



(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)



1-0049912

(51)^{2020.01} A61K 8/34; A61Q 5/12; A61K 8/898; (13) B
A61K 8/41; A61K 8/58

(21) 1-2021-03611

(22) 28/11/2019

(86) PCT/EP2019/082825 28/11/2019

(87) WO2020/126377 A1 25/06/2020

(30) 18214090.5 19/12/2018 EP

(45) 25/08/2025 449

(43) 25/08/2021 401A

(73) Unilever Global IP Limited (GB)

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

(72) BARFOOT Richard Jonathan (GB); COOKE Michael James (GB); MENDOZA
FERNANDEZ Cesar Ernesto (GB); PRICE Paul Damien (GB).

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

(54) CHẾ PHẨM XẢ DƯỠNG TÓC ĐỂ CẢI THIỆN ĐỘ KẾT BÁM VÀ PHƯƠNG
PHÁP LÀM TĂNG ĐỘ KẾT BÁM

(21) 1-2021-03611

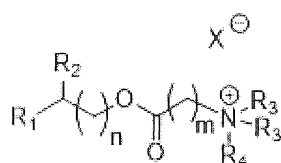
(57) Chế phẩm có chứa:

(i) chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation, mạch thẳng với hàm lượng từ 0,01 đến 10% trọng lượng;

(ii) chất béo mạch thẳng với hàm lượng từ 0,1 đến 10% trọng lượng;

(iii) chất có lợi dạng hạt;

(iv) chất đồng hoạt động bề mặt cation phân nhánh, được chọn từ cấu trúc 1 với hàm lượng từ 0,01 đến 5% trọng lượng, ở 100% hoạt tính



Cấu trúc 1

trong đó:

- R₁ và R₂ gồm các chuỗi alkyl mạch thẳng, bão hòa hoặc không bão hòa, với độ dài mạch cacbon-cacbon từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon; ưu tiên hơn là từ 8 đến 12 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn cả là từ 6 đến 10 nguyên tử cacbon,

- n có phạm vi từ 0 đến 10, ưu tiên được chọn từ 0 và 1;

- m có phạm vi từ 1 đến 6, ưu tiên được chọn từ 1 và 2;

- R₃ gồm chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn là từ 1 đến 2 nguyên tử cacbon;

- R₄ gồm một proton hoặc chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 1 đến 2 nguyên tử cacbon; và

- X là anion hữu cơ hoặc vô cơ;

trong đó, tỷ lệ mol của chất đồng hoạt động bề mặt cation phân nhánh (iv) so với chất hoạt động bề mặt cation mạch thẳng (i) nằm trong khoảng từ 1:20 đến 1:1, ưu tiên là từ 1:1, ưu tiên hơn cả là từ 1:5 đến 1:2 cung cấp độ kết bám các chất có lợi vượt trội.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các chế phẩm xả dưỡng, có chứa chất đồng hoạt động bề mặt mạch nhánh, để chăm sóc tóc, gồm có chất có lợi, ví dụ như silicon, kết bám lên tóc trong quá trình sử dụng và đặc biệt đề cập đến chế phẩm xả dưỡng có thể làm tăng lượng chất có lợi kết bám lên tóc.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong các chế phẩm chăm sóc cá nhân, chẳng hạn như chế phẩm chăm sóc tóc, kết bám và cấp phối các chất có lợi thường là các yếu tố hàng đầu ảnh hưởng đến hiệu năng của sản phẩm. Ví dụ như, nhiều sản phẩm dưỡng tóc trên thị trường hiện nay tác động để mang lại lợi ích cho tóc bằng cách làm kết bám các chất có lợi như hương liệu, silicon và các hoạt chất phục hồi hư tổn lên tóc trong quá trình gội và chăm sóc.

Tuy nhiên, người tiêu dùng phản ánh sự thất vọng về mức độ lợi ích thu được từ việc sử dụng một số chế phẩm. Điều này thường là do không đủ lượng chất có lợi được đưa lên bề mặt. Do đó, có mong muốn phát triển các chế phẩm làm cải thiện việc cấp phối các chất liệu có lợi lên bề mặt, ví dụ như tóc.

Các dẫn xuất glyxin betain được biết đến trong các sản phẩm chăm sóc gia đình và cá nhân. Các dẫn xuất này đã được sử dụng trong các sản phẩm cho tóc để mang lại lợi ích xả dưỡng cho tóc.

US 2017/087074 (Centre National De La Recherche Scientifique) bộc lộ các chế phẩm chất hoạt động bề mặt để sử dụng trong mỹ phẩm và dược phẩm. Các chế phẩm gồm có alkylpolyglucosit được ghép với glyxin betain kết hợp với glyxin betain và ổn định. Các chế phẩm tương tự được bộc lộ trong US 2017/087077.

US 2014/246041 (Henkel) bộc lộ chế phẩm dưỡng tóc có chứa esterquat đặc định có cấu trúc có thể bao phủ glyxin betain và ít nhất một/các chất chăm sóc được chọn từ nhóm L-carnitin và/hoặc muối của chúng, và/hoặc taurin

và/hoặc muối của chúng, và/hoặc vitamin và tiền chất vitamin, và/hoặc niacinamit, và/hoặc ubiquinon, và/hoặc ectoin. WO 13/083349 bộc lộ một loại esterquat tương tự để xả dưỡng sợi keratin.

EP 1 016650 (Kao) bộc lộ phương pháp điều chế betain alkyl este có thể được sử dụng trong mỹ phẩm dành cho tóc để mang lại lợi thế về xúc giác cho tóc. Xetanol (từ Kao Corporation) được sử dụng trong các ví dụ về chế phẩm.

