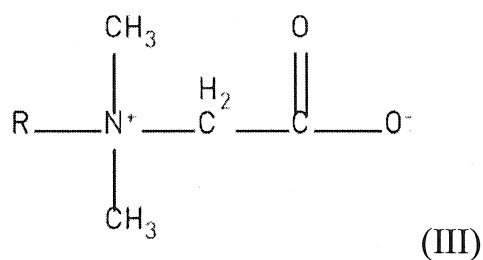
trong đó R được chọn từ các nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 10 đến 14 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng; n là chỉ số thể hiện mức độ etoxyl hóa trung bình và nằm trong khoảng từ 1,5 đến 2,5; và M là cation hòa tan;

(ii) chất hoạt động bề mặt betain được chọn từ chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain có công thức chung (II):



với m bằng 2 hoặc 3;  $\text{R}^1\text{C}(\text{O})$  được chọn từ các nhóm acyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng; và  $\text{R}^2$  và  $\text{R}^3$  được chọn không phụ thuộc nhau từ các nhóm alkyl, hydroxyalkyl hoặc cacboxyalkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng;

alkyl betain có công thức chung (III):



trong đó R là chuỗi coco,

và hỗn hợp của chúng; và

(iii) một hoặc nhiều chất có lợi phân tán được chọn từ các silicon được nhũ tương hóa có đường kính trung bình (D<sub>3,2</sub>) từ 4 micromet trở xuống.

trong đó tỷ lệ trọng lượng của (i) so với (ii) nằm trong khoảng từ 1:1 đến 4,5:1 và độ pH của chế phẩm là từ trong khoảng 3 đến 6,5; và

kết hợp cả (i) và (ii) có hàm lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 9% trọng lượng (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm);

và trong đó chế phẩm còn chứa chất điện phân vô cơ.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp chăm sóc tóc bao gồm bước đưa lên tóc một chế phẩm như được mô tả ở khía cạnh thứ nhất.

Ưu tiên là phương pháp này bao gồm thêm bước mát xa (xoa bóp) chế phẩm theo khía cạnh thứ nhất lên tóc và da đầu.

Ưu tiên là phương pháp này còn bao gồm thêm bước xả tóc.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Tất cả các trọng lượng phân tử được sử dụng trong tài liệu này là trọng lượng trung bình của phân tử, trừ khi có quy định khác.

Pha liên tục ở thể nước

Thuật ngữ “pha liên tục ở thể nước” là một pha liên tục với nước là nền.

Một cách phù hợp, chế phẩm đề cập theo sáng chế sẽ chứa nước với hàm lượng từ khoảng 75 đến khoảng 95%, ưu tiên là từ 85 đến 95%, ưu tiên hơn là từ 90 đến 95% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat

Chế phẩm đề cập trong sáng chế chứa (i) một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat có công thức chung (I)



trong đó R được chọn từ các nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 10 đến 14 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng; n là số thể hiện mức độ etoxyl hóa trung bình và trong khoảng từ 1,5 đến 2,5; và M là một cation hòa tan.

Ưu tiên R trong công thức chung (I) là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 10 đến 12 nguyên tử cacbon.

Ưu tiên M trong công thức chung (I) được chọn từ các cation kim loại kiềm (như natri hoặc kali), các amoni cation và các amoni cation thay thế (như alkylamoni, alkanolamoni hoặc glucammoni).

Chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat được sản xuất thương mại trong công thức chung (I) có thể được tạo ra bằng cách sulfat hóa etoxylate rượu béo được tạo ra bằng phản ứng của etylen oxit với rượu béo có công thức R-OH (trong đó R được xác định như trên). Phản ứng của rượu béo với etylen oxit thường tạo ra hỗn hợp các chất đồng đẳng là rượu polyetylen glycol ete. Rượu béo chưa phản ứng cũng có thể có trong hỗn hợp.

Sự phân bố đường cong của chất đồng đẳng thường hiển thị giới hạn cực đại trong khoảng từ n-3 đến n + 3, trong đó n biểu thị mức độ trung bình của sự etoxyl hóa trong công thức chung (I). Giá trị của n trong công thức chung có thể là số nguyên hoặc phân số, và có thể bị chi phối bởi các yếu tố như tỷ lệ mol ban đầu của etylen oxit so với rượu béo trong hỗn hợp phản ứng, nhiệt độ, thời gian và điều kiện xúc tác mà phản ứng xảy ra. N trung bình dao động từ 1,5 đến 2,5, ưu tiên là từ 1,7 đến 2,3, ưu tiên hơn là từ 1,8 đến 2,2. Các chất hỗn hợp có mức etoxyl hóa khác nhau có thể được sử dụng để đạt được mức độ etoxyl hóa trung bình trong phạm vi.

Đặc biệt ưu tiên là SLES với mức trung bình là 2EO (tức là natri lauryl ete sulfat mà trong đó có mức độ etoxyl hóa trung bình là  $n$  bằng 2,0). Một ví dụ thích hợp về chất này là TEXAPON® N 70 (ex BASF). Một ví dụ khác là natri pareth ete sulfat, ưu tiên là với mức trung bình là 2EO.

Tất cả lượng được đề cập ở đây dựa trên 100% hoạt tính trừ khi có quy định khác.

