



(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)



1-0049914

(51)^{2020.01} A61Q 5/00; A61K 8/27; A61K 8/35;
A61K 8/73; A61K 8/81; A61K 8/02;
A61K 8/49

(13) B

(21) 1-2021-03690

(22) 26/11/2019

(86) PCT/EP2019/082627 26/11/2019

(87) WO2020/126356 A1 25/06/2020

(30) PCT/CN2018/122794 21/12/2018 CN; 19154998.9 01/02/2019 EP

(45) 25/08/2025 449

(43) 25/11/2021 404A

(73) Unilever Global IP Limited (GB)

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

(72) CHEN Guoqiang (CN); PAN Xiaoyun (CN); TANG Xuezhi (CN).

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

(54) HẠT ĐA HỢP CHỨA CHẤT TRỊ GÀU DẠNG HẠT, PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ
HẠT ĐA HỢP VÀ CHẾ PHẨM CHĂM SÓC TÓC

(21) 1-2021-03690

(57) Sáng chế bộc lộ các hạt đa hợp chứa chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng và chất lọc tia UV hữu cơ có điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 30°C đến 105°C, được đặc trưng ở chỗ các hạt đa hợp này chứa polyme cation có trọng lượng phân tử trung bình nằm trong khoảng từ 1000 Da đến 10000000 Da.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến chế phẩm chăm sóc tóc. Cụ thể hơn là sáng chế liên quan đến chế phẩm chăm sóc tóc chứa pyrithion, như là kẽm pyrithion.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Kẽm pyrithion (ZPT hoặc ZPTO) là chất kháng khuẩn có hoạt tính chống lại vi khuẩn gram dương cũng như gram âm. Chất này cũng tác động chống nấm và nấm men. Nó được sử dụng rộng rãi trong các chế phẩm làm sạch kháng khuẩn và được sử dụng phổ biến nhất trong các loại dầu gội trị gàu (AD). Nói chung, các hạt phân tán của ZPTO được giữ ở trạng thái lơ lửng trong chế phẩm nền chính của dầu gội đầu có chứa chất hoạt động bề mặt, nước, silicon, polyme và các thành phần tạo màu và hương thơm. Khi người dùng đưa các chế phẩm lên tóc và da đầu, một số hạt ZPTO sẽ kết bám lên đó.

Hiệu quả của dầu gội hoặc dầu xả trị gàu phụ thuộc vào lượng chất trị gàu kết bám lên da đầu và tóc vì lượng kết bám càng nhiều có nghĩa là tính sinh khả dụng càng lớn. Thông thường, thời gian tiếp xúc tại thời điểm đưa chế phẩm lên rất ngắn, ví dụ như, từ 10 đến 120 giây trước khi sản phẩm được rửa trôi (xả sạch), do đó, hoạt chất không có nhiều thời gian để kết bám. Do vậy, có mong muốn tối đa hóa độ kết bám của nó, tức là càng nhiều hoạt chất kết bám càng tốt, trong thời hạn khả dụng có hạn. Tuy nhiên, việc kết bám của các hoạt chất từ chế phẩm làm sạch hoặc rửa trôi đặt ra một vấn đề kỹ thuật vì các hạt có xu hướng bị rửa trôi hơn là kết bám. Tăng lượng hoạt chất là một giải pháp khả thi nhưng giải pháp này không thoả đáng về kỹ thuật cũng như không khả thi về hiệu quả kinh tế. Ngoài ra, tất cả ZPTO kết bám đều không có tính khả dụng sinh học vì ZPTO có xu hướng phản ứng với bức xạ tia UV (tia cực tím) dẫn đến sự mất ổn định của nó. Có thể tránh được sự mất ổn định này ở một mức độ nào đó bằng cách sử dụng chất ổn định quang học UV hoặc kem chống nắng.

Các nỗ lực cũng đã được thực hiện để tăng hiệu quả kháng khuẩn của ZPT bằng cách kết hợp nó với các công nghệ “tăng cường”. Một số muối chứa kẽm đã được phát hiện là có khả năng tăng hiệu quả của ZPTO trong các chế phẩm dầu gội đầu, mặc dù cơ chế hoạt động của chúng vẫn chưa được hiểu đầy đủ.

Tuy nhiên, việc đưa vào các hợp chất kẽm bổ sung có thể làm suy giảm một số đặc tính nhất định của dầu gội đầu khi pha loãng, chẳng hạn như hiện tượng kết bông.

US20040213751 A1 (2004, P&G) bộc lộ chế phẩm chứa pyrithion và chất phân lớp chứa kẽm cung cấp yếu tố gia tăng lớn hơn 1.

WO14124066 A1 (P&G) bộc lộ chế phẩm chăm sóc tóc chứa các polyme cation và các hạt anion để cải thiện sự kết bám của pyrithion.

WO03088965 A1 (P&G) bộc lộ phương pháp cấp phối kẽm dư thừa đến các tế bào nhân thực để ức chế sự trao đổi chất của tế bào, phương pháp này bao gồm việc xử lý các tế bào bằng chất của thể mang ion kẽm có khả năng cấp phối ion kẽm qua màng tế bào, trong đó chất của thể mang ion kẽm được kết hợp với chất chứa kẽm và hơn nữa, trong đó có sự gia tăng mức kẽm trong tế bào lên gấp 1,5 lần so với khi không có chất của thể mang ion kẽm.

US5227156 B1 (Amway Corp) bộc lộ dầu gội trị gàu chứa chất bảo quản thiazolinon và pyrithion. Hoạt tính của chất bảo quản được duy trì bằng cách thêm chất ổn định chứa hợp chất kẽm.

WO2018197118 (Unilever) bộc lộ chế phẩm chăm sóc tóc chứa kẽm pyrithion với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3% trọng lượng; axit amin với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 5% trọng lượng; và hợp chất kẽm bổ sung với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng. Sự kết hợp đặc hiệu của axit amin và hợp chất kẽm chọn lọc làm ức chế phản ứng quang oxy hoá và phân ly của ZPTO và tăng cường hơn nữa tính ổn định của chế phẩm.

WO2018172121 (Unilever) bộc lộ chế phẩm chăm sóc tóc chứa kẽm pyrithion với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3% trọng lượng; chất lọc tia UV hữu cơ; và hợp chất kẽm bổ sung với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1

đến 5% trọng lượng; trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất kẽm so với kẽm pyrithion là hơn 3:1.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã xác định phương pháp mới để cải thiện vấn đề về tính ổn định quang học của chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng như ZPTO. Các tác giả sáng chế đã xác định rằng tính ổn định quang học của ZPTO có thể được cải thiện nếu ZPTO, chất lọc tia UV hữu cơ và polyme cation có trọng lượng phân tử trung bình từ 1000 Da đến 10000000 Da cùng được đưa vào lập thành công thức cho chất đa hợp, có bản chất hạt. Các hạt có thể ở dạng bột hoặc hạt hoặc thậm chí tồn tại ở dạng phân tán trong nước. Mặc dù cho đến nay, các polyme cation như gồm guar và chitosan chỉ liên quan đến việc cấp phối và kết bám các thành phần hoạt tính, các tác giả sáng chế đã xác định rằng trong chất đa hợp theo sáng chế, polyme không chỉ đảm bảo việc cấp phối và kết bám hoạt chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng mà còn cải thiện tính ổn định quang học của hoạt chất nhạy cảm về ánh sáng. ZPTO dễ bị suy giảm khi phơi sáng (chịu tác động) liên tục với bức xạ tia UV. Khi ZPTO suy giảm, nó không còn hiệu quả nữa.

Giả thuyết đã được kiểm chứng với ZPTO; chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng gốc kẽm, nhưng các tác giả sáng chế tin rằng phạm vi áp dụng của sáng chế mở rộng cho tất cả các chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng dạng hạt, tức là tồn tại ở dạng hạt.

Theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là bộc lộ các hạt đa hợp chứa chất trị gàu dạng hạt nhạy cảm ánh sáng và chất lọc tia UV hữu cơ có điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 30°C đến 100°C, đặc trưng ở chỗ các hạt đa hợp này chứa polyme cation có trọng lượng phân tử trung bình từ 1000 Da đến 10000000 Da.

Ưu tiên chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng là chất trị gàu dạng hạt gốc kẽm, đặc biệt là kẽm pyrithion.

Theo khía cạnh thứ hai, mục đích của sáng chế là bộc lộ phương pháp điều chế các hạt đa hợp theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ, bao gồm bước gia nhiệt và khuấy

trộn vừa sệt nhão ở thể nước (huyền phù thể nước, aqueous slurry) có chứa chất lọc tia UV hữu cơ và chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng nói trên, tiếp theo đó là bước bổ sung polyme cation đã nêu vào vừa sệt nhão và tiếp tục gia nhiệt vừa sệt nhão đó trong khoảng từ 5 đến 60 phút ở nhiệt độ từ 30 đến 100°C.

Theo khía cạnh khác, mục đích của sáng chế là bộc lộ chế phẩm chăm sóc tóc chứa các hạt đa hợp như đã nêu ở khía cạnh thứ nhất.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là mật độ phổ Raman của chất đa hợp theo sáng chế trong chế phẩm chăm sóc tóc (dầu gội đầu) ngay sau khi điều chế.