US2015/0150763 bộc lộ các chế phẩm xả dưỡng đặc định chứa các giọt chất xả dưỡng silicon giúp làm tăng kết bám silicon lên tóc.

Tính lưu biến của sản phẩm là thuộc tính quan trọng đối với người tiêu dùng. Tuy nhiên, tác giả sáng chế nhận thấy rằng việc thêm các chất liệu hoạt động bề mặt mạch nhánh vào mạng lưới gel sẽ phá vỡ các lớp kép của gel và do đó làm giảm độ nhớt và giới hạn chảy xuống mức thấp không thể chấp nhận được.

Bất chấp tình trạng kỹ thuật của sáng chế, vẫn cần phải cải thiện việc cấp phối các chất có lợi cho tóc mà không buộc phải đánh đổi đặc tính độ nhớt mong muốn của người tiêu dùng.

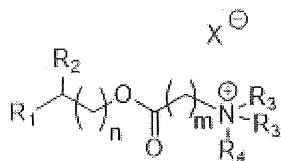
Các tác giả sáng chế đã bất ngờ nhận thấy rằng việc lựa chọn các chất liệu glyxin betain mạch nhánh kết hợp với chất hoạt động bề mặt cation mạch thẳng dẫn đến sự tăng cường rất nhiều tính kết bám chất có lợi, một cách không ngờ, trong khi vẫn duy trì tính lưu biến tuyệt vời của sản phẩm.

Tất cả các tỷ lệ phần trăm được trích dẫn ở đây là theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng, trừ khi có chỉ định khác đi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo đó, sáng chế cung cấp chế phẩm chứa:

- (i) chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation, mạch thẳng với hàm lượng từ 0,01 đến 10% trọng lượng;
- (ii) chất béo mạch thẳng với hàm lượng từ 0,1 đến 10% trọng lượng;
- (iii) chất có lợi dạng hạt;
- (iv) chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh, với hàm lượng từ 0,01 đến 5% trọng lượng, ở 100% hoạt tính, được chọn từ cấu trúc 1 –



Cấu trúc 1

trong đó:

- R_1 và R_2 gồm các chuỗi alkyl mạch thẳng, bão hòa hoặc không bão hòa, với độ dài mạch cacbon-cacbon từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon; ưu tiên hơn là từ 8 đến 12 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn cả là từ 6 đến 10 nguyên tử cacbon;
- n có phạm vi từ 0 đến 10, ưu tiên được chọn từ 0 và 1;
- m có phạm vi từ 1 đến 6, ưu tiên được chọn từ 1 và 2;
- R_3 gồm chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 1 đến 2 nguyên tử cacbon;
- R_4 gồm một proton hoặc chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 1 đến 2 nguyên tử cacbon; và
- X là anion hữu cơ hoặc vô cơ;

trong đó, tỷ lệ mol của chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh (iv) so với chất hoạt động bề mặt cation mạch thẳng (i) nằm trong khoảng từ 1:20 đến 1:1, ưu tiên là từ 1:10 đến 1:1, ưu tiên hơn cả là từ 1:5 đến 1:2.

Theo khía cạnh thứ hai, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp làm tăng tính kết bám của chất có lợi lên tóc bao gồm bước đưa (bôi, thoa) lên tóc chế phẩm theo khía cạnh thứ nhất, so với cùng chế phẩm nhưng không có chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh phù hợp với cấu trúc 1. Ưu tiên phương pháp theo sáng chế còn có bước bổ sung là xả sạch chế phẩm khỏi tóc.

Ưu tiên phương pháp này là phương pháp làm tăng tính kết bám silicon lên tóc gồm các bước đưa (bôi, thoa) chế phẩm được xác định theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế lên tóc và xả tóc bằng nước, trong đó chất có ích dạng hạt là silicon.

Ưu tiên các chế phẩm theo sáng chế được điều chế dưới dạng dầu xả dưỡng để chăm sóc tóc (thường là sau khi gội đầu) và xả tiếp sau đó.

Mô tả chi tiết sáng chế

Ưu tiên chế phẩm chăm sóc được chọn từ dầu xả dưỡng tóc loại xả sạch (rinse – off), mặt nạ dưỡng tóc, dầu xả dưỡng tóc lưu lại (leave – on), và chế phẩm xử lý trước, ưu tiên hơn là được chọn từ dầu xả dưỡng tóc loại xả sạch, mặt nạ dưỡng tóc, dầu xả dưỡng tóc lưu lại, và chế phẩm xử lý trước, ví dụ như dầu ủ, và ưu tiên hơn cả là được chọn từ dầu dưỡng tóc loại xả sạch, mặt nạ dưỡng tóc và dầu xả dưỡng tóc lưu lại. Ưu tiên chế phẩm chăm sóc được chọn từ dầu xả dưỡng tóc loại xả sạch và dầu xả dưỡng tóc lưu lại.

Dầu xả dưỡng loại xả sạch dùng trong sáng chế là chất xả dưỡng thường được để trên tóc ướt trong 1 đến 2 phút trước khi xả sạch.

Mặt nạ dưỡng tóc được sử dụng trong sáng chế là sản phẩm dưỡng thường được để nguyên trên tóc từ 3 đến 10 phút, ưu tiên là từ 3 đến 5 phút, ưu tiên hơn là từ 4 đến 5 phút, trước khi xả sạch.

Dầu xả dưỡng lưu lại để sử dụng theo sáng chế thường được đưa lên tóc và lưu lại trên tóc trong hơn 10 phút, và ưu tiên là được đưa lên tóc sau khi gội và không xả cho đến lần gội tiếp theo.

Chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation mạch thẳng

Các chế phẩm xả dưỡng sẽ chứa chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation mạch thẳng, được chấp nhận về mặt mỹ phẩm và thích hợp để áp dụng tại chỗ bên ngoài, bôi, thoa lên tóc.

Ưu tiên chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation mạch thẳng có công thức 1: $N^+(R^1)(R^2)(R^3)(R^4)$, trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập với nhau là alkyl có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon hoặc benzyl.

Trong công thức 1, ưu tiên một, hai hoặc ba trong số R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập với nhau là alkyl có từ 4 đến 30 nguyên tử cacbon và nhóm hoặc các nhóm R^1 , R^2 , R^3 và R^4 khác là alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon hoặc benzyl.

Ưu tiên hơn là một hoặc hai trong số R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập với nhau là alkyl có từ 6 đến 30 nguyên tử cacbon và các nhóm R^1 , R^2 , R^3 và R^4 khác là nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon hoặc benzyl. Theo tùy chọn, các nhóm alkyl

có thể có một hoặc một số liên kết este (-OCO- hoặc -COO-) và/hoặc ete (-O-) trong chuỗi alkyl. Các nhóm alkyl có thể được thay thế, theo tùy chọn, bằng một hoặc một số nhóm hydroxyl. Các nhóm alkyl có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh và đối với các nhóm alkyl có từ 3 nguyên tử cacbon trở lên là mạch vòng. Các nhóm alkyl có thể bão hòa hoặc có thể chứa một hoặc một số liên kết đôi cacbon-cacbon (ví dụ như, oleyl). Theo tùy chọn, các nhóm alkyl được etoxylat hóa trên chuỗi alkyl với một hoặc một số nhóm etylenoxy.

Muối amin bậc bốn phù hợp để sử dụng trong các chế phẩm xả dưỡng theo sáng chế là muối amin bậc bốn chứa từ 12 đến 24 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 16 đến 22 nguyên tử cacbon.

Các muối amin bậc bốn thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm xả dưỡng theo sáng chế gồm xetyltrimetylamonium clorua, behenyltrimetylamonium clorua, Behentrimonium metosulfat, BehenylAmido Propyl Di-Metyl Amin, xetyltrimetylamonium clorua, xetylpyridin clorua, tetrametylamonium clorua, tetraetylamonium clorua, octyltrimetylamonium clorua, dodecyltrimetylamonium clorua, hexadecyltrimetylamonium clorua, octyldimethylbenzylamonium clorua, dextyldimethylbenzylamonium clorua, stearyldimethylbenzylamonium clorua, Stearalkonium Clorua, Stearalkonium metosulfat, didodecyltrimetylamonium clorua, dioctadecyltrimetylamonium clorua, tallowtrimetylamonium clorua, mỡ động vật dimetyl amonium clorua dihydro hóa (ví dụ như, Arquad 2HT/75 từ Akzo Nobel) và cocotrimetylamonium clorua.

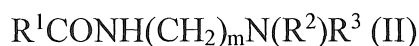
Ưu tiên các muối amin bậc bốn được chọn từ behenyltrimetylamonium clorua, Behentrimonium metosulfat, xetyltrimetylamonium clorua, và hỗn hợp của chúng.

Chất hoạt động bề mặt cation đặc biệt hữu ích để sử dụng trong chất xả dưỡng tóc theo sáng chế là xetyltrimetylamonium clorua, có bán trên thị trường với tên, ví dụ như GENAMIN CTAC, từ Hoechst Celanese. Chất hoạt động bề mặt cation được đặc biệt ưu tiên khác để sử dụng trong chất xả dưỡng theo sáng chế là behenyltrimetylamonium clorua, có bán trên thị trường, ví dụ như, có tên GENAMIN KDMP, từ Clariant.

Các chất hoạt động bề mặt cation phù hợp khác gồm những chất liệu có danh định theo CTFA là Quaternium-5, Quaternium-31 và Quaternium-18. Hỗn hợp của bất kỳ chất liệu nào ở trên cũng có thể phù hợp.

Một ví dụ khác về nhóm chất hoạt động bề mặt cation phù hợp để sử dụng trong sáng chế, riêng lẻ hoặc kết hợp với một hoặc một số chất hoạt động bề mặt cation khác, là sự kết hợp của (i) và (ii) dưới đây:

(i) amidoamin có công thức chung (II):



trong đó, R^1 là chuỗi hydrocarbyl có từ 10 nguyên tử carbon trở lên, R^2 và R^3 được chọn độc lập với nhau từ chuỗi hydrocarbyl có từ 1 đến 10 nguyên tử carbon và m là số nguyên từ 1 đến 10; và

(ii) axit.

Thuật ngữ chuỗi hydrocarbyl được sử dụng ở đây có nghĩa là chuỗi alkyl hoặc alkenyl.

Các hợp chất amidoamin được ưu tiên là những hợp chất có với công thức (II), trong đó

R^1 là gốc hydrocarbyl có từ khoảng 11 đến khoảng 24 nguyên tử cacbon, mỗi R^2 và R^3 độc lập với nhau là các gốc hydrocarbyl, ưu tiên là các nhóm alkyl, có từ 1 đến khoảng 4 nguyên tử cacbon, và m là số nguyên từ 1 đến 4.

Ưu tiên R^2 và R^3 là các nhóm metyl hoặc etyl.

Ưu tiên m là 2 hoặc 3, tức là nhóm etylen hoặc nhóm propylen.

