



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103458871 B

(45) 授权公告日 2015. 05. 13

(21) 申请号 201280014956. 6

(22) 申请日 2012. 04. 04

(30) 优先权数据

61/472, 860 2011. 04. 07 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 09. 24

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2012/032065 2012. 04. 04

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/138690 EN 2012. 10. 11

(73) 专利权人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州

(72) 发明人 J·O·迪奥拉 长谷川润

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公

司 31100

代理人 樊云飞

(51) Int. Cl.

A61K 8/898(2006. 01)

A61Q 5/12(2006. 01)

A61K 8/11(2006. 01)

A61K 8/73(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101945638 A, 2011. 01. 12, 全文.

CN 1558747 A, 2004. 12. 29, 说明书第 2 页第 28 行至第 3 页第 8 行.

EP 1637188 A1, 2006. 03. 22, 说明书第 0009-0016 段, 说明书第 0068-0069 段实施例 6.

审查员 葛瀚麟

权利要求书2页 说明书22页

(54) 发明名称

具有增强的聚丙烯酸酯微胶囊的沉积的调理剂组合物

(57) 摘要

本发明提供了一种调理剂组合物,其增强了包含聚丙烯酸酯微胶囊的有益剂到毛发上的沉积和保留。所述调理剂组合物是基于阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊、沉积助剂、调理剂和载体的组合的。

1. 一种调理剂组合物,包含:

(a) 0.001%至 10%的阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊;

(b) 0.01%至 2%的沉积助剂,所述沉积助剂选自阳离子沉积聚合物、氨基硅氧烷、以及它们的组合;和

(c) 2%至 25%的调理剂,所述调理剂选自阳离子表面活性剂、高熔点脂肪族化合物、硅氧烷化合物、以及它们的组合;和

(d) 载体;

其中所述阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊包含阴离子乳化剂和聚丙烯酸酯微胶囊;

其中所述阴离子乳化剂选自:聚(甲基)丙烯酸;(甲基)丙烯酸和具有 C1-C22 烷基的(甲基)丙烯酸酯的共聚物;(甲基)丙烯酸和(甲基)丙烯酰胺的共聚物;以及它们的混合物;

其中所述阳离子沉积聚合物为水溶性聚合物,其具有 0.5 毫当量/克至 12 毫当量/克的电荷密度,并且其中所述阳离子沉积聚合物具有 100,000 道尔顿至 5,000,000 道尔顿的分子量;

其中所述氨基硅氧烷为水不溶性氨基硅氧烷。

2. 根据权利要求 1 所述的调理剂组合物,其中所述阴离子乳化剂包围所述聚丙烯酸酯微胶囊的外表面的至少一部分,或物理地或化学地结合到所述聚丙烯酸酯微胶囊的外表面。

3. 根据权利要求 1 所述的调理剂组合物,其中将所述阴离子乳化剂和所述聚丙烯酸酯微胶囊混合,使得所述阴离子乳化剂与所述聚丙烯酸酯微胶囊的重量比为 1.0:40 至 0.5:5。

4. 根据权利要求 2 所述的调理剂组合物,其中将所述阴离子乳化剂和所述聚丙烯酸酯微胶囊混合,使得所述阴离子乳化剂与所述聚丙烯酸酯微胶囊的重量比为 1.0:40 至 0.5:5。

5. 根据权利要求 1-4 中任一项所述的调理剂组合物,其中将所述阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊和所述沉积助剂混合,使得所述阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊与所述沉积助剂的重量比为 1.0:0.01 至 1.0:10。

6. 根据权利要求 1-4 中任一项所述的调理剂组合物,其中所述阴离子聚丙烯酸酯微胶囊具有 2 微米至 80 微米的粒度。

7. 根据权利要求 1-4 中任一项所述的调理剂组合物,其中所述聚丙烯酸酯微胶囊具有芯和包封所述芯的外壳。

8. 根据权利要求 7 所述的调理剂组合物,其中所述芯包含 6%至 99.9%的有益剂。

9. 根据权利要求 1-4 中任一项所述的调理剂组合物,其中所述阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊包含在附聚物中,并且其中所述附聚物包含选自以下的材料:二氧化硅、柠檬酸、碳酸钠、硫酸钠、氯化钠以及它们的混合物。