Hình 2 là mật độ phổ Raman của chất đa hợp theo sáng chế trong chế phẩm chăm sóc tóc (dầu gội đầu) đã qua bảo quản.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hình 1 là mật độ phổ Raman của chất đa hợp theo sáng chế trong chế phẩm chăm sóc tóc (dầu gội đầu) ngay sau khi điều chế. Đỉnh ở 828 cm^{-1} là đỉnh đặc trưng của ZPTO và đỉnh ở 1307 cm^{-1} là đỉnh đặc trưng của Neo Heliopan® BB, chất lọc tia UV.

Hình 2 là mật độ phổ Raman của chất đa hợp theo sáng chế trong chế phẩm chăm sóc tóc (dầu gội đầu) đã qua bảo quản.

So sánh hai hình (quang phổ) cho thấy rằng các đỉnh đặc trưng không bị ảnh hưởng, từ đó có thể suy ra rằng không chỉ chất đa hợp mà ZPTO cũng không bị ảnh hưởng mà không có bất kỳ bằng chứng căn bản nào về sự suy giảm.

Để tránh hiểu nhầm, bất kỳ đặc điểm nào của một khía cạnh của sáng chế này cũng có thể được sử dụng trong bất kỳ khía cạnh nào khác của sáng chế. Từ “bao gồm” ở đây có nghĩa là “bao hàm” nhưng không nhất thiết là “tạo thành từ” hoặc “cấu thành từ”. Nói cách khác, các bước hoặc tùy chọn được liệt kê không nhất thiết phải là đầy đủ. Cần lưu ý rằng các ví dụ được đưa ra trong mô tả dưới đây nhằm làm rõ sáng chế và không nhằm mục đích giới hạn sáng chế trong các ví dụ đó. Tương tự, tất cả các tỷ lệ phần trăm là tỷ lệ trọng lượng, trừ khi có chỉ

dẫn khác đi. Ngoại trừ trong các ví dụ vận hành và so sánh, hoặc trong trường hợp được chỉ dẫn khác đi một cách rõ ràng, tất cả các số liệu trong bản mô tả và bộ yêu cầu bảo hộ này chỉ lượng chất liệu hoặc các điều kiện phản ứng, tính chất vật lý của chất liệu và/hoặc việc sử dụng phải được hiểu là đã được điều chỉnh bởi từ “khoảng”. Phạm vi số liệu được biểu thị theo dạng "từ x đến y" được hiểu là bao gồm cả x và y. Đối với một đặc điểm cụ thể, khi nhiều phạm vi được ưu tiên được mô tả theo dạng "từ x đến y" thì có thể hiểu rằng tất cả các phạm vi kết hợp các điểm cuối khác nhau cũng phải được tính đến. Các từ xác định dạng số ít được dùng trong tài liệu này có nghĩa là ít nhất một, hoặc một hoặc nhiều, trừ khi có chỉ dẫn khác. Các đặc điểm khác nhau của sáng chế được đề cập trong các phần riêng lẻ ở trên áp dụng cho, nếu thích hợp, các phần khác với những sửa đổi phù hợp. Do đó, đặc điểm được đặc định trong một phần có thể được kết hợp với các đặc điểm được đặc định trong các phần khác khi thích hợp. Bất kỳ phần tiêu đề nào chỉ được thêm vào chỉ để cho thuận tiện, và không nhằm hạn chế sáng chế theo bất kỳ cách nào.

Thuật ngữ "chế phẩm chăm sóc tóc" được sử dụng trong tài liệu này, có nghĩa là bao gồm chế phẩm dùng để bôi/xoa (topical application) đưa lên tại chỗ, bên ngoài tóc hoặc da đầu của động vật có vú, đặc biệt là con người. Thuật ngữ “tại chỗ bên ngoài” có nghĩa là chế phẩm được đưa lên bề mặt bên ngoài của cơ thể. Trong sáng chế này, điều này được thực hiện bằng cách đưa chế phẩm lên tóc hoặc da đầu. Chế phẩm này thường được phân loại thành chế phẩm dạng để nguyên (leave-on: bôi/thoa/dùng rồi để nguyên/không gột/xả/rửa) hoặc xả sạch (rinse off: sau bôi/thoa/dùng phải gột sạch/xả đi/rửa trôi), và bao gồm bất kỳ sản phẩm nào được sử dụng để cải thiện vẻ ngoài, làm sạch, kiểm soát mùi hoặc tính thẩm mỹ chung của da đầu và tóc. Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế có thể ở dạng chất lỏng, nước thơm, kem, bột, hạt chà, gel, dầu gội đầu, dầu xả, sữa tắm hoặc bánh. Ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế là chế phẩm dạng để nguyên (leave-on). Ngoài ra, chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế là chế phẩm ở dạng xả sạch (wash-off). Các chế phẩm đạt được những lợi ích mong muốn bằng cách uống vào cơ thể con người được loại trừ khỏi phạm vi của sáng chế.

Hạt đa hợp

Các hạt đa hợp theo sáng chế chứa chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng và chất lọc tia UV hữu cơ có điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 30°C đến 100°C, đặc trưng ở chỗ các hạt đa hợp này chứa polyme cation có trọng lượng phân tử trung bình từ 1000 Da đến 10000000 Da.

Nhạy cảm với ánh sáng có nghĩa là chất dễ phải chịu các phản ứng quang hóa xảy ra do ảnh hưởng của năng lượng bức xạ và đặc biệt là của tia UV, bao gồm sự suy giảm quang học, sự đổi màu và những hiện tượng tương tự. Chất này không ổn định khi chịu tác động của ánh sáng, trái ngược với việc bền với ánh sáng.

Ưu tiên chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng ở dạng hạt là chất trị gàu gốc kẽm. Ưu tiên hơn là, chất trị gàu gốc kẽm là kẽm pyrithion.

Một số sản phẩm chăm sóc tóc trị gàu có chứa các chất trị gàu gốc kẽm như kẽm pyrithion (ZPTO, là một chất dạng hạt). Kết quả nghiên cứu cho thấy rằng các phân tử ZPTO nguyên vẹn hòa tan là dạng hoạt tính sinh học duy nhất của ZPTO. Khi sử dụng sản phẩm chăm sóc tóc với chất trị gàu gốc kẽm như ZPTO, ZPTO bị phân ly và chịu phản ứng quang oxy hoá, do đó độ ổn định của hoạt tính sinh học bị ảnh hưởng do sự hình thành muối kẽm làm giảm hiệu quả trị gàu.

Ưu tiên chất trị gàu dạng hạt gốc kẽm là kẽm pyrithion.

Kẽm pyrithion có thể có ở bất kỳ dạng hạt thích hợp nào để sử dụng trong chế phẩm chăm sóc tóc. Ví dụ như, kẽm pyrithion có thể ở dạng hạt vô định hình hoặc kết tinh có nhiều kích thước hạt khác nhau. Ví dụ như, kẽm pyrithion có thể ở dạng các hạt có phân bố kích thước theo đó ít nhất là khoảng 90% các hạt có kích thước lên đến 100 micron, ưu tiên hơn là lên đến 50 micron, thậm chí ưu tiên hơn nữa là lên đến 10 micron, ưu tiên hơn cả là 5 micron hoặc nhỏ hơn.

Lượng chất trị gàu gốc kẽm trong chế phẩm theo sáng chế sẽ tùy thuộc vào loại chế phẩm chăm sóc tóc và bản chất cụ thể của chất trị gàu được sử dụng. Ưu tiên các hạt có chứa chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng nói trên với hàm lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 90% trọng lượng, chất lọc tia UV hữu cơ nêu trên với hàm

lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 10% trọng lượng và polyme cation đã nêu với hàm lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 10% trọng lượng.

Chất đa hợp theo sáng chế cũng chứa chất lọc tia UV hữu cơ có điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 30°C đến 105°C. Ưu tiên điểm nóng chảy ít nhất là 50°C, ưu tiên hơn nữa là điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 50°C đến 100°C.

“Điểm nóng chảy” đề cập đến nhiệt độ mà tại đó các dạng rắn và lỏng của chất tinh khiết có thể tồn tại ở trạng thái cân bằng.

Ưu tiên chất lọc tia UV hữu cơ tan trong dầu. Ưu tiên hơn nữa là chất lọc tia UV hữu cơ không tan trong nước.

Ưu tiên chất lọc tia UV hữu cơ có ít nhất một trong số 2-hydroxy-4-metoxybenzophenon (còn được đặt tên là Benzophenon-3 CAS: 131-57-7, MP từ 62 đến 64°C), 2,2-dihydroxy-4-metoxybenzophenon (CAS: 131-53-3, MP từ 73 đến 75°C), butylmetoxydibenzoylmetan (CAS: 70356-09-1, MP từ 81 đến 84°C), bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin (Tinosorb S, CAS: 187393-00-6, MP 83-85°C), Methyl anthranilat (CAS: 134-09-8, MP 62,5-63,5°C), 4-Methylbenzyliden long não (Enzacamene) (CAS: 36861-47-9, MP từ 66 đến 69°C), Benzophenon-7 (5-clo-2-hydroxybenzophenon) (CAS: 85-19-8, MP từ 96 đến 98°C), Benzophenon-8 (dioxybenzon) (CAS: 131-53-3, MP 68°C), Benzophenon-10 (mexenon, 2-hydroxy-4-metoxy-4'-metyl-benzophenon, CAS: 1641-17-4, MP từ 99 đến 102°C), Benzophenon-12 (octabenzon) (CAS: 1843-05-6, MP từ 47 đến 49°C).