Amidoamin hữu ích được ưu tiên ở đây gồm có stearamido-propyldimetylamin, stearamidopropyldietylamin, stearamidoetyldietylamin, stearamidoetyldimetylamin, palmitamidopropyldimetylamin, palmitamidopropyl-dietylamin, palmitamidoetyldietylamin, palmitamidoetyldimetylamin, behenamidopropyldimetylamin, behenamidopropyldietylamin, behenamidoetyldietylamin, behenamidoetyldimetylamin, arachidamidopropyl-dimetylamin, arachidamidopropyldietylamin, arachid-amidoetyldietylamin, arachidamidoetyldimetylamin, và hỗn hợp của chúng.

Các amidoamin đặc biệt hữu ích được ưu tiên ở đây là stearamidopropyldimetylamin, stearamidoetyldietylamin và hỗn hợp của chúng.

Các amidoamin hữu ích có sẵn trên thị trường ở đây gồm có: stearamidopropyldimetylamin có tên thương mại là LEXAMINE S-13 sẵn bán từ Inolex (Philadelphia Pennsylvania, Hoa Kỳ) và AMIDOAMINE MSP sẵn bán từ Nikko (Tokyo, Nhật Bản), stearamidoetyldietylamin có tên thương mại AMIDOAMINE S sẵn bán từ Nikko, behenamidopropyldimetylamin có tên thương mại INCROMINE BB sẵn bán từ Croda (North Humberside, Anh), và nhiều loại amidoamin khác nhau có tên thương mại là dòng SCHERCODINE của Scher (Clifton New Jersey, Hoa Kỳ).

Axit có thể là bất kỳ axit hữu cơ hoặc axit khoáng nào có khả năng proton hóa amidoamin trong chế phẩm dầu xả dưỡng. Các axit phù hợp hữu ích ở đây gồm có axit clohydric, axit axetic, axit tartaric, axit fumaric, axit lactic, axit malic, axit succinic và hỗn hợp của chúng. Ưu tiên axit được chọn từ nhóm gồm axit axetic, axit tartaric, axit clohydric, axit fumaric, axit lactic và hỗn hợp của chúng.

Vai trò chính của axit là thêm proton hóa amidoamin trong chế phẩm chăm sóc tóc, từ đó tạo thành muối amin bậc ba (TAS) tại chỗ trong chế phẩm chăm sóc tóc. TAS trên thực tế là chất hoạt động bề mặt amoni bậc bốn không bền hoặc chất hoạt động bề mặt cation giả amoni bậc bốn.

Ưu tiên axit được thêm vào với lượng đủ để proton hóa nhiều hơn 95% mol (293 K) amidoamin có mặt trong chế phẩm.

Trong chất xả dưỡng để sử dụng theo sáng chế, hàm lượng chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation mạch thẳng nói chung sẽ nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10%, ưu tiên hơn là từ 0,05 đến 7,5%, ưu tiên hơn cả là từ 0,1 đến 5% tổng trọng lượng của chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Chất béo mạch thẳng

Chế phẩm theo sáng chế chứa chất béo mạch thẳng với hàm lượng từ 0,1 đến 10% trọng lượng.

Việc sử dụng kết hợp các chất béo và chất hoạt động bề mặt cation trong các chế phẩm xả dưỡng được cho là cực kì có lợi thế, vì điều này dẫn đến sự hình thành của pha tinh thể lỏng hoặc phiến (lamellar) có cấu trúc, trong đó chất hoạt động bề mặt cation được phân tán.

"Chất béo" có nghĩa là rượu béo, rượu béo được alkoxylat hóa, axit béo hoặc hỗn hợp của chúng. Ưu tiên chất béo mạch thẳng được chọn từ rượu béo và axit béo, ưu tiên hơn cả là rượu béo.

Ưu tiên chuỗi alkyl của chất béo được bão hòa hoàn toàn. Chất béo có tính đại diện có chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 16 đến 22.

Các rượu béo phù hợp có chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 16 đến 22, ưu tiên hơn cả là từ 16 đến 18 nguyên tử cacbon. Rượu béo thường là các hợp chất có chứa các nhóm alkyl mạch thẳng. Ưu tiên các nhóm alkyl đã bão hòa. Ví dụ về rượu béo được ưu tiên gồm rượu xetyl, rượu stearyl và hỗn hợp của chúng. Việc sử dụng các chất liệu này cũng có lợi ở chỗ chúng đóng góp vào các đặc tính xả dưỡng tổng thể của các chế phẩm được sử dụng theo sáng chế.

Rượu béo được alkoxylat hóa, (ví dụ như etoxylat hóa hoặc propoxylat hóa) có từ khoảng 12 đến khoảng 18 nguyên tử cacbon trong chuỗi alkyl có thể được sử dụng thay thế hoặc bổ sung cho chính rượu béo. Các ví dụ phù hợp gồm etylen glycol xetyl ete, polyoxyetylen (2) stearyl ete, polyoxyetylen (4) xetyl ete, và các hỗn hợp của chúng.

Hàm lượng chất béo trong các chất xả dưỡng theo sáng chế phù hợp là từ 0,01 đến 10, ưu tiên là từ 0,1 đến 10, và ưu tiên hơn là từ 0,1 đến 5 phần trăm trọng lượng, tính theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm. Tỷ lệ trọng lượng phù hợp giữa chất hoạt động bề mặt cation so với rượu béo là từ 10:1 đến 1:10, ưu tiên là từ 4:1 đến 1:8, ưu tiên hơn là từ 1:1 đến 1:7, ví dụ là 1:3.