10. 根据权利要求 1-4 中任一项所述的调理剂组合物,其中所述阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊包含在附聚物中,并且其中所述附聚物包含选自以下的材料:硅酸钠、改性纤维素、聚乙二醇、聚丙烯酸酯、聚丙烯酸、沸石。

11. 根据权利要求 1-4 中任一项所述的调理剂组合物,其中所述调理剂组合物为凝胶

的形式,并且其中所述凝胶包含小于 45%的水。

12. 根据权利要求 11 所述的调理剂组合物,其中所述凝胶具有 1,000cps 至 10,000cps 的净粘度。

13. 一种制备如权利要求 1 所述的调理剂组合物的方法,所述方法包括以下步骤:

- a) 用阴离子乳化剂涂覆聚丙烯酸酯微胶囊以形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊;
- b) 将所述阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与沉积助剂混合以形成预混物,所述沉积助剂选自阳离子沉积聚合物、氨基硅氧烷、以及它们的组合;
- c) 将所述预混物加入调理剂和载体中。

## 具有增强的聚丙烯酸酯微胶囊的沉积的调理剂组合物

### 技术领域

[0001] 本发明涉及包含聚丙烯酸酯微胶囊的调理剂组合物,其中所述聚丙烯酸酯微胶囊到毛发上具有增强的沉积。

### 背景技术

[0002] 当前市场上的许多调理剂产品通过在调理期间将有益剂如香料和调理剂沉积到毛发上而用于向毛发递送有益效果。因此,期望通过增强它们到毛发上的递送和保留来使此类有益剂的效果最大化。达到此目的的一种方法是将此类有益剂包封于微胶囊中。虽然这些微胶囊能够包封多种有益剂并且将它们递送至毛发,但是仍难以改善此类有益剂的保留和递送效率。此类试剂可能因试剂的物理或化学特性而损失,可能在调理期间从毛发上洗去,或可能与已经存在于毛发上的其它组成组分不相容。当前消费者期望即使延长的一段时间后仍将包封有益剂沉积并且保留到毛发上的调理组合物。

[0003] 一种用于改善在处理期间微胶囊到毛发上的沉积的已知方法涉及使用某些阳离子沉积聚合物。然而,这本身不一定确保微胶囊充分沉积到毛发上。

[0004] 因此,需要一种提供包封有益剂到毛发上的增强的沉积的调理剂组合物。此外,需要一种与微胶囊表面缔合,并且当剪切时允许包封待释放的有益剂的聚合物体系。此外,需要一种在延长的一段时间内提供包封有益剂到毛发上的增强的保留的调理剂组合物。

### 发明内容

[0005] 一种调理剂组合物,所述组合物包含:约 0.001% 至约 10% 的阴离子带电聚丙烯酸酯微胶囊;约 0.01% 至约 2% 的沉积助剂,所述沉积助剂选自阳离子沉积聚合物、氨基硅氧烷、以及它们的组合;约 2% 至约 25% 的调理剂;和载体。

[0006] 一种制备调理剂组合物的方法,其中所述组合物由包括以下步骤的方法形成:用阴离子乳化剂涂覆聚丙烯酸酯微胶囊以形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊;将阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与沉积助剂混合以形成预混物;将所述预混物加入调理剂和载体中。

[0007] 一种制备调理剂组合物的方法,其中所述组合物由包括以下步骤的方法形成:用阴离子乳化剂涂覆聚丙烯酸酯微胶囊以形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊;将阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与沉积助剂混合以形成预混物;将所述预混物加入阴离子表面活性剂中;将步骤(c)的所得组合物加入调理剂和载体中。

### 具体实施方式

[0008] 在本发明的所有实施例中,除非另外特别说明,所有百分比均按所述总组合物的重量计。除非另外特别说明,所有比率均为重量比。所有范围是包括端值在内的且可合并的。有效数字的数目既不表示对所指示量的限制,也不表示对测量精确性的限制。除非另外特别说明,所有数值应被理解为可被词“约”修饰。除非另外指明,所有测量均被理解为是在 25°C 和环境条件下进行的,其中“环境条件”是指在约一大气压和约 50% 相对湿度下的