Chất lọc tia UV hữu cơ được ưu tiên hơn là một loại kem chống nắng phổ rộng hấp thụ bức xạ tia UVA cũng như tia UVB.

Ưu tiên hàm lượng chất lọc tia UV hữu cơ nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3% trọng lượng, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1,5% trọng lượng, tính theo trọng lượng của chất đa hợp, ưu tiên hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1,5% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng chế phẩm. Nói cách khác, cứ 100 g chất đa hợp ưu tiên chứa chất lọc tia UV hữu cơ với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3% trọng lượng, và cứ như vậy. Ưu tiên tỷ lệ giữa lượng trung bình của chất trị gàu gốc kẽm so với lượng trung bình của chất lọc tia UV

hữu cơ trong các hạt là từ 1:0,01 đến 1:1000 phần, tính theo trọng lượng. Ưu tiên hơn nữa là tỷ lệ giữa lượng trung bình của chất trị gàu nói trên so với lượng trung bình của polyme hữu cơ trong các hạt nói trên là từ 1:0,01 đến 1:1000 phần, tính theo trọng lượng.

Thuật ngữ “polyme cation” được sử dụng để phân biệt các polyme này với các polyme anion, tức là, các polyme tích điện âm cũng như với các polyme không ion, tức là các polyme không có điện tích.

Thế zeta (thế điện động của các hạt làm cho các hạt keo ở vào tình trạng lơ lửng) là điện tích hình thành tại mặt phân cách giữa bề mặt rắn và môi trường lỏng của nó. Điện thế này, được đo bằng MilliVolts, có thể phát sinh bởi bất kỳ cơ chế nào trong một vài cơ chế khác nhau. Trong số các cơ chế này có sự phân ly của các nhóm ion trong bề mặt hạt và sự hấp phụ chênh lệch của các ion dung dịch vào vùng bề mặt. Tổng điện tích ở bề mặt hạt ảnh hưởng đến sự phân bố ion ở vùng lân cận, làm tăng nồng độ của các ion trung hòa điện tích gần bề mặt. Do đó, một lớp điện kép được hình thành trong vùng gần bề mặt phân cách giữa hạt-chất lỏng. Vì vậy, thế zeta là một hàm của điện tích bề mặt của hạt, bất kỳ lớp nào bị hấp phụ tại mặt phân cách, và bản chất cũng như thành phần của môi trường huyền phù xung quanh. Nó có thể được xác định bằng thực nghiệm và, vì nó phản ánh điện tích hiệu dụng trên các hạt và do đó liên quan đến lực đẩy tĩnh điện giữa chúng, thế zeta đã được chứng minh là cực kỳ phù hợp cho việc nghiên cứu thực tế và kiểm soát sự ổn định của chất keo và các quá trình keo tụ. Có nhiều phương pháp và thiết bị để đo với độ chính xác hợp lý. Ví dụ như, thế zeta của các hạt được đo bằng thiết bị Malvern Nano ZS90, trong nước khử ion (DI water) ở nồng độ chất rắn là 50 ppm và độ pH bằng 7 ở 25°C.

Ưu tiên thế zeta của polyme cation nằm trong khoảng từ +10 đến +100 mV. Ưu tiên hơn nữa là, polyme là một hoặc nhiều loại polyamin, polyvinylpyrrolidon, polylysin, protamin, homopolyme và copolyme của trimethylamonioethyl (met)acrylat, homopolyme và copolyme của acrylamidopropyl trimethylamoni halogenua, homopolyme và copolyme của

dialkyldiallylamoni halogenua, chitosan hoặc dẫn xuất chitosan, xenluloza hoặc các dẫn xuất của nó chứa trimetyl amoni được thế epoxit, tinh bột hydroxypropyl trimetyl amoni halogenua, polyetylenimin hoặc quá trình đa trùng ngưng chứa các đơn vị lặp lại của amoni bậc bốn kép hoặc amoni đa bậc bốn. Polyme được ưu tiên đặc biệt là chitosan. Muối chitosan phù hợp với sáng chế chứa một thành phần chitosan và một anion. Ưu tiên anion là anion hữu cơ và ưu tiên hơn là anion hữu cơ có trọng lượng phân tử lớn hơn 60, ưu tiên hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80 đến 2000, thậm chí vẫn còn ưu tiên hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80 đến 500. Ưu tiên muối chitosan là muối của axit chitosan-amin. Ưu tiên axit amin bao gồm glutamin, axit glutamic, histidin, leuxin, lysin, serin, threonin, arginin hoặc hỗn hợp của chúng, ưu tiên hơn là bao gồm arginin. Ưu tiên hơn cả là muối chitosan là muối chitosan-arginin.

Ưu tiên hơn là trọng lượng phân tử của polyme cation nằm trong khoảng từ 30000 đến 1000000 Dalton, thậm chí ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 70000 đến 600000 Dalton, và thậm chí còn ưu tiên hơn nữa là nằm trong khoảng từ 150000 đến 400000 Dalton. Ưu tiên, mức độ khử axetyl của chitosan ít nhất là 65%, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 70 đến 95%, thậm chí ưu tiên hơn nữa là nằm trong khoảng từ 72 đến 90% và ưu tiên hơn cả là nằm trong khoảng từ 75 đến 85%.

Đặc biệt ưu tiên, là trong các hạt đa hợp theo sáng chế có chứa chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng là kẽm pyrithion, chất lọc tia UV hữu cơ có điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 30°C đến 105°C, là 2-hydroxy-4-metoxybenzophenon, đặc trưng ở chỗ các hạt đa hợp chứa polyme cation có trọng lượng phân tử trung bình nằm trong khoảng từ 1000 Da đến 10000000 Da, trong đó polyme cation là chitosan.

Ưu tiên chitosan chứa nhóm amino bậc một được proton hóa với hàm lượng ít nhất là 5%, ưu tiên hơn là với hàm lượng ít nhất 10%, tính theo mol của tổng số nhóm amino bậc một và nhóm amino bậc một được proton hóa.

Ưu tiên kích cỡ hạt của các hạt nói trên nằm trong khoảng từ 0,1 μm đến 1000 μm . Lợi thế của các hạt nhỏ là chúng khó bị phát hiện trong các chế phẩm

trong suốt, rõ ràng. Kích thước hạt có thể được đo bằng cách, ví dụ là, nhiễu xạ laze sử dụng một hệ thống (chẳng hạn như Mastersizer™ 2000 của Malvern Instruments Ltd).

Các hạt đa hợp theo sáng chế ở dạng vữa sệt/bột nhão ở thể nước có thể chứa các hạt với hàm lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 70% trọng lượng và phần còn lại là nước. Ngoài ra, các hạt đa hợp theo sáng chế ở dạng bột hoặc các hạt khô có thể thu được bằng cách làm khô hoặc quay ly tâm vữa sệt/bột nhão nêu trên.

Phương pháp điều chế các hạt đa hợp

Theo khía cạnh khác sáng chế này bộc lộ phương pháp điều chế các hạt đa hợp theo khía cạnh thứ nhất bao gồm bước gia nhiệt và khuấy trộn vữa sệt/bột nhão ở thể nước có chứa chất lọc tia UV hữu cơ và chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng đã nêu trên, tiếp sau đó là bước thêm polyme cation vào vữa sệt/bột nhão nói trên và tiếp tục gia nhiệt vữa sệt/bột nhão đã nêu này trong khoảng từ 5 đến 60 phút ở nhiệt độ từ 30 đến 100°C.

Chế phẩm chăm sóc tóc

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế bộc lộ chế phẩm chăm sóc tóc chứa các hạt đa hợp theo khía cạnh thứ nhất. Ưu tiên, chế phẩm là dầu gội đầu, dầu xả dưỡng tóc, kem ủ tóc, gel dưỡng tóc hoặc dầu dưỡng tóc. Ưu tiên, hàm lượng hạt đa hợp trong các chế phẩm này nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15% trọng lượng của chế phẩm.

Chất trị gàu là hợp chất có hoạt tính chống gàu và thường là chất kháng khuẩn, ưu tiên là chất chống nấm. Các chất trị gàu thường có nồng độ ức chế tối thiểu khoảng 50 mg/ml hoặc ít hơn đối với nấm *Malassezia*.

Ưu tiên các chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa chất trị gàu với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5% trọng lượng. Do đó, các chế phẩm này sẽ chứa lượng hạt đa hợp được tính toán một cách phù hợp.

Ngoài chất trị gàu có mặt ở dạng các hạt đa hợp, chế phẩm chăm sóc tóc phù hợp với sáng chế này cũng có thể chứa chất trị gàu tự do, bổ sung có thể, ví dụ, giống với chất chứa bên trong các hạt đa hợp. Bất cứ khi nào có mặt, ưu tiên

chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa chất trị gàu bổ sung với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5% trọng lượng.

Chất trị gàu bổ sung ưu tiên được chọn từ azole, Octopirox® (pirocton olamin), selen sulfua, axit salixylic và kết hợp combination của chúng.

Azol bao gồm ketoconazol và climbazol, ưu tiên là climbazol.