Chất có lợi dạng hạt

Chế phẩm theo sáng chế chứa chất có lợi ở dạng hạt. Ưu tiên chất có lợi dạng hạt được chọn từ các hoạt chất xả dưỡng, hoạt chất xả dưỡng da đầu, hương thơm bao nang, hương thơm nhũ hoá, và hỗn hợp của chúng. Ưu tiên hơn là chất có lợi dạng hạt được chọn từ các hoạt chất xả dưỡng, hương thơm bao nang và

hỗn hợp của chúng. Chất có lợi dạng hạt được chọn từ nhũ tương silicon và hương thơm được bao nang được ưu tiên hơn cả.

Các hoạt chất xả dưỡng được ưu tiên là nhũ tương silicon.

Silicon

Các chế phẩm theo sáng chế có thể chứa các giọt được nhũ hoá của chất xả dưỡng silicon.

Các silicon thích hợp gồm có polydiorganosiloxan, đặc biệt là polydimethylsiloxan có danh định theo CTFA là dimethicon. Các chế phẩm theo sáng chế phù hợp để sử dụng còn là polydimethyl siloxan có nhóm cuối hydroxyl, có danh định theo CTFA là dimethiconol. Cũng phù hợp để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế là gồm silicon có độ liên kết chéo nhỏ, như được mô tả trong, ví dụ như WO 96/31188. Ưu tiên silicon được chọn từ nhóm gồm dimethicon, dimethiconol, amodimethicon và hỗn hợp của chúng. Cũng được ưu tiên là hỗn hợp của các silicon chức năng amin với các dimethicon.

Độ nhớt của chính bản thân silicon được nhũ hóa (không phải nhũ tương hoặc chế phẩm xả dưỡng tóc thành phẩm) thường ít nhất là 10000 cst ở 25°C, ưu tiên độ nhớt của chính bản thân silicon ít nhất là 60000 cst, ưu tiên hơn là ít nhất 500000 cst, ưu tiên hơn nữa là ít nhất 1000000 cst. Ưu tiên độ nhớt không vượt quá 10^9 cst để dễ điều chế.

Các silicon được nhũ hoá để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế thường sẽ có kích thước giọt silicon D90 trong chế phẩm nhỏ hơn 30, ưu tiên là nhỏ hơn 20, ưu tiên hơn là nhỏ hơn 10 micron, ưu tiên hơn nữa là từ 0,01 đến 1 micron. Nhũ tương silicon có kích thước giọt silicon trung bình (D50) là 0,15 micron thường được gọi là vi nhũ tương.

Kích thước hạt silicon có thể được đo bằng kỹ thuật tán xạ ánh sáng laser, ví dụ như sử dụng Máy phân tích kích thước hạt 2600D của Malvern Instruments.

Ví dụ về các loại nhũ tương được tạo sẵn trước phù hợp gồm Xiameter MEM 1785 và vi nhũ tương DC2-1865 có sẵn từ Dow Corning. Đây là các nhũ tương/vi nhũ tương của dimethiconol. Gôm silicon liên kết chéo cũng có sẵn ở dạng nhũ hoá trước, có lợi thế là dễ điều chế.

Một loại silicon được ưu tiên khác để đưa vào các chế phẩm theo sáng chế là silicon chức năng amin. "Silicon chức năng amin" được hiểu là silicon có chứa ít nhất một nhóm amin bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, hoặc nhóm amoni bậc bốn. Ví dụ về các silicon chức năng amin phù hợp gồm: polysiloxan có danh định theo CTFA là "amodimethicon". Một amodimethicon được ưu tiên có sẵn trên thị trường từ Dow Corning là DC 7134.

Các ví dụ cụ thể về các silicon chức năng amin thích hợp để sử dụng trong sáng chế là dầu aminosilicon DC2-8220, DC2-8166 và DC2-8566 (tất cả đều từ Dow Corning).

Polyme silicon bậc bốn phù hợp được mô tả trong EP-A-0 530 974. Polyme silicon bậc bốn được ưu tiên là K3474 của Goldschmidt.

Cũng phù hợp là nhũ tương của dầu silicon chức năng amin với chất hoạt động bề mặt không ion và/hoặc cation.

Các nhũ tương silicon chức năng amin được tạo trước cũng có sẵn từ các nhà cung cấp dầu silicon như Dow Corning và General Electric. Các ví dụ cụ thể gồm có Nhũ tương Cationic DC939 và các nhũ tương không ion DC2-7224, DC2-8467, DC2-8177 và DC2-8154 (tất cả đều của Dow Corning).

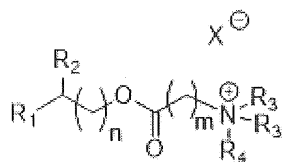
Ưu tiên tổng hàm lượng silicon từ 0,1% trọng lượng đến 10% trọng lượng, tính theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm, ưu tiên hơn là từ 0,1% trọng lượng đến 5% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa là từ 0,25% trọng lượng đến 3% trọng lượng, là mức phù hợp.

Chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh

Chế phẩm theo sáng chế chứa chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh.

Ưu tiên chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh có mặt với hàm lượng từ 0,1% trọng lượng đến 1% trọng lượng, ưu tiên hơn cả là từ 0,1% trọng lượng đến 0,5% trọng lượng, tính theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm.

Chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh được chọn từ cấu trúc 1



Cấu trúc 1

trong đó:

- R_1 và R_2 gồm các chuỗi alkyl mạch thẳng, bão hòa hoặc không bão hòa, với độ dài mạch cacbon-cacbon từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon; ưu tiên hơn là từ 8 đến 12 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn cả là từ 6 đến 10 nguyên tử cacbon

- n có phạm vi từ 0 đến 10;

- m có phạm vi từ 1 đến 6;

- R_3 gồm chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 1 đến 2 nguyên tử cacbon;

- R_4 gồm một proton hoặc chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 1 đến 2 nguyên tử cacbon; và

- X là anion hữu cơ hoặc vô cơ;

trong đó tỷ lệ mol của chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh (iv) so với chất hoạt động bề mặt cation mạch thẳng (i) nằm trong khoảng từ 1:20 đến 1:1, ưu tiên là từ 1:10 đến 1:1, ưu tiên hơn là từ 1:5 đến 1:2.