Tất cả lượng được đề cập ở đây dựa trên 100% hoạt tính (hoặc "hoạt động") trừ khi có quy định khác. Theo 100% hoạt tính (hoặc "hoạt động") được hiểu là chất không bị pha loãng và ở 100% thể tích hoặc trọng lượng. Nhiều chất được sử dụng trong các chế phẩm chăm sóc cá nhân được điều chế theo công thức có bán trên thị trường ở các nồng độ hoạt tính khác nhau, ví dụ ở 70% hoạt tính hoặc 60% hoạt tính. Ví dụ, 100 ml chất hoạt động bề mặt 70% hoạt tính cung cấp cùng một hàm lượng chất hoạt tính với 70 ml chất hoạt động bề mặt 100% hoạt tính. Do đó, để cung cấp cho sự biến đổi các hoạt động của chất, tất cả các lượng đều dựa trên 100% chất hoạt tính.

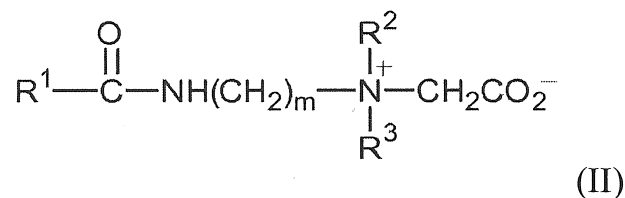
Pha liên tục ở thể nước chứa tổng lượng chất hoạt động bề mặt anion, lưỡng tính và ion lưỡng tính dưới đây bao gồm (i) và (ii). Điều này có nghĩa là, sẽ không có thêm chất hoạt động bề mặt anion, lưỡng tính và ion lưỡng tính nào trong các chế phẩm của sáng chế. Ưu tiên là, không có chất hoạt động bề mặt nào khác, ví dụ, chất hoạt động bề mặt không ion có mặt trong chế phẩm của sáng chế.

Hàm lượng chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat, ở 100% hoạt tính, của công thức chung (I) nằm trong khoảng từ 3 đến dưới 7% (ví dụ từ 3 đến 6,99%), ưu tiên là từ 3 đến 6,9%, ưu tiên hơn là từ 3 đến 6,5. %, thậm chí ưu tiên hơn là từ 3 đến 6%, thậm chí ưu tiên hơn nữa là từ 3 đến 5% và ưu tiên hơn cả là từ 3,25 đến 5% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Cụ thể chế phẩm được ưu tiên đặc biệt theo sáng chế, chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat của công thức chung (I) là SLES 2EO (tức là natri lauryl ete sulfat trong đó mức độ etoxyl hóa trung bình  $n$  bằng 2,0), với hàm lượng nằm trong khoảng từ 3 đến dưới 7%, ưu tiên hơn là từ 3 đến 6,5 (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

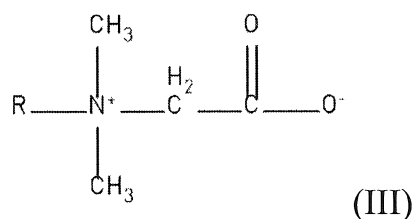
#### Amido betain CAPB

Chế phẩm của sáng chế chứa (ii) chất hoạt động bề mặt betain được chọn từ chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain có công thức chung (II):



với  $m$  là 2 hoặc 3;  $\text{R}^1\text{C}(\text{O})$  được chọn từ các nhóm acyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng; và mỗi  $\text{R}^2$  và  $\text{R}^3$  được chọn không phụ thuộc nhau từ các nhóm alkyl, hydroxyalkyl hoặc cacboxyalkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng;

alkyl betain có công thức chung (III):



Trong đó R là nhóm cocoyl,

và hỗn hợp của chúng.

Các betain amido có cấu trúc ion lưỡng tính khiến chúng mang tính lưỡng tính.

Ưu tiên,  $R^1C(O)$  của công thức chung (II) được chọn từ các nhóm acyl mạch thẳng có từ 8 đến 18 nguyên tử cacbon và 0, 1, 2 hoặc 3 liên kết đôi và hỗn hợp của chúng.

Ưu tiên,  $R^1C(O)$  của công thức chung (II) được chọn từ các nhóm lauroyl, myristoyl, palmitoyl, stearoyl, oleoyl và cocoyl và hỗn hợp của chúng. Ưu tiên hơn cả  $R^1C(O)$  của công thức chung (II) là một nhóm cocoyl.

Ưu tiên  $R^2$  và  $R^3$  của công thức chung (II) đều là metyl.

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

Hàm lượng chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain có công thức chung (II) và (III) ưu tiên là nằm trong khoảng từ 1 đến 3,5 trọng lượng, ưu tiên hơn là từ 1 đến 3% trọng lượng, ưu tiên hơn cả là từ 1,5 đến 2,5% trọng lượng (dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Trong chế phẩm được ưu tiên theo sáng chế, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain có công thức chung (II) là cocamidopropyl betain, với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 3% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

R của công thức chung (III) là nhóm cocoyl. Ưu tiên đây là sự pha trộn của các chuỗi cacbon dẫn đến chiều dài chuỗi cacbon trung bình là 12.

Tổng lượng của (i) và (ii) nằm trong khoảng từ 5 đến 10% trọng lượng, ưu tiên là từ 5 đến 9% trọng lượng (dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Ưu tiên tỷ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat (i) so với chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain (ii) nằm trong khoảng từ 1:1

đến 4:1 [4,5:1?], ưu tiên hơn là từ 1,5:1 đến 3,75:1 và ưu tiên hơn cả là từ 2:1 đến 3,5:1.

Đặc biệt chế phẩm được ưu tiên theo sáng chế chứa (i) SLES 2EO với hàm lượng khoảng từ 3 đến dưới 7% trọng lượng (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm và 100% chất hoạt tính); và (ii) cocamidopropyl betain với hàm lượng khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm và 100% chất hoạt tính).