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế có thể chứa thêm cả muối kẽm. Muối kẽm bổ sung có thể được chọn một cách thích hợp từ muối kẽm của axit hữu cơ, muối kẽm của axit vô cơ, kẽm oxit, kẽm hydroxit hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về các muối kẽm được ưu tiên bao gồm kẽm oxit, kẽm pyrrolidon axit carboxylic, kẽm xitrat, kẽm cacbonat, kẽm clorua, kẽm sulfat, kẽm glyxinat, kẽm axetat, kẽm lactat và hỗn hợp của chúng. Khi có mặt, ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa muối với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,2 đến 3% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa là trong khoảng từ 0,25 đến 2,5% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm gồm chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt không ion, chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính và hỗn hợp của chúng. Bản chất, loại, lượng và các kết hợp đặc thù có thể được sử dụng phụ thuộc vào công thức của chế phẩm và phần lớn sẽ phụ thuộc vào việc liệu chế phẩm sẽ là dầu gội đầu hay dầu xả hay dầu gội xả dưỡng.

Ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế ở dạng dầu gội đầu chứa chất hoạt động bề mặt là natri lauryl sulfat, natri lauryl ete sulfat, natri lauryl ete sulfosuccinat, amoni lauryl sulfat, amoni lauryl ete sulfat, natri cocoyl isethionat và axit lauryl ete carboxylic, coco betain, cocamidopropyl betain, natri cocoamphoaxetat hoặc hỗn hợp của chúng.

Ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa chất hoạt động bề mặt với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 50%, ưu tiên hơn là từ 2 đến 40%, ưu tiên hơn nữa là từ 4 đến 25%.

Ưu tiên hơn nữa là, chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa thành phần mỹ phẩm. Ưu tiên thành phần mỹ phẩm được chọn từ nhóm gồm silicon, chất kháng khuẩn không phải là chất trị gàu, chất tăng cường tạo bọt, hương liệu, chất bao nang (ví dụ hương thơm được bao nang), thuốc nhuộm, chất tạo màu, bột màu, chất bảo quản, chất làm đặc, protein, este phosphat, chất đệm, chất điều chỉnh độ pH, chất tạo độ bóng (ví dụ như: mica, titan dioxit, titan dioxit được tráng mica, etylen glycol distearat (INCI: glycol distearat)) và/hoặc chất làm mờ, chất điều chỉnh độ nhớt, chất làm mềm, chất chống nắng, chất nhũ hóa, hoạt chất tạo cảm giác (ví dụ như tinh dầu bạc hà và các dẫn xuất của tinh dầu bạc hà), vitamin, dầu khoáng, tinh dầu, lipid, hoạt chất tự nhiên, glyxerin, chất dinh dưỡng tóc tự nhiên như chiết xuất thực vật, chiết xuất trái cây, dẫn xuất từ đường và axit amin, xenluloza vi tinh thể và hỗn hợp của chúng.

Ưu tiên, chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa ít nhất một thành phần mỹ phẩm với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 20% trọng lượng, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,05 đến 10% trọng lượng, ưu tiên hơn nữa là trong khoảng từ 0,075 đến 7,5% trọng lượng và ưu tiên hơn cả là chứa ít nhất một thành phần mỹ phẩm với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, tính theo trọng lượng của chế phẩm.

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế cũng có thể chứa các hợp chất kháng khuẩn hiệp đồng mang lại lợi ích kháng khuẩn hiệp đồng khi được sử dụng kết hợp với hoạt chất trị gàu (ví dụ như kẽm pyrithion) để tăng cường đặc tính của nó và ngăn chặn hơn nữa sự phát triển của nấm *Malassezia furfur*. Các ví dụ không có tính giới hạn về các hợp chất này bao gồm các hợp chất có nhóm rượu (ví dụ như: honorkiol, magnolol hoặc paeonol), Piperazin và hợp chất phenolic có trong chiết xuất thực vật tự nhiên như thymol và terpeniol.

Chế phẩm này cũng có thể chứa cả hợp chất vitamin B3. Hợp chất vitamin B3 được ưu tiên là niacinamit.

Niacinamit được biết đến với tác dụng tiết các AMP (Protein kháng khuẩn) từ tế bào sừng. Do đó, các AMP được tiết ra giúp cải thiện khả năng miễn dịch của, ví dụ da đầu. Do đó, với việc sử dụng niacinamit, hiệu quả trị gàu có thể được

tăng cường không chỉ thông qua hoạt động trị nấm mà còn bằng việc tăng cường khả năng tự bảo vệ của da đầu chống lại vi trùng, thông qua việc dùng niacinamit. Sự kết hợp này có thể mang lại khả năng bảo vệ kéo dài hơn nữa, ví dụ như: lên đến 24 giờ bảo vệ chống lại vi trùng.

Khi có mặt, ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa niacinamit với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5%, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,5 đến 5%, ưu tiên hơn nữa là trong khoảng từ 0,5 đến 3%, và ưu tiên hơn cả là trong khoảng từ 1,0 đến 3,0%, tính theo trọng lượng của chế phẩm.

Silicon

Ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế có chứa silicon.

Ví dụ như, chế phẩm theo sáng chế có thể chứa các giọt được nhũ hóa của chất xả dưỡng silicon, để tăng cường hiệu năng dưỡng tóc.

Các silicon phù hợp gồm có polydiorganosiloxan, polydimethylsiloxan có tên gọi theo CTFA là dimethicon. Ngoài ra, phù hợp để sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế (đặc biệt là dầu gội đầu và dầu xả dưỡng) là polydimethyl siloxan có các nhóm đầu hydroxyl, có tên gọi theo CTFA là dimethiconol.

Ưu tiên độ nhớt của silicon được nhũ hóa ít nhất là 10000 cst ở 25°C, ưu tiên hơn độ nhớt của silicon ít nhất là 60000 cst, ưu tiên hơn cả ít nhất là 500000 cst, lý tưởng ít nhất là 1000000 cst. Ưu tiên độ nhớt không vượt quá 10^9 cst để dễ tạo chế phẩm theo công thức.

Ví dụ về các nhũ tương được tạo sẵn phù hợp bao 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. Các loại gồm silicon liên kết chéo cũng có sẵn ở dạng tiền nhũ hóa, thuận lợi cho việc tạo công thức điều chế chế phẩm dễ dàng. Loại silicon cũng được ưu tiên đưa vào dầu gội và dầu xả là amino silicon (amino functional silicones). Thuật ngữ "amino silicon" 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 amino silicon thích hợp bao gồm: polysiloxan có tên gọi theo CTFA là "amodimethicon".

Các ví dụ cụ thể về amino silicon phù hợp để sử dụng trong sáng chế là các loại dầu amino silicon DC2-8220, DC2-8166 và DC2-8566 (tất cả đều của Dow Corning).

Ưu tiên tổng hàm lượng silicon nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10% trọng lượng, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng và ưu tiên hơn cả là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3% trọng lượng.

Độ pH của chế phẩm

Ưu tiên độ pH của chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế nằm trong khoảng từ 3 đến 7, ưu tiên hơn là từ 4 đến 7, thậm chí ưu tiên hơn nữa là từ 4 đến 6,5, ưu tiên hơn cả là từ 4,2 đến 6,5.

Dầu gội đầu

Khi chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế là dầu gội đầu, chế phẩm này thường ở dạng nước, tức là chúng có nước hoặc dung dịch nước hoặc pha tinh thể dạng lỏng dễ tan làm thành phần chính của chúng.

Chế phẩm dầu gội đầu phù hợp chứa nước với hàm lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 98%, ưu tiên là từ 60 đến 92%.

Ưu tiên chế phẩm dầu gội đầu chứa một hoặc nhiều hơn một polyme cation để dưỡng tóc.

Các polyme cation thích hợp bao gồm các homopolyme được thế cation hoặc có thể được hình thành từ hai hoặc nhiều hơn hai loại monome. Trọng lượng phân tử trung bình (M_w) của các polyme nói chung sẽ nằm trong khoảng từ 100000 đến 3 triệu Dalton. Các polyme sẽ có các nhóm chứa nitơ cation như amoni bậc bốn hoặc các nhóm amin được proton hóa, hoặc hỗn hợp của chúng. Nếu trọng lượng phân tử của polyme quá thấp thì hiệu quả dưỡng tóc kém. Nếu quá cao, thì lại có thể có các vấn đề về độ nhớt kéo dài cao dẫn đến chế phẩm bị quánh lại khi rót.

Nhóm chứa nitơ cation nói chung sẽ có mặt như nhóm thế trên một phần tổng các đơn vị monome của polyme cation. Do đó, khi polyme không phải là homopolyme, nó có thể chứa các đơn vị monome không cation có phân tử đệm/nối. Các polyme này được mô tả trong CTFA Cosmetic Ingredient Directory, ấn bản

lần thứ 3. Tỷ lệ giữa các đơn vị monome cation và monome không cation được chọn để cung cấp cho các polyme có mật độ điện tích cation trong phạm vi theo yêu cầu, thường là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 3,0 meq/gm. Mật độ điện tích cation của polyme được xác định một cách thích hợp thông qua phương pháp Kjeldahl được mô tả trong Dược điển Hoa Kỳ phần các thử nghiệm hóa học để xác định nitơ.

Các polyme cation thích hợp gồm copolyme của vinyl monome có nhóm chức amin cation hoặc amoni bậc bốn với các monome đệm tan trong nước như (met)acrylamit, alkyl và dialkyl (met)acrylamit, alkyl (met)acrylat, vinyl caprolacton và vinyl pyrrolidin. Ưu tiên các monome được thế alkyl và dialkyl có nhóm alkyl có từ 1 đến 7 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon. Các phần tử đệm phù hợp khác bao gồm vinyl este, rượu vinyl, anhydrit maleic, propylen glycol và etylen glycol.