Trong cấu trúc 1, nhóm đầu của amin được tích điện trong chế phẩm thành phẩm. Tuy nhiên, chất liệu thô gồm các loại có điện tích không vĩnh cửu (không ổn định) và có thể được tạo ra bằng cách proton hóa trong chế phẩm bằng cách sử dụng axit mạnh. Do đó, khi R_4 là một proton trong các công thức chung ở trên, thì proton có thể có trong chất liệu thô hoặc được liên kết trong quá trình điều chế chế phẩm.

Biến m có phạm vi từ 1 đến 6, ưu tiên được chọn từ 1 và 2, ưu tiên hơn cả là 1.

Biến n có phạm vi từ 0 đến 10 và ưu tiên được chọn từ 0 và 1.

Theo tùy chọn, ít nhất một trong số R_1 và R_2 có các liên kết trong chuỗi alkyl được chọn từ nhóm gồm nhóm este (-OCO- hoặc -COO-), nhóm amido (-NOC- hoặc NCO-) và nhóm ete (-O-).

X là anion hữu cơ hoặc vô cơ. Ưu tiên X gồm anion được chọn từ các ion halogenua; sulfat có công thức chung RSO_3^- , trong đó R là gốc alkyl bão hoà hoặc không bão hoà có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và gốc anion của axit hữu cơ.

Ưu tiên các ion halogenua được chọn từ florua, clorua, bromua và iotua. Ưu tiên các gốc anion của axit hữu cơ được chọn từ maleat, fumarat, oxalat, tartrat, xitrat, lactat và axetat. Các sulfat được ưu tiên là metansulfonat và etansulfonat.

Ưu tiên hơn cả là X^- gồm có anion được chọn từ halogenua, nhóm metansulfonat và nhóm etansulfonat.

Chất đồng hoạt động bề mặt phân nhánh có mặt với hàm lượng từ 0,01 đến 5% trọng lượng, ưu tiên là từ 0,1 đến 1, ưu tiên hơn cả là từ 0,1 đến 0,5 (ở 100% hoạt tính và được tính dựa trên trọng lượng của toàn bộ chế phẩm).

Ví dụ về các chất liệu thích hợp với cấu trúc 1 là 2-((2-butyloctyl) oxy)-N, N, N-trimetyl-2-oxoetan-1-amin metansulfonat, 2-((2-hexyldexyl)oxy)-N, N, N-trimetyl-2-oxoetan-1-amin metansulfonat, N, N, N-trimetyl-2-((2-octyldodexyl)oxy)-2-oxoetan-1-amin metansulfonat, 2-((2-dexyltetradexyl)oxy)-N, N, N-trimetyl-2-oxoetan-1-amin metansulfonat, 2-((2-dodexylhexadexyl)oxy)-N, N, N-trimetyl-2-oxoetan-1-amin metansulfonat và N, N, N-trimetyl-2-oxo-2-((2-tetradexyloctadexyl)oxy)etan-1-amin metansulfonat.

Tính lưu biến của chế phẩm

Các chế phẩm theo sáng chế cung cấp các đặc tính giới hạn chảy và độ nhớt tốt.

Các chế phẩm có dải giới hạn chảy được ưu tiên từ 30 đến 200 Pascal (Pa), ưu tiên hơn cả là từ 40 đến 150 Pa có giá trị đỉnh ở 25°C và 1Hz. Phương pháp đo giới hạn chảy sử dụng hình dạng tấm song song có răng cưa, đường kính 40mm, được gắn với máy đo lưu biến thích hợp có khả năng tạo dao động ở tần số không đổi 1Hz và biên độ quét trong khoảng 0,1% đến 2000%. Phạm vi biên độ quét được áp dụng ở mức không quá mười điểm mỗi nhóm mười phạm vi biến dạng

được bao phủ ở không quá 4 chu kỳ trên mỗi biên độ. Dụng cụ phải được vận hành trong điều kiện biến dạng có kiểm soát, chẳng hạn như với Máy đo lưu tốc ARES G2 của TA Instruments. Nhiệt độ của hình dạng phải được đặt ở 25°C bằng cách sử dụng, ví dụ như, tấm điều nhiệt Peltier hoặc bể tuần hoàn. Giới hạn chảy được xác định bằng cách vẽ biểu đồ của ứng suất đàn hồi theo biên độ biến dạng, và tại đỉnh của đường cong, giá trị cực đại được gọi là giới hạn chảy. Ứng suất đàn hồi được tính bằng phép nhân của (mô đun lưu trữ)*(biên độ biến dạng), mỗi ứng suất đều thu được từ thiết bị.

Các chế phẩm có độ nhớt từ 5000 đến 750000 centipoise, ưu tiên là từ 50000 đến 600000 centipoise, ưu tiên hơn là từ 50000 đến 450000 khi được đo ở 30°C bằng máy Brookfield RVT sử dụng Trục chính A hoặc B ở tốc độ 0,5 vòng/phút trong 60 giây trên trục Helipath.

Chất xả dưỡng được ưu tiên có pha gel xả dưỡng. Những chất xả dưỡng này có ít hoặc không có thành phần bọt khí. Các chất xả dưỡng và phương pháp sản xuất chất này được mô tả trong WO2014/016354, WO2014/016353, WO2012/016352 và WO2014/016351.