#### Độ pH

Độ pH của chế phẩm theo sáng chế khoảng từ 3 đến 6,5, ưu tiên là từ 3 đến 5,1, ưu tiên hơn là từ 3,5 đến 5.

#### Chất có ích - silicon nhũ tương

Thành phần của sáng chế chứa (iii) một hoặc nhiều chất có ích phân tán được chọn từ các silicon nhũ tương có đường kính trung bình (D3,2) từ 4 micromet trở xuống;

Thuật ngữ “Chất có ích” trong ngữ cảnh của sáng chế này bao gồm các chất có thể mang lại lợi ích cho tóc và/hoặc da đầu và/hoặc da (ưu tiên là tóc và/ hoặc da đầu).

Việc bao gồm silicon nhũ tương trong chế phẩm của sáng chế thường có đường kính giọt trung bình (D3,2) từ 4 micromet trở xuống. Ưu tiên đường kính giọt trung bình (D3,2) là 1 micromet hoặc nhỏ hơn, ưu tiên hơn là 0,5 micromet hoặc nhỏ hơn, và ưu tiên hơn cả là 0,25 micromet trở xuống.

Một phương pháp phù hợp để đo đường kính giọt trung bình (D3,2) là bằng phương pháp tán xạ ánh sáng laze sử dụng một thiết bị như Malvern Mastersizer.

Các silicon phù hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm polydiorganosiloxan, cụ thể là polydimethylsiloxan (dimethicon), polydimethyl siloxan có nhóm cuối hydroxyl (dimethiconol) và polydimethylsiloxan chức năng amin (amodimethicones).

Các silicon như vậy ưu tiên là không bay hơi (với áp suất hơi dưới 1000 Pa ở 25°C), và ưu tiên là có trọng lượng phân tử lớn hơn 100000, ưu tiên hơn là lớn hơn 250000.

Ưu tiên các silicon như vậy có độ nhớt động học lớn hơn 50000 cS ( $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ) và ưu tiên hơn là độ nhớt động học lớn hơn 500000 cS ( $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ). Độ nhớt động học silicon trong phạm vi sáng chế này được đo ở 25°C và có thể được đo bằng máy đo độ nhớt mao dẫn thủy tinh như được nêu thêm trong Phương pháp thử nghiệm công ty Dow Corning CTM004 ngày 20 tháng 7 năm 1970.

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

Ví dụ về silicon nhũ tương được tạo sẵn phù hợp bao gồm nhũ tương DC2-1766, DC2-1784, DC-1785, DC-1786, DC-1788, DC-1310, DC-7123, DC-7051 và 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. Cũng phù hợp là nhũ tương amodimethicon như DC939 (từ Dow Corning) và SME253 (từ GE Silicons).

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

Được ưu tiên trong chế phẩm của sáng chế, hàm lượng silicon nhũ tương (tính theo thành phần hoạt tính) từ 0,1 đến 4%, ưu tiên hơn là từ 0,5 đến 2% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

#### Polyme Cationic

Ưu tiên là, chế phẩm của sáng chế còn bao gồm một hoặc nhiều polyme cation. Các polyme như vậy có thể cải thiện cấp phối các chất điều hòa và do đó cải thiện lợi ích điều hòa thu được.

Các polyme cation được sử dụng phù hợp trong sáng chế có mật độ điện tích cation khoảng từ 0,3 đến 4 meq/g, ưu tiên là từ khoảng 0,4 đến khoảng 3,5 meq/g. Thuật ngữ "mật độ điện tích cation" trong ngữ cảnh của sáng chế này đề cập đến tỷ lệ của số điện tích dương trên một đơn vị monome mà polyme chứa trọng lượng phân tử của đơn vị monome. Mật độ điện tích nhân với trọng lượng phân tử polyme xác định số lượng vị trí tích điện dương trên một chuỗi polyme nhất định. Mật độ điện tích cation có thể được xác định theo phương pháp Kjeldahl. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ nhận ra rằng mật độ điện tích của các polyme chứa amin có thể biến đổi tùy thuộc vào độ pH và điểm đẳng điện của các nhóm amin. Mật độ điện tích phải nằm trong giới hạn trên ở độ pH dự kiến sử dụng.

Các polyme cation thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm các dẫn xuất polysaccharid cation, chẳng hạn như các dẫn xuất cation xenluloza, các dẫn xuất tinh bột cation, và các dẫn xuất gồm guar cation.

Các dẫn xuất polysaccharide cation được ưu tiên sử dụng trong sáng chế bao gồm các dẫn xuất gồm guar cation và các dẫn xuất cation xenluloza.

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

Guar hydroxypropyltrimethylammoni clorua được sử dụng trong sáng chế thường có trọng lượng phân tử trung bình (trọng lượng phân tử trung bình trọng ( $M_w$ ) được xác định sự loại trừ kích thước bằng phép sắc) trong khoảng 500000 đến 3 triệu g/mol, ưu tiên hơn là 800000 đến 2,5 triệu g/mol.

Guar hydroxypropyltrimethylammoni clorua được sử dụng trong sáng chế (ưu tiên hơn cả là guar hydroxypropyltrimethylammoni clorua) thường có mật độ điện tích 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-oxyethanediyl) -2-hydroxy-3-trimethylamoni propyl clorua ete xenluloza (INCI: Polyquaternium-10).