Các amin cation có thể là amin bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, tùy thuộc vào loại và độ pH đặc thù của chế phẩm. Nói chung, các amin bậc hai và bậc ba, đặc biệt là bậc ba, được ưu tiên.

Các monome vinyl được thế amin và amin có thể được trùng hợp ở dạng amin và sau đó được chuyển đổi thành amoni bằng quá trình tạo bazơ bậc bốn (quaternization).

Các polyme cation có thể bao gồm hỗn hợp các đơn vị monome có nguồn gốc từ amin và/hoặc monome được thế amoni bậc bốn và/hoặc các monome đệm tương thích.

Các ví dụ không có tính giới hạn về các polyme cation thích hợp gồm có:

- polyme chứa amoni bậc bốn diallyl cation bao gồm, ví dụ như, homopolyme dimetyldiallylamoni clorua và copolyme của acrylamit và dimetyldiallylamoni clorua, lần lượt được gọi trong ngành công nghiệp (CTFA) là Polyquaternium 6 và Polyquaternium 7;

- muối của axit khoáng của các este amin-alkyl của homo- và co- polyme của các axit carboxylic không bão hòa có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, (như được mô tả trong Bảng sáng chế Hoa Kỳ 4,009,256);

- polyacrylamit cation (như được mô tả trong WO95/22311).

Các polyme cation khác có thể được sử dụng gồm có polyme polysacarit cation, chẳng hạn như các dẫn xuất xenluloza cation, các dẫn xuất tinh bột cation và các dẫn xuất gồm guar cation.

Loại polyme polysacarit cation đặc biệt phù hợp có thể được sử dụng là dẫn xuất gồm guar cation, chẳng hạn như guar hydroxypropyltrimetylamonium clorua (có sẵn trên thị trường mang nhãn hiệu JAGUAR từ Rhodia). Ví dụ về các chất này là JAGUAR C13S, JAGUAR C14 và JAGUAR C17.

Có thể sử dụng hỗn hợp của bất kỳ polyme cation nào ở trên.

Ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa polyme cation với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5%, ưu tiên hơn là từ 0,02 đến 1%, ưu tiên hơn nữa là từ 0,05 đến 0,8%.

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế cũng có thể chứa polyme lỏng động cation là polygalactomannan cation có trọng lượng phân tử trung bình (M_w) từ 1 triệu đến 2,2 triệu g/mol và mức độ thế cation là từ 0,13 đến 0,3.

Các polygalactomannan là polysacarit được cấu tạo chủ yếu từ các đơn vị galactose và mannose và thường được tìm thấy trong chất liệu nội nhũ của hạt từ các cây họ đậu như guar, đậu châu chấu (locust bean), cây bồ kết ba gai (honey locust), cây ngọn lửa (flame tree) và các thành viên khác của họ *Leguminosae*. Polygalactomannan gồm trực chính của các đơn vị chuỗi chính β -D-mannopyranosyl liên kết 1 $\rightarrow$ 4 (còn được gọi là đơn vị hoặc dư lượng mannosit) với các nhóm phụ α -D-galactosyl liên kết 1 $\rightarrow$ 6 lặp lại (còn được gọi là đơn vị hoặc dư lượng galactosit) phân nhánh từ nguyên tử cacbon số 6 của dư lượng mannopyranoza trong trực chính polyme. Các polygalactomannan của các loài *Leguminosae* khác nhau thì khác về tần suất xuất hiện của các đơn vị phụ galactosit phân nhánh từ trực chính polymannosit. Các đơn vị mannosit và galactosit thường được gọi chung trong tài liệu này là các đơn vị hoặc dư lượng glycosit. Tỷ lệ trung bình của các đơn vị mannosit so với galactosit trong polygalactomannan có trong gồm guar (sau đây gọi là "guar") là khoảng 2:1.

Các polygalactomannan cation phù hợp gồm có guar và hydroxyalkyl guar (ví dụ như hydroxyetyl guar hoặc hydroxypropyl guar), đã được biến đổi cation bằng phản ứng hóa học với một hoặc hơn một chất tạo dẫn xuất.

Trong chế phẩm điển hình, hàm lượng polygalactomannan cation nói chung sẽ nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1%, ưu tiên là từ 0,1 đến 0,8%, ưu tiên hơn là từ 0,2 đến 0,6%, tính theo trọng lượng của chế phẩm.

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế cũng có thể chứa chất điều chỉnh lưu biến polyme anion như polyme của axit carboxylic.

Thuật ngữ “polyme của axit carboxylic” trong ngữ cảnh của sáng chế này thường chỉ homopolyme hoặc copolyme thu được từ quá trình trùng hợp các monome không bão hòa dạng etylen có chứa các nhóm chức (gắn vào mạch chính) axit carboxylic (sau đây được gọi là “monome carboxylic”).

Các monome carboxylic thích hợp thường có một hoặc hai nhóm axit carboxylic, một liên kết đôi cacbon-cacbon và chứa tổng từ 3 đến khoảng 10 nguyên tử cacbon, ưu tiên là từ 3 đến khoảng 5 nguyên tử cacbon.

Ví dụ cụ thể về các monome carboxylic phù hợp gồm axit monocarboxylic α - β -không bão hòa như axit acrylic, axit metacrylic và axit crotonic; và axit dicarboxylic α - β -không bão hòa như axit itaconic, axit fumaric, axit maleic và axit aconitic. Cũng có thể sử dụng muối, este hoặc anhydrit của axit mono- hoặc dicarboxylic α - β -không bão hòa được mô tả ở trên. Các ví dụ gồm có một nửa este của axit dicarboxylic α - β -không bão hòa với alkanol có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, chẳng hạn như monometyl fumarat; anhydrit mạch vòng của axit dicarboxylic α - β -không bão hòa như anhydrit maleic, anhydrit itaconic và anhydrit xitraconic; và các este của axit acrylic hoặc axit metacrylic với alkanol có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon, chẳng hạn như etyl acrylat, butyl acrylat, 2-ethylhexyl acrylat, dodexyl acrylat, hexadexyl acrylat và octadexyl acrylat.

Theo tùy chọn, các monome không bão hòa dạng etylen khác có thể được đồng trùng hợp thành trực chính polyme của axit carboxylic. Ví dụ về các monome không bão hòa dạng etylen khác này gồm styren, vinyl axetat, etylen, butadien,

acrylonitril và hỗn hợp của chúng. Ưu tiên các polyme của axit carboxylic có trọng lượng phân tử ít nhất là 1 triệu Dalton.

Các ví dụ phù hợp gồm copolyme có liên kết chéo được trùng hợp từ alkyl acrylat hoặc metacrylat có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon (ví dụ như: etyl acrylat) với một hoặc nhiều hơn một comonome được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và hỗn hợp của chúng. Những chất này thường được gọi tên theo INCI là Copolyme Acrylat. Các sản phẩm thương mại bao gồm, ví dụ Aculyn® 33 của Rohm và Haas.

Cũng phù hợp là các copolyme liên kết chéo được trùng hợp từ alkyl este có từ 10 đến 30 nguyên tử cacbon của axit acrylic hoặc axit metacrylic với một hoặc nhiều hơn một comonome được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và các alkyl este có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon tương ứng của chúng. Các chất này thường được gọi tên theo INCI là Crosspolyme Acrylat/ Alkyl Acrylat có từ 10 đến 30 nguyên tử cacbon (C10-30 Alkyl Acrylat). Các sản phẩm thương mại bao gồm, ví dụ, Carbopol® polymers 1342 và 1382 từ Lubrizol Advanced Materials.

Cũng phù hợp là các copolyme liên kết chéo tùy chọn của axit acrylic hoặc axit metacrylic với alkyl acrylat và alkyl acrylat biến tính kỵ nước được etoxylat hóa. Những chất này thường được gọi tên theo INCI là Copolyme Acrylat/Steareth-20 Metacrylat, Copolyme Acrylat/Beheneth-25 Metacrylat, Crosspolyme Acrylat/Steareth-20 Metacrylat và Copolyme Acrylat/Palmeth-25 Acrylat. Các sản phẩm thương mại gồm, ví dụ, Aculyn® 22, 28 hoặc 88 từ Rohm & Haas và Synthalen® từ 3V Sigma.

Ưu tiên axit carboxylic là cacbomer, chẳng hạn như homopolyme của axit acrylic được liên kết chéo với allyl ete của pentaerythritol hoặc allyl ete của sucroza.

Hỗn hợp của bất kỳ chất nào nói trên cũng có thể được sử dụng.

Ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa polyme của axit carboxylic với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0%, ưu tiên hơn là với hàm lượng từ 0,4 đến 1,5%, tính theo trọng lượng của chế phẩm.

Trong các chế phẩm điều chế theo công thức có chứa các chất điều chỉnh lưu biến polyme anion như polyme của axit carboxylic được mô tả ở trên, thường cần phải trung hòa ít nhất một phần của các nhóm carboxyl tự do bằng cách cho thêm bazơ vô cơ hoặc hữu cơ. Ví dụ về bazơ vô cơ hoặc hữu cơ thích hợp bao gồm hydroxit của kim loại kiềm (ví dụ như: natri hoặc kali hydroxit), natri cacbonat, amoni hydroxit, metylamin, dietylamín, trimetylamín, monoetanolamin, trietanolamin và hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế cũng có thể chứa chất điều chỉnh lưu biến polyme không ion được chọn từ một hoặc nhiều hơn một ete xenluloza không ion.