条件。除非另外指明,所有此类与所列成分相关的重量均以活性物质的含量计,并且不包括可能包含在市售材料中的载体或副产物。

[0009] 定义

[0010] 如本文所用,“消费品”是指旨在以其销售形式使用或消耗的调理剂产品。此类产品包括但不限于涉及处理毛发(包括调理)的产品和/或方法。

[0011] 如本文所用,除非另外指明,术语“个人护理组合物”包括任何可被施用到身体的角蛋白表面的个人护理组合物,包括皮肤和/或毛发。

[0012] 如本文所用,术语“调理剂”包括阳离子表面活性剂、高熔点脂肪族化合物、硅氧烷化合物、以及它们的混合物。

[0013] 如本文所用,术语“沉积助剂”包括阳离子沉积聚合物、氨基硅氧烷、以及它们的组合。

[0014] 如本文所用,术语“流体”包括液体和凝胶。

[0015] 如本文所用,术语“微胶囊”、“包封有益剂”和“固体颗粒”是指聚丙烯酸酯微胶囊。

[0016] 如本文所用,术语“预混物”是指阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与阳离子沉积聚合物或氨基硅氧烷的组合。

[0017] 如本文所用,术语“包括”和“包含”是指非限制性的。

[0018] 在本专利申请测试方法部分中公开的测试方法应被用来确定申请人发明参数的相应值。

[0019] 除非另外指明,所有组分或组合物含量均是关于该组分或组合物的活性物质部分,并且不包括可能存在于这些组分或组合物的市售来源中的杂质,例如残余溶剂或副产物。

[0020] 除非另外指明,所有百分比和比率均按重量计来计算。除非另外指明,所有百分比和比率均以总组合物计来计算。

[0021] 应当理解,在整个说明书中给出的每一最大数值限度包括每一更低的数值限度,如同该更低数值在本文中被明确地写出。在本说明书全文中给出的每一最小数值限度将包括每一更高数值限度,如同该更高数值限度在本文中被明确地写出。在本说明书全文中给出的每一数值范围将包括落入此类更宽数值范围内的每一更窄数值范围,如同此类更窄数值范围在本文中被明确地写出。

[0022] 阴离子聚丙烯酸酯微胶囊的有益效果

[0023] 消费者期望在调理期间将包封有益剂沉积到并且保留在他们毛发上的调理剂组合物。传统上,已经使用多种方法来改善微胶囊的沉积,包括(1)使用特定的嵌段共聚物共价结合到微胶囊,和(2)使用阳离子水溶性聚合物涂覆微胶囊以增加所述微胶囊对所关注基质的亲和力。然而,期望具有优于传统方法的改善的沉积。

[0024] 已令人惊奇地发现,阴离子乳化剂与聚丙烯酸酯微胶囊之间存在协同作用,从而获得阴离子聚丙烯酸酯微胶囊。当将此类阴离子微胶囊与沉积助剂混合时,在阴离子聚丙烯酸酯表面处形成微观结构。此类阴离子微观结构显示出高粘弹性,即使在清洁期间稀释时仍保持完整,并且显示出与角蛋白毛发表面的强粘附力。与调理组合物组合,这些特性获得改善的包封有益剂至毛发的递送效率。

[0025] 据信,包含阴离子聚丙烯酸酯微胶囊的调理剂组合物连同沉积助剂如阳离子沉积

聚合物或氨基硅氧烷递送比包含非阴离子聚丙烯酸酯的调理剂组合物更高的沉积速率。此外,具有特定阳离子沉积聚合物或具有氨基硅氧烷的阴离子聚丙烯酸酯微胶囊还具有甚至在延长的一段时间内在毛发上的较高保留率。申请人惊奇地发现,可通过如下来实现将阴离子乳化剂加入微胶囊中以形成阴离子微胶囊:(1)将阴离子乳化剂加入已经形成的微胶囊中,或(2)在微胶囊制备过程期间使阴离子乳化剂与微胶囊表面缔合。一旦形成,就使阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与所选的一种或多种特定阳离子聚合物或所选的特定氨基硅氧烷混合以形成预混物,以加入包含调理剂组合物的表面活性剂中。