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

Chế phẩm thường thấy theo sáng chế có hàm lượng polyme cation nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5%, và ưu tiên là khoảng từ 0,15 đến 0,2% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Trong chế phẩm ưu tiên theo sáng chế, một hoặc nhiều polyme cation được chọn từ guar hydroxypropyltrimethylammoni clorua có  $M_w$  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 hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,2% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

#### Các chất tạo cấu trúc

Ưu tiên là, chế phẩm của sáng chế còn chứa một hoặc nhiều chất tạo cấu trúc để hỗ trợ quá trình định chỉ chất có ích phân tán và việc cấp phối. Các chất tạo cấu trúc phù hợp bao gồm axit polyacrylic, axit polymetacrylic, polyme liên kết chéo của axit acrylic, polyme liên kết chéo của axit metacrylic, copolyme của axit acrylic với một monome kỵ nước, copolyme của axit metacrylic với một monome kỵ nước, copolyme của monome chứa axit cacboxylic và este acrylic, copolyme của monome chứa axit cacboxylic và este metacrylic, copolymer liên kết chéo của axit acrylic và este acrylat, copolyme liên kết chéo của axit metacrylic và este acrylat gồm hetepolysaccharid và các dẫn xuất acyl mạch dài kết tinh.

Các chất tạo cấu trúc ưu tiên được chọn từ axit polyacrylic, axit polymetacrylic, polyme liên kết chéo của axit acrylic, polyme liên kết chéo của axit metacrylic và hỗn hợp của chúng.

Hỗn hợp của bất kỳ chất tạo cấu trúc nào ở trên đều có thể sử dụng.

Khi bao gồm, tổng lượng chất tạo cấu trúc nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10%, ưu tiên là từ 0,1 đến 3%, ưu tiên hơn là từ 0,2 đến 2%, ưu tiên hơn cả là từ 0,3 đến 0,9% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Chế phẩm được ưu tiên chứa chất tạo cấu trúc được chọn từ axit polyacrylic, axit polymetacrylic, polyme liên kết chéo của axit acrylic, polyme liên kết chéo của axit metacrylic và hỗn hợp của chúng với hàm lượng từ 0,1 đến 10%, ưu tiên là từ 0,1 đến 3%, ưu tiên hơn là từ 0,2 đến 2%, ưu tiên hơn cả là từ 0,3 đến 0,9% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

### Chất điện phân - độ nhớt

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, một cách bất ngờ, các chế phẩm của sáng chế có thể tạo độ nhớt rất tốt. Do đó, có khả năng tạo độ nhớt ở nồng độ thấp hơn ở 2EO tốt hơn so với ở tỷ lệ không làm giàu chất lượng tính thông thường ở 1 EO. Đây là lợi thế nữa của sáng chế.

Thành phần của sáng chế bao gồm ít nhất một chất điện phân vô cơ. Chất điện phân vô cơ có thể được sử dụng để giúp tạo độ nhớt cho chế phẩm.

Độ nhớt của chế phẩm nằm trong khoảng từ 2500 đến 20000 mPa.s, ưu tiên là từ 3000 đến 15000 mPa.s, ưu tiên hơn nữa là từ 4000 đến 12000 mPa.s khi được đo bằng máy đo độ nhớt Brookfield V2 (trục chính RTV5, 1 phút, 20 vòng/phút) ở 30°C.

Ở phạm vi này, các sản phẩm của các tác giả sáng chế đổ ra mà vẫn đủ độ đặc để làm hài lòng người tiêu dùng về độ đặc của chế phẩm.

Các chất điện phân vô cơ phù hợp bao gồm clorua kim loại (như natri clorua, kali clorua, canxi clorua, magie clorua, kẽm clorua, clorua sắt và clorua nhôm) và sunfat kim loại (như natri sunfat và magie sunfat).

Mục đích là chất điện phân vô cơ được tách biệt khỏi bất kỳ chất điện phân vô cơ nào có trong chất thô của sáng chế.

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

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

Hàm lượng chất điện phân vô cơ trong các chế phẩm của sáng chế thường nằm trong khoảng từ 0,5 đến 25%, ưu tiên là từ 0,75 đến 15%, ưu tiên hơn là từ 1

đến 5%, ưu tiên hơn cả là từ 1 đến 3% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của thành phần).

#### Chất bảo quản

Chế phẩm làm sạch cá nhân ưu tiên chứa một hoặc nhiều chất bảo quản, được chọn từ natri benzoat, natri salicylat, rượu benzyl, phenoxyetanol, 1,2-ankan, Iodopropynyl butylcarbamate (IPBC), 5-clo-2-metyl-2H-isothiazol-3- một, 2-metyl-2H-isothiazol-3-on, hoặc các hỗn hợp của chúng. Chất bảo quản được ưu tiên nhất là natri benzoat.

Chế phẩm ưu tiên có độ pH từ 3 đến 5,1 và chứa chất bảo quản là natri benzoat.

Ưu tiên là, các chế phẩm trong sáng chế không chứa hoạt chất trị gàu, ưu tiên hơn cả là không chứa pyrethrin kẽm. Trong bối cảnh của sáng chế, không chứa được hiểu là có hàm lượng ít hơn 0,4% trọng lượng, ưu tiên là nhỏ hơn 0,1% trọng lượng, ưu tiên hơn là nhỏ hơn 0,05% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa là nhỏ hơn 0,001% trọng lượng, thậm chí ưu tiên hơn nữa là nhỏ hơn 0,0001 % trọng lượng, và ưu tiên hơn cả là 0% trọng lượng của hoạt tính trị gàu theo trọng lượng của tổng chế phẩm.

#### Các thành phần tùy chọn khác

Chế phẩm của sáng chế có thể chứa các thành phần tùy chọn khác để nâng cao công năng và/hoặc khả năng chấp nhận của người tiêu dùng. Ví dụ về các thành phần như vậy bao gồm hương thơm, thuốc nhuộm và chất màu, chất điều chỉnh độ pH và chất bảo quản hoặc chất kháng khuẩn. Mỗi thành phần này sẽ có một lượng hiệu quả để thực hiện mục đích của nó. Nói chung, các thành phần tùy chọn này được bao gồm riêng lẻ với hàm lượng lên đến 5% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).