Các ete xenluloza không ion thích hợp hoặc được sử dụng làm chất điều chỉnh lưu biến polyme không ion theo sáng chế bao gồm ete xenluloza (alkyl có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon), chẳng hạn như metyl xenluloza và etyl xenluloza; ete xenluloza hydroxy (alkyl có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon), chẳng hạn như hydroxyetyl xenluloza và hydroxypropyl xenluloza; hỗn hợp ete xenluloza hydroxy (alkyl có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon), chẳng hạn như hydroxyetyl hydroxypropyl xenlulo; và ete xenluloza (alkyl có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon) hydroxy (alkyl có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon), chẳng hạn như hydroxyetyl metylxenluloza và hydroxypropyl metylxenluloza.

Các ete xenluloza không ion được ưu tiên sử dụng làm chất điều chỉnh lưu biến polyme không ion trong sáng chế là ete xenluloza không ion hòa tan trong nước như metylxenluloza và hydroxypropyl metylxenluloza. Thuật ngữ "hòa tan trong nước" trong ngữ cảnh ở đây chỉ độ hòa tan trong nước ít nhất là 1 gam, ưu tiên hơn là ít nhất 3 gam, ưu tiên hơn cả là ít nhất 5 gam trong 100 gam nước cất ở 25°C và áp suất 1 atm (1 atmosphere). Mức này cho bảo việc tạo ra dung dịch đẳng hướng vĩ mô hoặc trong suốt, có màu hoặc không màu.

Metyl xenluloza và hydroxypropyl metylxenluloza có sẵn trên thị trường ở nhiều cấp độ nhớt như dòng sản phẩm mang nhãn hiệu METHOCEL® của Dow Chemical.

Hỗn hợp của bất kỳ ete xenluloza không ion nào cũng có thể phù hợp. Trong chế phẩm điển hình theo sáng chế, mức ete xenluloza không ion nói chung sẽ nằm trong khoảng từ 0,01 đến khoảng 2,0%, và ưu tiên nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5%, ưu tiên hơn là từ 0,1 đến 0,3% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Ưu tiên chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chứa ete xenluloza không ion với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,3%, tính theo trọng lượng.

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế có thể còn chứa các thành phần theo tùy chọn khác để nâng cao hiệu năng và/hoặc sự chấp nhận của người tiêu dùng. Ví dụ về các thành phần này gồm chất tạo hương thơm, thuốc nhuộm, bột màu và chất bảo quản. Mỗi thành phần trong số các thành phần này sẽ có mặt với lượng đủ để đạt được công dụng của nó. Nói chung, các thành phần tùy chọn này được thêm vào một cách riêng rẽ ở mức lên đến 5% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Phương thức sử dụng

Chế phẩm chăm sóc tóc theo sáng chế chủ yếu dùng để đưa tại chỗ lên tóc và da đầu.

Khi chế phẩm là dầu gội đầu, chế phẩm được đưa lên tóc và sau đó xoa bóp cho bám vào tóc và da đầu. Sau đó, chế phẩm được xả sạch với nước trước khi làm khô tóc. Dầu dưỡng tóc hoặc sữa dưỡng tóc, là các chế phẩm chăm sóc tóc dạng để nguyên (leave-on), được lưu lại trong khoảng từ 1 đến 10 giờ sau khi được đưa lên, tới lúc gội sạch.

Sáng chế sẽ được minh họa rõ hơn bằng các Ví dụ không có tính giới hạn sau đây, trong đó tất cả các tỷ lệ phần trăm được trích dẫn đều được tính theo trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng, trừ khi có quy định khác đi.

Sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án được minh họa trong hình vẽ. Do đó, cần hiểu rằng nếu các dấu hiệu được đề cập trong yêu cầu bảo hộ được dẫn chiếu bằng số tham chiếu theo sau, thì số đó chỉ được đưa vào nhằm mục đích nâng cao tính dễ hiểu của các yêu cầu bảo hộ và không nhằm giới hạn phạm vi của các yêu cầu bảo hộ đó.

Các ví dụ nhằm minh họa cho sáng chế và không nhằm giới hạn sáng chế vào chính các ví dụ đó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Điều chế chất đa hợp ngoài sáng chế (Tham chiếu 1)

Mười gam ZPTO (ở dạng 50% vữa sệt/bột nhão ở thể nước, từ Kolon Life Sciences) được cho vào một bình ba cổ đặt bên trong một bể cách thủy. Bình được trang bị máy khuấy cơ học và thiết bị ngưng tụ. Vữa sệt/bột nhão được làm nóng đến 85°C. Sau đó, 0,5 g Neo Heliopan® BB (viết tắt là NHBB) được cho thêm vào bình. Tiếp tục gia nhiệt hỗn hợp và khuấy trong 20 phút. Sau đó 89,5 gam nước khử ion được cho vào bình. Sau 20 phút khuấy liên tục thêm nữa, các thành phần bên trong được làm nguội dần về nhiệt độ phòng. Phần kết tủa được loại bỏ. Sau đó, thu được vữa sệt/bột nhão của chất đa hợp theo sáng chế. Chất đa hợp này ở dạng vữa sệt/bột nhão thể nước.

Thành phần của chất đa hợp này (trên cơ sở 100g) như sau:

ZPTO = 98,0 % trọng lượng

Chất lọc tia UV hữu cơ, Neo Heliopan® BB = 2,0% trọng lượng

Kích thước hạt được tìm thấy là 0,6 micron.

Điều chế chất đa hợp theo sáng chế (tham chiếu 2)

Mười gam ZPTO (ở dạng 50% vữa sệt/bột nhão ở thể nước, từ Kolon Life Sciences) được cho vào bình ba cổ đặt bên trong một bể cách thủy. Bình được trang bị máy khuấy cơ học và thiết bị ngưng tụ. Vữa sệt/bột nhão được làm nóng đến 85°C. Sau đó, cho thêm 0,5 g Neo Heliopan® BB (Điểm nóng chảy 65,5°C) vào bình. Tiếp tục gia nhiệt hỗn hợp và khuấy thêm trong 20 phút nữa. Sau đó cho 25 gam dung dịch Chitosan axetat với hàm lượng 1% trọng lượng và 64,5 gam nước khử ion vào bình. Sau 20 phút khuấy liên tục thêm nữa, các thành phần bên trong được làm nguội dần về nhiệt độ phòng. Phần kết tủa được loại bỏ. Sau đó, thu được các hạt của chất đa hợp theo sáng chế. Chất đa hợp này ở dạng vữa sệt/bột nhão thể nước.

Thành phần của chất đa hợp này (trên 100 g chất rắn) như sau:

ZPTO	= 93,4% trọng lượng
Chất lọc tia UV hữu cơ, Neo Heliopan® BB	= 1,9% trọng lượng
Chitosan từ 190000 đến 310000 Da	= 4,7% trọng lượng.

Kích thước hạt đo được bằng 4 μm .

Sau đó, các hạt trải qua nhiều thử nghiệm khác nhau được mô tả sau đây.

Ví dụ 2

Cho các chế phẩm/thành phần được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây trải qua thử nghiệm nhằm ước tính lượng ZPTO còn lại trong chế phẩm chăm sóc tóc sau khi chịu tác động của tia UV trong một thời gian dài. % trung bình của ZPTO còn lại được đo bằng mô hình invitro được mô tả sau đây.

Bảng 1

Ví dụ tham chiếu số	% trọng lượng ZPTO	% trọng lượng NHBB	% trọng lượng kẽm axetat	Chất đa hợp tham chiếu 1(% trọng lượng)	Chất đa hợp tham chiếu 1(% trọng lượng)	% trọng lượng mẫu bã nhờn
C	0,03	0	0	0	0	Đến 100
D	0,03	0,0006	0	0	0	Đến 100
E	0,03	0,0006	0,03	0	0	Đến 100
F	0	0	0	0,0306	0	Đến 100
G	0	0	0	0	0,0321	Đến 100

Thành phần của mẫu bã nhờn được đề cập trong phần mô tả quy trình thử nghiệm được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

Chất lỏng	Lượng/% trọng lượng
Axit Oleic	8,0
Axit Isostearic	4,0
Tricaprin	1,8
Triolein (65%)	28,2
Triisostearin	9,2
Oleyl oleat	11,9

Myristyl myristat	11,9
Isostearyl isostearat	6,0
Squalen	13,8
Cholesterol oleat	3,4
Cholesterol	1,7

Thử nghiệm để xác định độ ổn định đối với tia UV của chất đa hợp trên Vitro-Skin®

Các điều kiện thử nghiệm được mô tả dưới đây.

Việc chiếu tia UV được thực hiện trong buồng X-Rite (Macbeth) Spectra Light III. Chế độ tia UV được chọn để chiếu tia UV cung cấp cả tia UVA và UVB. Cường độ tia UV được định bằng máy (ước tính khoảng $250 \mu\text{w}/\text{cm}^2$ đối với UVA và $110 \mu\text{w}/\text{cm}^2$ đối với UVB). Độ truyền sáng của tia UVA và UVB trong lọ thủy tinh lần lượt là 80,3% và 71,9%. Nhiệt độ buồng bằng nhiệt độ phòng ($20 \pm 2^\circ\text{C}$). Các mẫu được đặt thành một hàng gần trung tâm của buồng.