#### [0026] 阴离子乳化剂

[0027] 加入阴离子乳化剂,在微胶囊外表面处与特定阳离子沉积聚合物或与氨基硅氧烷形成微观结构,即阴离子乳化剂是微胶囊外表面的至少一部分,或物理地或化学地结合微胶囊的外表面。此类物理结合包括例如氢键、离子相互作用、疏水性相互作用和电子转移相互作用。此类化学结合包括例如共价键合如共价接枝和交联。

[0028] 阴离子乳化剂以按所述聚丙烯酸酯微胶囊的重量计约 0.1 重量% 至约 40 重量%, 约 0.5 重量% 至约 10 重量%, 或约 0.5 重量% 至约 5 重量% 的含量存在。

[0029] 如下所述,可在本发明调理剂组合物中使用多种阴离子乳化剂。阴离子乳化剂示例并且非限制性地包括以下的水溶性盐:烷基硫酸盐、烷基醚硫酸盐、烷基异硫代硫酸盐、烷基羧酸盐、琥珀酸烷基酯磺酸盐、烷基琥珀酰胺酸盐、烷基硫酸盐(如十二烷基硫酸钠、烷基肌氨酸盐)、蛋白质水解产物的烷基衍生物、酰基天冬氨酸盐、烷基或烷基醚或烷基芳基醚磷酸酯、十二烷基硫酸钠、磷脂或卵磷脂、或皂、硬脂酸钠、硬脂酸钾或硬脂酸铵、油酸盐或棕榈酸盐、烷基芳基磺酸盐(如十二烷基苯磺酸钠)、磺基琥珀酸二烷基酯钠、二辛基磺基琥珀酸盐、磺基琥珀酸二月桂基酯钠、聚(苯乙烯磺酸)钠盐、异丁烯-马来酸酐共聚物、阿拉伯树胶、藻酸钠、羧甲基纤维素、纤维素硫酸盐和果胶、聚(苯乙烯磺酸盐)、异丁烯-马来酸酐共聚物、阿拉伯树胶、角叉菜胶、藻酸钠、果胶酸、黄蓍胶、杏仁胶和琼脂;半合成聚合物如羧甲基纤维素、硫酸化纤维素、硫酸化甲基纤维素、羧甲基淀粉、磷酸盐化淀粉、木质素磺酸;和合成聚合物如马来酸酐共聚物(包括其水解产物)、聚丙烯酸、聚甲基丙烯酸、丙烯酸-丙烯酸丁酯共聚物或巴豆酸均聚物和共聚物、乙烯基苯磺酸或 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸均聚物和共聚物、以及此类聚合物和共聚物的部分酰胺或部分酯、羧基改性的聚乙烯醇、磺酸改性的聚乙烯醇和磷酸-改性的聚乙烯醇、磷酸化的或硫酸化的三苯乙烯基苯酚乙氧基化物。

[0030] 此外,还期望使用具有丙烯酸根官能团的阴离子乳化剂,因为这些可在微胶囊制备过程期间共价连接到聚丙烯酸酯微胶囊的外壳部分。用于本文的阴离子乳化剂包括但不限于:聚(甲基)丙烯酸;(甲基)丙烯酸和其具有 C1-22 烷基、C1-C8 烷基、丁基的(甲基)丙烯酸酯的共聚物;(甲基)丙烯酸和(甲基)丙烯酰胺的共聚物;羧基乙烯基聚合物;丙烯酸酯共聚物如丙烯酸酯/丙烯酸 C10-30 烷基酯交联聚合物、丙烯酸/乙烯基酯共聚物/丙烯酸酯/异癸酸乙烯酯交联聚合物、丙烯酸酯/棕榈基聚氧乙烯醚-25 丙烯酸酯共聚物、丙烯酸酯/硬脂基聚氧乙烯醚-20 衣康酸酯共聚物、和丙烯酸酯/鲸蜡基聚氧乙烯醚-20 衣康酸酯共聚物;聚苯乙烯磺酸盐、甲基丙烯酸和丙烯酰胺甲基丙磺酸的共聚物、以及丙烯酸和丙烯酰胺甲基丙磺酸的共聚物;羧甲基纤维素;羧基瓜尔胶;乙烯和马来酸的共聚物;以及丙烯酸酯硅氧烷聚合物。可包含中和剂以中和本文的阴离子乳化剂。此类中和剂的非限