Chế phẩm của sáng chế chủ yếu dùng lên cơ thể, ưu tiên hơn cả là tóc và da đầu.

Ưu tiên hơn cả là chế phẩm của sáng chế được áp dụng lên tóc và sau đó được mát xa lên tóc và da đầu. Sau đó, chế phẩm này được rửa sạch khỏi tóc và da đầu bằng nước trước khi làm khô tóc.

Sáng chế sẽ được minh họa thêm bằng các ví dụ sau đây, các ví dụ không giới hạn.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Chế phẩm dầu gội đầu được điều chế theo công thức làm sạch tóc bằng dung dịch thể nước được điều chế, có các thành phần như thể hiện trong bảng dưới đây.

Tất cả các loại dầu gội đầu được điều chế theo phương pháp sau:

1. Một chiếc bình đã được nạp nước. Chất hoạt động bề mặt và bất kỳ chất tạo cấu trúc nào được khuấy thêm vào
2. Hỗn hợp được đun nóng đến 30°C và trộn cho đến khi hoàn toàn đồng nhất.
3. Bất kỳ polyme cation và silicon nhũ tương nào được thêm vào sau đó và được trộn đều.
4. Bất kỳ chất bảo quản và nước hoa được thêm vào.
5. Độ pH được điều chỉnh đến độ pH 4,5 bằng cách sử dụng axit xitric.
6. Muối sau đó được thêm vào để điều chỉnh độ nhớt.

Các phương pháp mô tả đặc tính sau đã được sử dụng:

Đo độ nhớt

Độ nhớt của các chế phẩm trong các ví dụ này được đo bằng máy đo độ nhớt Brookfield V2 (trục chính RTV5, 1 phút, 20 vòng/phút) ở 30°C.

#### Đặc tính bột

Thể tích bột được đo bằng phương pháp sau:

- Cho vết bản có dầu (0,02g) và dầu gội đầu (2g) vào ống đong 250ml và cho nước đến tổng cộng 20g.
- Chất lỏng được xoáy (5 giây) để bắt đầu trộn dầu gội đầu.
- Xylanh được đảo ngược 10 lần (theo một chuyển động ổn định, có thể lặp lại) và để trong 30 giây trước khi chiều cao của bột được ghi lại (Phép đọc hình thành bột nhanh).
- Sau đó, xylanh được lắc thêm 20 lần, để trong 30 giây và chiều cao bột được ghi lại.
- Cuối cùng, xylanh được lắc thêm 30 lần nữa, để trong 30 giây và nồng độ bột được ghi lại (Phép đọc thể tích bột).
- Bước này được lặp lại ba lần cho mỗi công thức dầu gội đầu và tính trung bình và độ lệch chuẩn cho mỗi điểm được tính.

#### Sự lắng đọng silicon

Búi tóc nguyên dạng ban đầu được chăm sóc bằng các chế phẩm như sau:

Tóc được gội bằng các chế phẩm của các ví dụ sử dụng theo phương pháp sau:

Búi tóc được giữ dưới vòi nước chảy trong 30 giây, chế phẩm được áp dụng với hàm lượng 0,1 ml chế phẩm trên 1g tóc và xoa vào tóc trong 30 giây. Bột thừa

được loại bỏ bằng cách giữ dưới vòi nước chảy trong 30 giây và áp dụng chế phẩm lặp lại. Xả tóc dưới vòi nước trong 30 giây.

Các búi tóc được làm khô trước khi nồng độ silicon được định lượng bằng phương pháp huỳnh quang tia x (XRF).

#### Tính dịu nhẹ đối với protein

Thử nghiệm màu được dùng để đo mức độ hư hại của protein Zein, mà đã được xử lý bằng thuốc nhuộm màu xanh, khi tiếp xúc với chế phẩm dầu gội đầu. Protein được ngâm trong dung dịch có thể nước 10% của chế phẩm thử nghiệm trong 10 phút. Mức độ thiệt hại được biểu thị bằng lượng thuốc nhuộm xanh tiết ra. Thuốc nhuộm càng sẫm màu, chế phẩm càng khắc nghiệt.

#### Hiệu quả làm sạch

Các chế phẩm đã được thử nghiệm về khả năng làm sạch vết bẩn có dầu (ky nước) có chứa dấu kiểm tra bằng dầu được brom hóa. Các búi tóc được chăm sóc bằng cách với một nồng độ đã biết của vết bẩn có dầu với dấu kiểm tra được brom hóa. Các búi tóc “săn đất” được rửa sạch bằng cách chăm sóc với chế phẩm thử nghiệm (0,1ml sản phẩm thử nghiệm cho mỗi g tóc), áp dụng lên tóc 30 giây và xả 30 giây. Các búi tóc được làm khô và dấu kiểm tra bằng dầu được brom hóa còn lại trên tóc được xác định bằng XRF và được sử dụng để tính toán hiệu quả làm sạch của chế phẩm thử nghiệm.

Dầu gội đầu 1a, 1b và 1c là những ví dụ minh họa, mô tả tác dụng làm giảm nồng độ.

Ví dụ 3b, 3d, 3f và 4b đại diện cho các công thức theo sáng chế.

Các ví dụ 3a, 3c, 3e và 4a là các ví dụ so sánh.