Pha gel dưỡng này, tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm, có chứa

- i) rượu béo có từ 8 đến 22 cacbon với hàm lượng từ 0,4 đến 8% trọng lượng,
 - ii) chất hoạt động bề mặt cation với hàm lượng từ 0,1 đến 2% trọng lượng,
- và chế phẩm có Khối lượng kéo (draw mass) từ 1 đến 250 g, ưu tiên là từ 2 đến 100 g, ưu tiên hơn là từ 2 đến 50 g, thậm chí ưu tiên hơn nữa là từ 5 đến 40 g và ưu tiên hơn cả là từ 5 đến 25 g đối với tóc được xử lý bằng chế phẩm.

Khối lượng kéo là khối lượng cần thiết để kéo mớ/lọn tóc qua lược hoặc bàn chải. Do đó, tóc càng rối thì khối lượng cần thiết để kéo mớ/lọn tóc qua lược hoặc bàn chải càng lớn, và tóc càng được dưỡng xả tốt thì Khối lượng kéo càng thấp.

Khối lượng kéo là khối lượng cần thiết để kéo mớ/lọn tóc có, ví dụ như: trọng lượng từ 1 đến 20 g, chiều dài từ 10 đến 30 cm và chiều rộng từ 0,5 đến 5 cm qua lược hoặc bàn chải, được đo bằng cách đầu tiên đặt mớ/lọn tóc lên lược hoặc bàn chải, sao cho còn lại từ 5 đến 20 cm tóc được treo ở đầu dán của mớ/lọn

tóc, sau đó thêm trọng lượng vào đầu treo cho đến khi mớ/lọn tóc kéo qua rãnh lược hoặc bàn chải.

Ưu tiên mớ/lọn tóc có trọng lượng từ 1 g đến 20 g, ưu tiên hơn là từ 2 đến 15 g, ưu tiên hơn nữa là từ 5 đến 10 g. Ưu tiên mớ/lọn tóc có chiều dài từ 10 đến 40 cm, ưu tiên hơn là từ 10 đến 30 cm, và chiều rộng từ 0,5 đến 5 cm, ưu tiên là từ 1,5 đến 4 cm.

Ưu tiên hơn cả là, Khối lượng kéo là khối lượng cần thiết để kéo mớ/lọn tóc có, ví dụ như: trọng lượng 10 g, chiều dài 20 cm và chiều rộng 3 cm qua lược hoặc bàn chải, được đo bằng cách đầu tiên đặt mớ/lọn tóc lên lược hoặc bàn chải, sao cho còn từ 20 cm tóc được treo ở đầu dán của mớ/lọn tóc, sau đó thêm trọng lượng vào đầu treo cho đến khi mớ/lọn tóc kéo qua lược hoặc bàn chải.

Các thành phần khác

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa bất kỳ thành phần nào trong số các thành phần phổ biến trong các chế phẩm xả dưỡng tóc.

Các thành phần khác có thể gồm polyme kết bám, chất điều chỉnh độ nhớt, chất bảo quản, chất tạo màu, polyol như glycerin và polypropylen glycol, chất tạo chelat như EDTA, chất chống oxy hóa như vitamin E axetat, hương liệu, chất kháng khuẩn và kem chống nắng. Mỗi thành phần này sẽ có mặt với một lượng hiệu quả đủ để đạt được mục đích của nó. Nói chung, các thành phần tùy chọn này được thêm vào một cách riêng lẻ riêng lẻ với hàm lượng lên đến khoảng 5%, tính theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm.

Ưu tiên các thành phần khác bao gồm hương liệu, chất làm đặc, chất bảo quản, phẩm màu và silicon xả dưỡng.

Hỗn hợp của bất kỳ thành phần hoạt tính nào ở trên cũng có thể được sử dụng.

Nói chung, các thành phần như vậy được thêm vào một cách riêng lẻ với hàm lượng lên đến 2%, ưu tiên là lên đến 1%, tính theo trọng lượng của toàn bộ chế phẩm.

Các phương án của sáng chế được đưa ra trong các ví dụ sau, trong đó tất cả các phần trăm được trích dẫn tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng, trừ khi có quy định khác đi.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Chế phẩm 1 theo sáng chế và Chế phẩm So sánh A

Các chế phẩm sau đã được điều chế:

Bảng 1: Chế phẩm theo ví dụ A (so sánh) và ví dụ 1 (theo sáng chế).

	Ví dụ A	Ví dụ 1
Thành phần	So sánh	Cấu trúc 1
Behentrimoni clorua	2,00	2,00
Rượu xetearyl	4,00	4,00
Xiameter MEM-7134	1,00	1,00
N,N,N-trimetyl-2-((2-octyldodexyl)oxy)-2-oxoetan-1-amin metansulfonat	-	0,50
Hương liệu	0,60	0,60
Chất bảo quản	0,30	0,30
Nước	Phần còn lại đến 100	Phần còn lại đến 100

Các chất xả dưỡng trong ví dụ A và 1 được điều chế theo phương pháp sau:

1. Chất hoạt động bề mặt và chất béo (kể cả chất liệu mạch nhánh) được cho vào một bình phù hợp và gia nhiệt đến 80°C.
2. Hỗn hợp nóng chảy được thêm vào lượng nước phù hợp theo chế phẩm được bộc lộ, ở nhiệt độ từ 45 đến 70°C.
3. Hỗn hợp được trộn cho đến khi đục và đặc lại.
4. Sau đó tắt nhiệt, làm nguội hỗn hợp xuống dưới 40°C, và cho thêm phần còn lại của nước cùng với các chất liệu còn lại vào hỗn hợp này.