制性例子包括氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化铵、单乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、二异丙醇胺、氨基甲基丙醇、氨基丁三醇、四羟基丙基乙二胺、以及它们的混合物。可商购获得的阴离子乳化剂包括例如以商品名 Carbopol1981 和 Carbopol1980 由 Noveon 提供的卡波姆；具有商品名 Pemulen TR-1、Pemulen TR-2、Carbopol11342、Carbopol11382 和 Carbopol ETD2020 均购自 Noveon 的丙烯酸酯 / 丙烯酸 C10-30 烷基酯交联聚合物；以 CMC 系列由 Hercules 提供的羧甲基纤维素钠；以及具有商品名 Capigel 由 Seppic 提供的丙烯酸酯共聚物。在另一个实施例中，阴离子乳化剂为羧甲基纤维素。

#### [0031] 聚丙烯酸酯微胶囊

[0032] 用于微胶囊化的各种方法以及示例性方法和材料示于美国专利 6,592,990；美国专利 2,730,456；美国专利 2,800,457；美国专利 2,800,458；和美国专利 4,552,811 中。整个本专利申请中每个所述的专利以引用方式并入本文至每个提供关于微胶囊化的方法和材料指导的程度。

[0033] 本发明提出了包含芯材料和壁材料的低渗透性微胶囊，所述壁材料至少部分地包围芯材料，并且在另一个实施例中完全包围芯材料。在本发明中，聚丙烯酸酯微胶囊为有益剂微胶囊颗粒，其通过包含聚合物的胶囊壁材料来包封有益剂。

[0034] 用于本文的胶囊壁材料包括例如由三聚氰胺 - 甲醛或脲醛缩合物、三聚氰胺 - 间苯二酚或脲 - 间苯二酚缩合物形成的那些，以及类似类型的氨基塑料、明胶、聚氨酯、聚酰胺、聚烯烃、多糖、蛋白质、硅氧烷、脂质、改性纤维素、树胶、聚丙烯酸酯、聚磷酸酯、聚苯乙烯和聚酯、或这些材料的组合。在另一个实施例中，提供低渗透性的壁材料为聚丙烯酸酯。

[0035] 芯中的有益剂可包括选自以下的材料：香料；增白剂；酶；香料；调理剂、增稠剂；抗微生物剂；感觉剂，在一个方面凉爽剂；诱虫剂，在一个方面信息素；染料；颜料；漂白剂；以及它们的混合物。

[0036] 用于本文的聚丙烯酸酯微胶囊为初始施用后在一段时间内释放有益剂的那些。释放包封有益剂的可能触发机构可包括但不限于机械力、脱水、光、pH、温度、或甚至离子强度变化。

#### [0037] 制备阴离子聚丙烯酸酯微胶囊的方法

[0038] 阴离子聚丙烯酸酯微胶囊可通过如下形成：(1) 用阴离子乳化剂涂覆已经形成的微胶囊；或(2) 在微胶囊制备过程期间将阴离子乳化剂加入微胶囊中。产生微胶囊的任何已知方法可用于本文中。制备聚丙烯酸酯微胶囊的示例方法公开于美国专利申请 61/328949；美国专利申请 61/328954；美国专利申请 61/328962；和美国专利申请 61/328967 中。

[0039] 在一个实施例中，聚丙烯酸酯微胶囊由油包水或水包油乳化作用形成。在聚丙烯酸酯微胶囊制备过程期间，制备第一组合物作为油相。所述油相可包含油；油溶性或分散性伯胺、仲胺或叔胺；多官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体或低聚物；油溶性酸；引发剂、以及它们的组合。在一个实施例中，使用氮封，同时混合溶液。逐渐升高温度以形成第一组合物反应产物。在形成第一组合物反应产物后，将第二组合物加入该反应产物中。

[0040] 制备第二组合物作为水相。水相可包含水；可为水溶性或水分散性聚合物或共聚物的乳化剂；至少一种水相引发剂；一种或多种碱或碱盐、以及它们的组合。所谓水相引发剂是指引发剂在水中为可溶解的或可分散的。

[0041] 然后将第二组合物加入第一组合物反应产物的油溶液中。该加入形成水包油乳液。在第二组合物的存在下,第一组合物的反应导致形成低渗透性微胶囊壁。将所述乳液进一步加热一段时间,并且温度足以分解存在于油相和水相之一或二者中的自由基。