Ví dụ 1: Ảnh hưởng chung đến độ nhớt của việc giảm nồng độ chất hoạt động bề mặt; dầu gội đầu 1a, 1b và 1c

Như đã được biết, việc giảm nồng độ chất hoạt động bề mặt trong dầu gội đầu giúp cải thiện tính dịu nhẹ nhưng cũng ảnh hưởng trực tiếp đến độ nhớt. Điều này được minh họa bằng các ví dụ sau đây.

Dầu gội đầu 1a, 1b và 1c với nồng độ chất hoạt động bề mặt là 13,6, 10,2 và 6,8% trọng lượng được chuẩn bị như đã nêu trên và độ nhớt của từng chế phẩm được đo.

Bảng 1: Hàm lượng (% trọng lượng) thành phần trong dầu gội đầu 1a, 1b và 1c

| Thành phần<br>(INCI và/hoặc tên thương mại)             | % hoạt<br>tính | 1a    | 1b    | 1c   |
|---------------------------------------------------------|----------------|-------|-------|------|
| Natri Lauryl Ete Sulfat<br>(1EO)/Texapon N701<br>(SLES) | 70             | 17,14 | 12,86 | 8,57 |
| Cocamidopropyl betain/Tego<br>betain CK KB5<br>(CAPB)   | 30             | 5,33  | 4     | 2,67 |
| Guar<br>hydroxypropyltrimethylammoni<br>clorua          | 100            | 0,2   | 0,2   | 0,2  |
| Natri Benzoat                                           | 100            | 0,5   | 0,5   | 0,5  |

|                                                                  |     |                  |                  |                  |
|------------------------------------------------------------------|-----|------------------|------------------|------------------|
| Dinatri Etylen diamin tetra<br>axit axetic                       | 100 | 0,05             | 0,05             | 0,05             |
| Axit xitric                                                      | 100 | độ pH<br>tới 4,5 | độ pH<br>tới 4,5 | độ pH<br>tới 4,5 |
| Natri clorua                                                     | 100 | 3                | 3                | 3                |
| Cacbomer                                                         | 100 | 0,4              | 0,4              | 0,4              |
| Hương liệu                                                       | 100 | 0,5              | 0,5              | 0,5              |
| Dimethiconol/TEA-<br>dodecylbenzen sulfonat                      | 50  | 2                | 2                | 2                |
| Nước                                                             | 100 | tới 100%         | tới 100%         | tới 100%         |
| Tỷ lệ chất hoạt động bề mặt<br>(SLES:CAPB); ở 100 % hoạt<br>tính |     | 7,5:1            | 7,5:1            | 7,5:1            |

Bảng 2: Độ nhớt của dầu gội đầu 1a, 1b và 1c.

|    | Nồng độ (% trọng lượng)<br>của chất hoạt động bề mặt<br>(ở 100 % hoạt tính) | Độ nhớt<br>(cP) |
|----|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------|
| 1a | 13,6 %                                                                      | 24,750          |
| 1b | 10,2 %                                                                      | 12,100          |
| 1c | 6,8 %                                                                       | 2,700           |

Nhận thấy rằng, khi nồng độ chất hoạt động bề mặt giảm, độ nhớt bị giảm và các sản phẩm trở nên loãng tới mức không thể chấp nhận được.

Ví dụ 2: Ảnh hưởng của mức EO đến thể tích bột và lắng đọng silicon; dầu gội đầu 3a, 3b, 3c, 3d, 3e và 3f

Chế phẩm dầu gội đầu, 3a đến 3f có mức độ etoxyl hóa từ 1EO đến 3EO được chuẩn bị. Các thành phần của 3a và 3b được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3: Hàm lượng (% trọng lượng) các thành phần trong dầu gội đầu 3a - 3f

| INCI và/hoặc tên thương mại                       | (%)<br>hoạt<br>tính | 3a   | 3b   | 3c    | 3d    | 3e    | 3f    |
|---------------------------------------------------|---------------------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| Natri Lauyl Ete Sulfat<br>(1EO) / Texapon N701    | 70                  | 4,86 | -    | 9,57  |       |       | 4,79  |
| Natri Lauyl Ete Sulfat<br>(2EO) / Texapon N70     | 70                  | -    | 4,86 |       | 9,57  |       |       |
| Natri Lauyl Ete Sulfat<br>(3EO) / Texapon N703 GT | 70                  |      |      |       |       | 9,57  | 4,79  |
| Cocamidopropyl betain/ Tego<br>betain CK KB5      | 30                  | 5,33 | 5,33 | 11,00 | 11,00 | 11,00 | 11,00 |
| Guar<br>hydroxypropyltrimethylammoni<br>clorua    | 100                 | 0,2  | 0,2  | 0,2   | 0,2   | 0,2   | 0,2   |
| Natri Benzoat                                     | 100                 | 0,5  | 0,5  | 0,5   | 0,5   | 0,5   | 0,5   |

|                                                                  |     |                        |                        |                        |                        |                        |                        |
|------------------------------------------------------------------|-----|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| Axit dinatri etylen diamin tetra<br>axetic                       | 100 | 0,05                   | 0,05                   | 0,05                   | 0,05                   | 0,05                   | 0,05                   |
| Axit xitric                                                      | 100 | độ<br>pH<br>tối<br>4,5 | độ<br>pH<br>tối<br>4,5 | độ<br>pH<br>tối<br>4,5 | độ<br>pH<br>tối<br>4,5 | độ<br>pH<br>tối<br>4,5 | độ<br>pH<br>tối<br>4,5 |
| Natri clorua                                                     | 100 | 3                      | 3                      | 0                      | 0,13                   | 0,86                   | 0,17                   |
| Cacbomer                                                         | 100 | 0,4                    | 0,4                    | 0,4                    | 0,4                    | 0,4                    | 0,4                    |
| Hương liệu                                                       | 100 | 0,5                    | 0,5                    | 0,5                    | 0,5                    | 0,5                    | 0,5                    |
| Dimethiconol/TEA-<br>dodecylbenzen sulfonat                      | 50  | 2                      | 2                      | 2                      | 2                      | 2                      | 2                      |
| Nước                                                             | 100 | tối<br>100             | tối<br>100             | tối<br>100             | tối<br>100             | tối<br>100             | tối<br>100             |
| Tỷ lệ chất hoạt động bề mặt<br>(SLES:CAPB); ở 100 % hoạt<br>tính |     | 2,1:1                  | 2,1:1                  | 2:1                    | 2:1                    | 2:1                    | 2:1                    |