5. Cuối cùng, chế phẩm được trộn ở tốc độ cắt cao trong máy trộn Silverson ở tốc độ 5000 vòng/phút trong 5 phút.

Ví dụ 2: Xử lý tóc bằng chế phẩm A và 1

Tóc được sử dụng là tóc châu Âu màu nâu sẫm, các mớ/lọn tóc có trọng lượng 5 g và dài 6 inch.

Đầu tiên, tóc được xử lý bằng dầu gội làm sạch theo phương pháp sau:

Các sợi tóc được giữ dưới vòi nước chảy trong 30 giây, thoa dầu gội đầu với liều lượng 0,1 ml dầu gội trên 1g tóc và xoa bóp tóc trong 30 giây. Loại bỏ bọt thừa bằng cách giữ dưới vòi nước chảy trong 30 giây và lặp lại giai đoạn gội đầu. Xả tóc dưới vòi nước trong 1 phút.

Tóc ướt sau đó được xử lý bằng các chế phẩm theo phương pháp sau: -

Dầu xả dưỡng được bôi, thoa lên tóc ướt với liều lượng 0,2 ml dầu xả trên 1g tóc và xoa bóp đều lên tóc trong 1 phút. Xả tóc dưới vòi nước trong 1 phút và loại bỏ nước thừa.

Ví dụ 3: Độ kết bám silicon và giới hạn chảy lên tóc được xử lý bằng Chế phẩm A và 1

Bảng 2: Giới hạn chảy và lượng silicon kết bám trên tóc được xử lý bằng Ví dụ A (so sánh) và ví dụ 1 (theo sáng chế).

	Ví dụ A	Ví dụ 1
Thành phần	So sánh	Cấu trúc 1
Độ kết bám silicon [ppm]	431	1,354
Độ kết bám silicon ST DEV [ppm]	63	309

Giới hạn chảy [Pa] (-+ 10 Pa)	182	167
-------------------------------	-----	-----

YÊU CẦU BẢO HỘ

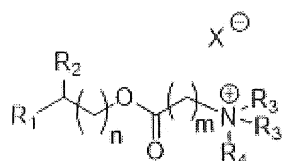
1. Chế phẩm gồm có:

(i) chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation, mạch thẳng với hàm lượng từ 0,01 đến 10% trọng lượng.

(ii) chất béo mạch thẳng với hàm lượng từ 0,1 đến 10% trọng lượng, trong đó chất béo được chọn từ rượu béo, rượu béo được alkoxylat hóa, axit béo hoặc hỗn hợp của chúng;

(iii) chất có lợi dạng hạt, được chọn từ các hoạt chất xả dưỡng, hoạt chất xả dưỡng da đầu, hương thơm bao nang, hương thơm nhũ hoá, và hỗn hợp của chúng;

(iv) chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh, với hàm lượng từ 0,01 đến 5% trọng lượng ở 100% hoạt tính, được chọn từ cấu trúc 1



Cấu trúc 1

trong đó:

- R_1 và R_2 gồm các chuỗi alkyl mạch thẳng, bão hòa hoặc không bão hòa, với độ dài mạch cacbon-cacbon từ 4 đến 20 nguyên tử carbon;

- n có phạm vi từ 0 đến 10;

- m có phạm vi từ 1 đến 6;

- R_3 gồm chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử carbon;

- R_4 gồm một proton hoặc chuỗi alkyl có chiều dài mạch cacbon-cacbon từ 1 đến 4 nguyên tử carbon; và

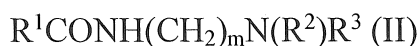
- X là anion hữu cơ hoặc vô cơ;

trong đó, tỷ lệ mol giữa chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh (iv) so với chất hoạt động bề mặt cation mạch thẳng (i) trong khoảng từ 1:20 đến 1:1.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation mạch thẳng có công thức 1: $N^+(R^1)(R^2)(R^3)(R^4)$, trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập với nhau là alkyl có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon hoặc benzyl.

3. Chế phẩm theo điểm 2, trong đó chất hoạt động bề mặt xả dưỡng cation mạch thẳng được chọn từ behenyltrimetylamoni clorua, behentrimoni metosulfat, xetyltrimetylamoni clorua, và hỗn hợp của chúng.

4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, chứa amidoamin có công thức chung (II):



trong đó, R^1 là chuỗi hydrocarbyl có từ 10 nguyên tử carbon trở lên, R^2 và R^3 được chọn độc lập với nhau từ chuỗi hydrocarbyl có từ 1 đến 10 nguyên tử carbon và m là số nguyên từ 1 đến 10; và axit.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh có mặt với hàm lượng trong khoảng từ 0,1% đến 1% trọng lượng.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ mol giữa chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh (iv) so với chất hoạt động bề mặt cation mạch thẳng (i) nằm trong khoảng từ 1:10 đến 1:1.

7. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất có lợi dạng hạt là silicon.

8. Chế phẩm theo điểm 7, trong đó silicon có mặt với hàm lượng trong khoảng từ 0,1% đến 10% trọng lượng của toàn bộ chế phẩm.

9. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, có giới hạn chảy nằm trong khoảng từ 30 đến 200 Pascal (Pa) có giá trị đỉnh ở 25°C và 1Hz.

10. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó X^- là anion được chọn từ halogenua, nhóm metansulfonat và nhóm etansulfonat.

11. Phương pháp làm tăng độ kết bám của chất có lợi dạng hạt lên tóc, gồm các bước đưa lên tóc chế phẩm được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10 và xả tóc bằng nước, so với cùng chế phẩm không có chất đồng hoạt động bề mặt cation mạch nhánh có cấu trúc 1.