Quy trình

Ví dụ C: Ba mươi μL ZPTO (50% vữa sệt/bột nhão ở thể nước, từ Kolon Life Sciences) được phân tán trong 200 g nước khử ion. Khoảng 0,5 mL vữa sệt nhão đã pha loãng được đưa lên tấm Vitro-Skin® và khuấy bằng que khuấy Teflon trong 30 giây. Tấm được làm khô tự nhiên trong điều kiện tối. Sau đó, đưa 120 μL mẫu bã nhờn lên tấm Vitro-Skin® đã qua xử lý.

Ví dụ D: Một mL ZPTO (50% vữa sệt/bột nhão ở thể nước, từ Kolon Life Sciences) được phân tán trong 9 g nước khử ion để tạo thành vữa sệt nhão ZPTO loãng. Và 1,5 mg Neo Heliopan® BB được hòa tan trong 0,1 g metanol, sau đó được phân tán vào 9,9 g nước khử ion để tạo thành dung dịch NHBB. 30 μL vữa sệt/bột nhão ZPTO pha loãng ở trên và 0,2 g dung dịch NHBB ở trên được phân tán vào 19,8 g nước khử ion. Khoảng 0,5 mL vữa sệt nhão đã điều chế có chứa ZPTO và NHBB được đưa lên tấm Vitro-Skin® và khuấy bằng que khuấy Teflon

trong 30 giây. Tấm được làm khô tự nhiên trong điều kiện tối. Sau đó, đưa 120 μ L mẫu bã nhờn lên tấm Vitro-Skin® đã qua xử lý.

Ví dụ E: Hai mL ZPTO (50% vữa sệt/bột nhão ở thể nước, từ Kolon Life Sciences) và 1,2 g kẽm axetat dihydrat được phân tán trong 16,8 g nước khử ion để tạo thành vữa sệt nhão ZPTO loãng. 1,5 mg Neo Heliopan® BB được hòa tan trong 0,1 g metanol, sau đó được phân tán vào 9,9 g nước khử ion để tạo thành dung dịch NHBB. 30 μ L vữa sệt nhão ZPTO pha loãng ở trên và 0,2 g dung dịch NHBB ở trên được phân tán vào 19,8 g nước khử ion. Khoảng 0,5 mL vữa sệt nhão đã điều chế có chứa ZPTO, kẽm axetat và NHBB được đưa lên tấm Vitro-Skin® và khuấy bằng que khuấy Teflon trong 30 giây. Tấm được làm khô tự nhiên trong điều kiện tối. Sau đó, đưa 120 μ L mẫu bã nhờn lên tấm Vitro-Skin® đã qua xử lý.

Ví dụ F: Ba mươi μ L vữa sệt nhão của chất đa hợp theo Ví dụ tham chiếu 1 chứa khoảng 5% ZPTO (5% trọng lượng vữa sệt/bột nhão) được phân tán trong 20 g nước khử ion. Khoảng 0,5 mL vữa sệt nhão đã pha loãng được đưa lên tấm Vitro-Skin® và khuấy bằng que khuấy Teflon trong 30 giây. Tấm được làm khô tự nhiên trong điều kiện tối. Sau đó, tấm Vitro-Skin® đã qua xử lý.

Ví dụ G: Ba mươi μ L vữa sệt nhão của chất đa hợp của theo Ví dụ tham chiếu 2 chứa khoảng 5% ZPTO (5% trọng lượng vữa sệt/bột nhão) được phân tán trong 20 g nước khử ion. Khoảng 0,5 mL vữa sệt/bột nhão đã pha loãng được đưa lên tấm Vitro-Skin® và khuấy bằng que khuấy Teflon trong 30 giây. Tấm được làm khô tự nhiên trong điều kiện tối. Sau đó, đưa 120 μ L mẫu bã nhờn lên tấm Vitro-Skin® đã qua xử lý.

Đối với mỗi mẫu, có tổng cộng bốn tấm đã qua xử lý. Hai tấm Vitro-Skin® đã qua xử lý được đặt trong buồng UV (Macbeth SpectraLight III) ở 37°C và được phơi sáng trong 120 phút. Hai tấm còn lại được giữ lại mà không qua xử lý tia UV.

Sau đó, cả bốn tấm được cắt ra khỏi giá đỡ và ngâm trong các ống ly tâm 15 mL với 7 mL metanol/nước (1:1), mỗi tấm trong 10 phút để chiết xuất bằng quá trình xử lý siêu âm.

Sau đó, lấy 1 mL dung dịch chiết được từ mỗi mẫu và xử lý với 50 μ L dung dịch bão hòa của dinatri EDTA và 100 μ L của dung dịch 50 mmol/L 2,2'-dipyridyl disulfua (DPS) trong 30 phút để tạo dẫn xuất trong bóng tối. Sau đó, hỗn hợp được đưa qua bộ lọc PTFE 0,2 μ m và được chuyển vào lọ lấy mẫu Sắc ký lỏng để phân tích ZPTO bằng phép phân tích UPLC-UV.

Hệ thống Waters ACQUITYUPLC kết hợp với khối phổ kế Quattro Micro API (Waters, Manchester, Vương quốc Anh) được sử dụng để phân tích mẫu. Việc phân tách được thực hiện trên cột Waters Acquity UPLC BEH C18 (2,1 mm x 50 mm x 1,7 μ m). Pha động bao gồm 20 mM amoni axetat trong nước và metanol được lập trình ở chế độ gradien tuyến tính (linear gradient – quét màu xuất phát từ một phía). Ion hóa hóa học áp suất khí quyển (APCI) ở chế độ dương được sử dụng cho tất cả các thí nghiệm. Chế độ theo dõi nhiều phản ứng (MRM) được sử dụng để xác định ZPTO.

Việc dùng thông tin/quan sát của các thí nghiệm, độ ổn định của ZPTO được xác định theo phương trình sau.

$$\text{Độ ổn định ZPTO} = \frac{\text{Lượng ZPTO sau khi tiếp xúc với bức xạ tia UV trong 2 giờ}}{\text{Lượng ZPTO không tiếp xúc với bức xạ tia UV}}$$

Lượng ZPTO không tiếp xúc với bức xạ tia UV

Các kết quả quan sát được tóm tắt trong Bảng 3.

Bảng 3

Ví dụ tham chiếu số	Chi tiết	Độ ổn định của ZPTO
Ví dụ C	ZPTO	Kiểm soát
Ví dụ D	ZPTO+NHBB	Không thay đổi kiểm soát
Ví dụ E	ZPTO + NHBB + Kẽm axetat	Không thay đổi kiểm soát
Ví dụ F	Chất đa hợp của tham chiếu 1	Tăng 10% kiểm soát
Ví dụ G	Chất đa hợp của tham chiếu 2	Tăng 40% kiểm soát

Dữ liệu trong Bảng 3 chỉ ra rõ ràng rằng độ ổn định của ZPTO được cải thiện rõ rệt khi chất đa hợp phù hợp với sáng chế này được sử dụng (Ví dụ G -

Chất đa hợp của tham chiếu 2) trong các thử nghiệm. Mặt khác, chất đa hợp của tham chiếu 1 (nằm ngoài sáng chế này) cũng cải thiện độ ổn định của ZPTO nhưng mức độ cải thiện về khả năng kiểm soát là chưa đủ tốt. Dữ liệu cũng chỉ ra rằng trong khi các polyme cation như chitosan và chitosan axetat đã được báo cáo sử dụng để tăng cường sự kết bám của các chất trị gàu như ZPTO, vai trò của chúng trong việc cải thiện độ ổn định tia UV của các chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng như ZPTO giờ đã được chứng minh. So sánh giữa Ví dụ F và Ví dụ G chỉ ra và nhấn mạnh thêm tầm quan trọng cũng như tác dụng đáng ngạc nhiên của chitosan để ổn định ZPTO vì chất đa hợp của tham chiếu 1 có chứa chất chống nắng nhưng không chứa chitsosan đã không cung cấp một lượng tia UV ổn định.

Ví dụ 3

Độ ổn định của chất đa hợp của tham chiếu 2 trong chế phẩm chăm sóc tóc (dầu gội đầu)

Các chế phẩm theo công thức đã được thử nghiệm được trình bày trong Bảng 4.

Bảng 4

Thành phần	Chế phẩm so sánh	Chế phẩm theo sáng chế
SLES.1EO	12,00	12,00
CAPB	1,6	1,6
ZPTO (50% trọng lượng vữa sệt/bột nhão rắn, từ Kolon)	10,00	Không có
Chất đa hợp của tham chiếu 2	Không có	10,70
NaCl	1,00	1,00
Nước và các thành phần phụ khác	Đến 100	Đến 100

Quy trình thử nghiệm

Đầu tiên, quy trình được thực hiện với chế phẩm so sánh. Sau đó, thực hiện quy trình trên với chế phẩm theo sáng chế để tìm ra (các) khác biệt trong hiệu suất.

Mười gam chế phẩm thử được mô tả trong Bảng 4 được thêm vào ống ly tâm 50 mL, và đưa vào tủ sấy tối ở 40°C. Sau hai tuần bảo quản, 10 g nước khử

ion được thêm vào ống và trộn đều. Các hạt trong chế phẩm thu được bằng cách ly tâm ở tốc độ 10000 vòng/phút trong 20 phút.