Sau đó, thể tích bột và sự lắng đọng silicon của các công thức được kiểm tra, và kết quả được thể hiện trong Bảng 4 và 5.

Bảng 4: Thể tích bột và sự lắng đọng silicon của dầu gội đầu 3a và 3b

|    | Nồng độ etoxyl<br>hóa | Thể tích bột, ml | Sự lắng đọng<br>silicon, ppm |
|----|-----------------------|------------------|------------------------------|
| 3a | 1EO                   | 69               | 14                           |
| 3b | 2EO                   | 103              | 362                          |

Ngạc nhiên là, việc sử dụng chất hoạt động bề mặt có ethoxyl hóa trung bình là 2EO dẫn đến thể tích bột và sự lắng đọng silicon cao hơn đáng kể so với chất hoạt động bề mặt 1 EO tương ứng.

Bảng 5: Sự lắng đọng silicon trên tóc được xử lý bằng dầu gội đầu 3c đến 3f

|    | Nồng độ etoxyl hóa         | Sự lắng đọng silicon, ppm |
|----|----------------------------|---------------------------|
| 3c | 1EO                        | 125                       |
| 3d | 2EO                        | 327                       |
| 3e | 3EO                        | 78                        |
| 3f | 1EO+3EO hòa lẫn = 2EO ave. | 236                       |

Nhận thấy rằng sự lắng đọng của bột và silicon được cải thiện rất nhiều bằng cách sử dụng mức ethoxyl hóa trung bình là 2 EO.

Hơn nữa, hỗn hợp 1 + 3EO (trung bình 2EO), cung cấp tác dụng hợp lực lên sự lắng đọng silicon so với 3EO và 1EO đơn lẻ.

Ví dụ 3: Tính dịu nhẹ của dầu gội đầu 4a và 4b

Chế phẩm trong sáng chế đã được thử nghiệm tính dịu nhẹ đối với protein, so sánh (4b) với sản phẩm (4a).

Chế phẩm dầu gội đầu, 4a và 4b có nồng độ etoxyl hóa tương ứng là 1EO và 2EO đã được chuẩn bị. Các thành phần trong 4a và 4b được thể hiện trong Bảng 6.

Bảng 6: Hàm lượng (% trọng lượng) các thành phần trong dầu gội đầu 4a và 4b

| INCI và/hoặc tên thương mại | % hoạt tính | 4a | 4b |
|-----------------------------|-------------|----|----|
|                             |             |    |    |

|                                                               |     |                  |                  |
|---------------------------------------------------------------|-----|------------------|------------------|
| Natri Lauyl Ete Sulfat<br>(1EO)/Texapon N701                  | 70  | 17,14            |                  |
| Natri Lauyl Ete Sulfat<br>(2EO)/Texapon N70                   | 70  |                  | 4,86             |
| Cocamidopropyl betain/Tego betain CK<br>KB5                   | 30  | 5.33             | 5.33             |
| Guar hydroxypropyltrimethylammoni<br>clorua                   | 100 | 0.2              | 0.2              |
| Natri Benzoat                                                 | 100 | 0.5              | 0.5              |
| Dinatri Etylen diamin tetra acetic axit                       | 100 | 0.05             | 0.05             |
| Axit xitric                                                   | 100 | độ pH<br>tối 4.5 | độ pH<br>tối 4.5 |
| Natri clorua                                                  | 100 | 2                | 3                |
| Cacbomer                                                      | 100 | 0.4              | 0.4              |
| Hương liệu                                                    | 100 | 0.5              | 0.5              |
| Dimethiconol/TEA-dodecylbenzen<br>sulfonat                    | 50  | 2                | 2                |
| Nước                                                          | 100 | tối 100%         | tối<br>100%      |
| Tỷ lệ chất hoạt động bề mặt<br>(SLES:CAPB); ở 100 % hoạt tính |     | 7.5:1            | 2.1:1            |

Tính dịu nhẹ của công thức 4a và 4b được kiểm tra bằng phương pháp protein Zein và kết quả được thể hiện trong Bảng 7.

Bảng 7: Tính dịu nhẹ đối với protein của dầu gội đầu 4a và 4b

|    | Nồng độ etoxyl hóa | Tính dịu nhẹ đối với protein (giải phóng thuốc nhuộm xanh) (b*) |
|----|--------------------|-----------------------------------------------------------------|
| 4a | 1EO                | -10.5                                                           |
| 4b | 2EO                | -1.3                                                            |

Quan sát thấy là dầu gội đầu theo sáng chế (4b) cường tính dịu nhẹ cho protein đã tăng so sánh với chế phẩm (4a).

Ví dụ 4: Hiệu quả làm sạch của dầu gội đầu 4a và 3c-3f

Các chế phẩm trong sáng chế (3d và 3f) đã được thử nghiệm về hiệu quả làm sạch, sử dụng vết bẩn có dầu được brom hóa như mô tả ở trên, so sánh với các chế phẩm 3c, 3e và 4a.