Các hạt thu được được pha tạp trên chảo nhôm và được bao phủ bởi tấm phủ. Vật kính dầu 100x được sử dụng để hiển thị các hạt đa hợp ZPTO. Khi các hạt (đường kính khoảng từ 5 đến 10 μm) được lấy nét, việc chụp ảnh Raman được tiến hành bằng cách sử dụng nguồn laser 532 nm. Hình ảnh được chụp theo từng điểm với kích thước bước (khoảng cách giữa các điểm) là 1 μm . Trong mỗi bước (pixel), phổ Raman thu được bằng cách lấy trung bình bốn phổ, với tổng thời gian phơi sáng laser là bốn giây. Tập hợp phổ đã được hiệu chỉnh và phân tích đường cơ sở bằng hàm đa biến thể tích hợp để chứng minh sự phân bố của ZPTO và NHBB trong chất đa hợp. Phổ Raman của ZPTO và NHBB được sử dụng làm tiêu chuẩn để so sánh.

Đối với chế phẩm theo sáng chế có liên quan, các quan sát chỉ ra rằng chất đa hợp của tham chiếu 2 ổn định trong chế phẩm ngay cả khi đã qua bảo quản trong hai tuần ở 40°C. Các quan sát được trình bày dưới dạng dữ liệu Phổ Raman của chất đa hợp của tham chiếu 2 trong chế phẩm thử nghiệm ngay sau khi điều chế chế phẩm (Hình 1) và khi đã qua bảo quản (Hình 2). Đỉnh tại các vị trí biến đổi Raman (Raman Shift) 1307 cm^{-1} là đỉnh đặc trưng của Neo Heliopan® BB và đỉnh ở 828 cm^{-1} là đỉnh đặc trưng của ZPTO. Trong mỗi quang phổ, các đỉnh được biểu thị bằng các mũi tên.

Yêu cầu bảo hộ

1. Hạt đa hợp chứa chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng và chất lọc tia UV hữu cơ có điểm nóng chảy nằm trong khoảng từ 30°C đến 105°C, đặc trưng ở chỗ các hạt đa hợp này có chứa polyme cation có trọng lượng phân tử trung bình nằm trong khoảng từ 1000 Da đến 10000000 Da, trong đó chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng là chất trị gàu dạng hạt gốc kẽm và polyme cation là chitosan hoặc muối chitosan.
2. Hạt đa hợp theo điểm 1, trong đó các hạt này chứa chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng với hàm lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 90% trọng lượng, chất lọc tia UV hữu cơ với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5% trọng lượng và polyme cation với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 10% trọng lượng.
3. Hạt đa hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 2, trong đó tỷ lệ của lượng trung bình của chất trị gàu so với lượng trung bình của chất lọc tia UV hữu cơ trong các hạt nói trên nằm trong khoảng từ 1:0,01 đến 1:1000 phần, tính theo trọng lượng.
4. Hạt đa hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó tỷ lệ của lượng trung bình của chất trị gàu so với lượng trung bình của polyme hữu cơ trong các hạt nói trên nằm trong khoảng từ 1:0,01 đến 1:1000 phần, tính theo trọng lượng.
5. Hạt đa hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chất trị gàu nói trên là kẽm pyrithion.
6. Hạt đa hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó điểm nóng chảy này ít nhất là 50°C.

7. Hạt đa hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chất lọc tia UV hữu cơ đã nêu là ít nhất một trong số các chất 2-hydroxy-4-metoxymetaxenon, 2,2-dihydroxy-4-metoxymetaxenon, butylmetoxydibenzoylmetan, bis-etylhexyloxyphenol metoxyphenyl triazin, Mentyl anthranilat, 4-Metylbenzyliden long não, Benzophenon-7, Benzophenon-8, Benzophenon-10 hoặc Benzophenon-12.

8. Hạt đa hợp theo điểm 6, trong đó chất lọc tia UV hữu cơ là một loại kem chống nắng phổ rộng hấp thụ bức xạ tia UVA cũng như tia UVB.

9. Hạt đa hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó thế zeta của polyme cation nói trên là từ +10 đến +100 mV.

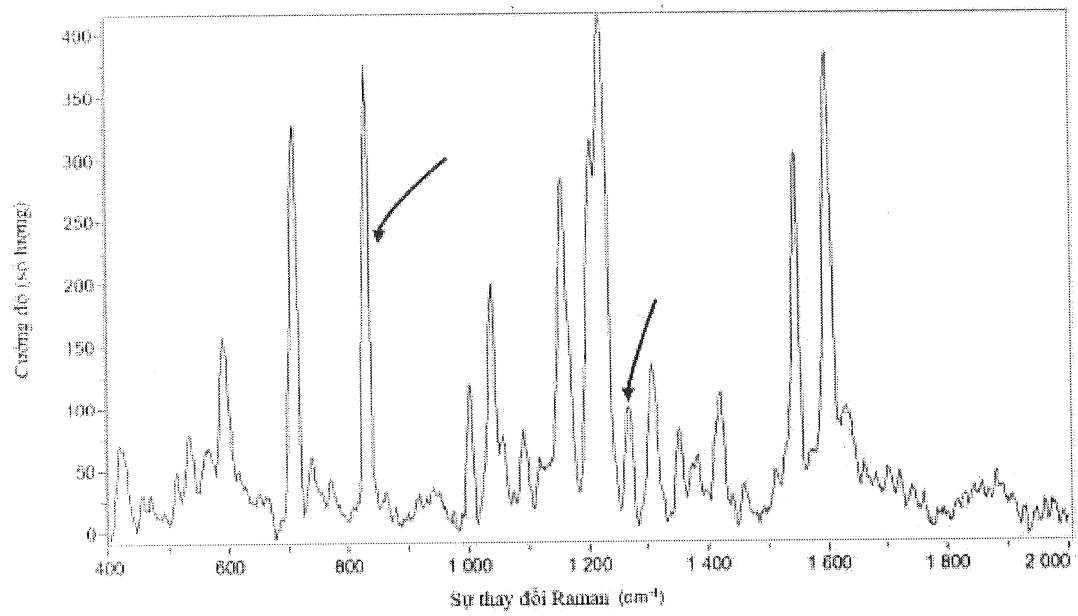
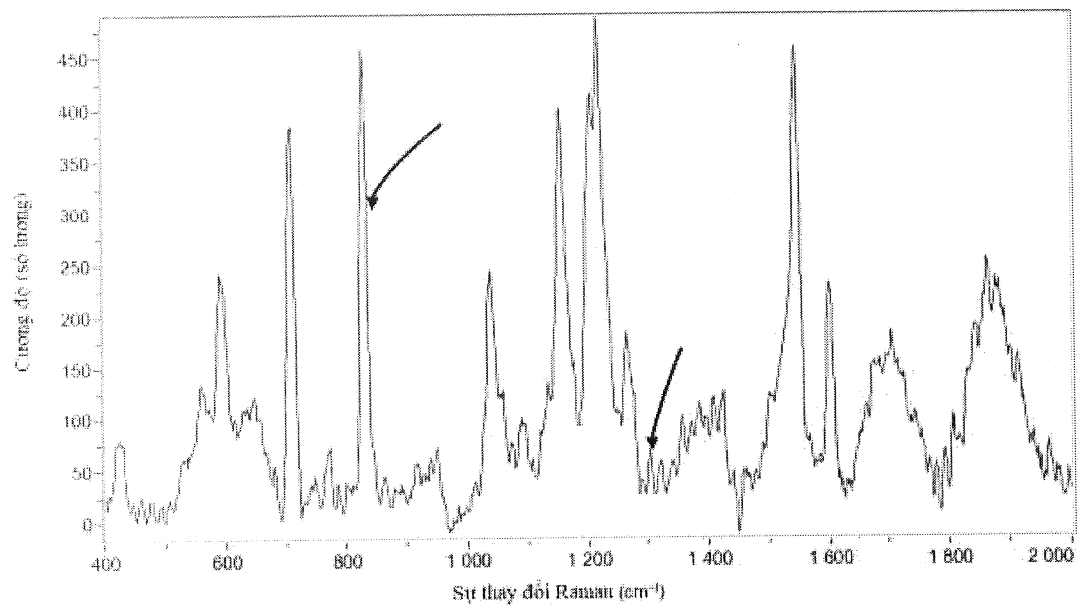
10. Phương pháp điều chế hạt đa hợp theo điểm 1 bao gồm bước gia nhiệt và khuấy trộn vữa sệt/bột nhão ở thể nước chứa chất lọc tia UV hữu cơ và chất trị gàu nhạy cảm ánh sáng đã nêu, tiếp theo đó là bước cho thêm polyme cation đã nêu vào vữa sệt/bột nhão này và tiếp tục gia nhiệt vữa sệt/bột nhão trong khoảng từ 5 đến 60 phút ở khoảng từ 30 đến 100°C.

11. Chế phẩm chăm sóc tóc chứa các hạt đa hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10.

12. Chế phẩm chăm sóc tóc theo điểm 11, trong đó hàm lượng hạt đa hợp nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15% trọng lượng.

13. Chế phẩm chăm sóc tóc theo điểm 12, trong đó chế phẩm này là dầu gội đầu, dầu xả dưỡng tóc, kem ủ tóc, gel dưỡng tóc hoặc dầu dưỡng tóc.

1/1

**Hình 1****Hình 2**