Bảng 8: Hiệu quả làm sạch của dầu gội đầu 4a và 3c - 3f

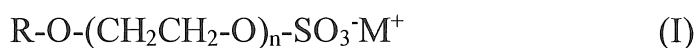
|    | Nồng độ etoxyl hóa / Tổng nồng độ của chất hoạt động bề mặt / SLES:CAPB ratio | Sự lắng đọng silicon, ppm | Hiệu quả làm sạch, % (vết bẩn có dầu) |
|----|-------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|---------------------------------------|
| 4a | 1EO/13,6%/7,5:1                                                               | 280                       | 87                                    |
| 3c | 1EO/10%/2:1                                                                   | 125                       | 95                                    |
| 3d | 2EO/10%, 2:1                                                                  | 327                       | 94                                    |
| 3e | 3EO/10%, 2:1                                                                  | 78                        | 96                                    |
| 3f | 1EO+3EO/10%/2:1                                                               | 236                       | 94                                    |

Kết quả cho thấy rằng các chế phẩm trong sáng chế mang lại hiệu quả làm sạch tốt mà không ảnh hưởng đến mức độ lắng đọng của silicon. Cụ thể, mặc dù có hàm lượng chất hoạt động bề mặt cao hơn, hiệu quả tẩy rửa của 4a lại tương đối kém.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

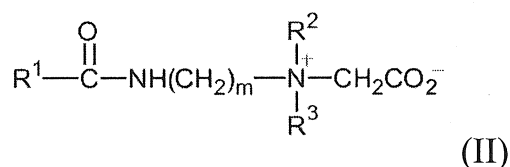
1. Chế phẩm làm sạch cá nhân chứa, trong pha liên tục ở thể nước, tổng lượng chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính và chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính gồm có:

(i) chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat với hàm lượng từ trong khoảng từ 3% đến dưới 7% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng chế phẩm ở 100% hoạt tính, có công thức chung (I) :



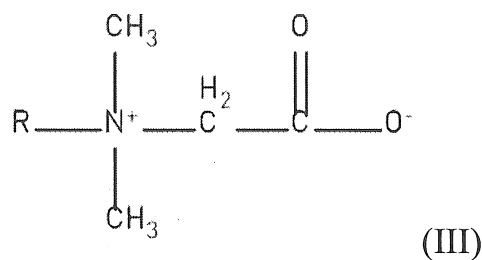
trong đó R được chọn từ các nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 10 đến 14 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng; n là chỉ số thể hiện mức độ etoxyl hóa trung bình và trong khoảng từ 1,5 đến 2,5; và M là cation hòa tan;

(ii) chất hoạt động bề mặt betain được chọn từ chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain có công thức chung (II):



với m bằng 2 hoặc 3;  $\text{R}^1\text{C}(\text{O})$  được chọn từ các nhóm acyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng; và  $\text{R}^2$  và  $\text{R}^3$  được chọn không phụ thuộc nhau từ các nhóm alkyl, hydroxyalkyl hoặc cacboxyalkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon và hỗn hợp của chúng;

alkyl betain có công thức chung (III):



trong đó R là chuỗi coco,

và hỗn hợp của chúng; và

(iii) một hoặc nhiều chất có lợi phân tán được chọn từ các silicon được nhũ tương hóa có đường kính trung bình (D3,2) từ 4 micromet trở xuống; và

trong đó tỷ lệ trọng lượng của (i) so với (ii) nằm trong khoảng từ 1:1 đến 4,5:1 và độ pH của chế phẩm từ 3 đến 6,5; và

kết hợp cả (i) và (ii) có hàm lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 9% trọng lượng (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm);

và trong đó chế phẩm còn chứa chất điện phân vô cơ.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chất hoạt động bề mặt anion alkyl ete sulfat của công thức chung (I) là SLES 2EO, với hàm lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 6% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm và ở 100% hoạt tính).
3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chất hoạt động bề mặt lưỡng tính amido betain có công thức chung (II) là cocamidopropyl betain, với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 3,5% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).
4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ trọng lượng của (i) so với (ii) nằm trong khoảng từ 1,5:1 đến 4:1.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hàm lượng silicon được nhũ tương hóa (tính theo thành phần hoạt tính) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).
6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, chứa lượng chất điện phân vô cơ với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,25 đến 25% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.
7. Chế phẩm làm sạch cá nhân theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm còn chứa thêm một hoặc nhiều chất tạo cấu trúc được chọn từ axit polyacrylic, axit polymetacrylic, polyme liên kết chéo của axit acrylic, polyme liên kết chéo của axit metacrylic và hỗn hợp của chúng.
8. Chế phẩm làm sạch cá nhân theo điểm 7, trong đó có chất tạo cấu trúc có mặt với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% trọng lượng.
9. Chế phẩm làm sạch cá nhân theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm còn chứa thêm một hoặc nhiều chất bảo quản, được chọn từ natri benzoat, natri salicylat, rượu benzyl, phenoxyetanol, 1,2-alkanediol, Iodopropynyl butylcarbammat (IPBC), 5-clo-2- metyl-2H-isothiazol-3-on, 2-metyl-2H-isothiazol-3-on, hoặc hỗn hợp của chúng.
10. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chế phẩm còn chứa thêm một hoặc nhiều polyme cation được chọn từ guar hydroxypropyltrimetylammoni clorua có  $M_w$  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 hàm lượng dao động từ 0,15 đến 0,2% (tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm).
11. Phương pháp chăm sóc tóc bao gồm bước đưa chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ điểm 1 đến điểm 10 lên tóc.