[0042] 此外,油相中单体和低聚物的聚合致使聚合材料沉淀。在水相和油相的界面处形成微胶囊壁材料的沉淀。

[0043] 阴离子聚丙烯酸酯微胶囊以约 0.01 重量%至约 50 重量%,约 0.05 重量%至约 10 重量%,约 0.1 重量%至约 8 重量%,或约 0.25 重量%至 3 重量%的含量包含在所述组合物中。

[0044] 用于本文的阴离子聚丙烯酸酯微胶囊是具有约 1 微米至约 80 微米,约 2 微米至约 50 微米,和约 5 微米至约 30 微米粒度的那些。

#### [0045] A. 涂覆微胶囊

[0046] 在本发明的一个实施例中,将阴离子乳化剂加入已经形成的聚丙烯酸酯微胶囊中。阴离子乳化剂通过氢键、范德华力、离子相互作用、疏水性相互作用、或化学反应附接到微胶囊的表面。在一个方面,阴离子乳化剂包围聚丙烯酸酯微胶囊的外表面的至少一部分,或物理地或化学地结合到聚丙烯酸酯微胶囊的外表面。

#### [0047] B. 将阴离子乳化剂加入微胶囊中

[0048] 在另一个实施例中,阴离子乳化剂在微胶囊制备过程期间与微胶囊表面缔合。当制备微胶囊时,在油乳化之前,将阴离子乳化剂溶于可任选包含自由基引发剂的水相中。然后将过量的水相加入油相中以形成水包油乳液。然后在足以分解自由基的温度下将所述乳液加热一段时间,所述自由基定位在油相和水相之一或二者中。因此微胶囊壁材料在水相和油相的界面处形成。在一个实施例中,当所述乳化剂包含丙烯酸酯部分时,所述乳化剂可化学地结合到界面壁材料。

#### [0049] C. 形成预混物

[0050] 一旦由任一形成步骤形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊,就将所述阴离子聚丙烯酸酯微胶囊加入沉积助剂中以形成预混物。已令人惊奇地发现,当与预混物中的沉积助剂混合时,聚丙烯酸酯微胶囊上的阴离子电荷导致在微胶囊的外壳上形成微观结构。该预混物表现出,阴离子聚丙烯酸酯微胶囊对毛发具有比无阴离子电荷和特定沉积助剂的微胶囊更高的粘弹性,因此向毛发提供有益效果。

#### [0051] 浆液 / 附聚物

[0052] 在一个实施例中,所述阴离子聚丙烯酸酯微胶囊包含在浆液中。所述浆液可与辅助成分混合以形成组合物,例如调理消费品。

[0053] 在一个方面,所述浆液可包含一种或多种加工助剂,所述加工助剂选自水、聚集抑制材料如二价盐;颗粒悬浮聚合物如黄原胶、瓜尔胶和羧甲基纤维素。在另一个实施例中,所述加工助剂选自两性表面活性剂如椰油酰氨基丙基甜菜碱(CAPB)、两性离子表面活性剂、阳离子溶胀性聚合物、胶乳颗粒如基于丙烯酸的酯 Rheovis CDE、以及它们的混合物。

[0054] 在一个方面,所述浆液可包含载体,所述载体选自极性溶剂,包括但不限于水、乙二醇、丙二醇、聚乙二醇、甘油;非极性溶剂,包括但不限于矿物油、香料原料、硅油、烃石蜡油、以及它们的混合物。

[0055] 在另一个实施例中,所述阴离子聚丙烯酸酯微胶囊包含在具有第二材料的附聚物



中。在一个方面,所述第二材料可包括选自以下的材料:二氧化硅、柠檬酸、碳酸钠、硫酸钠、氯化钠、以及基料如硅酸钠、改性纤维素、聚乙二醇、聚丙烯酸酯、聚丙烯酸、沸石以及它们的混合物。

#### [0056] 阳离子沉积聚合物

[0057] 在一个实施例中,用于本发明调理剂组合物中的沉积助剂包括加入阴离子聚丙烯酸酯微胶囊中时形成预混物的阳离子沉积聚合物。本文可使用任何已知的天然或合成阳离子沉积聚合物。例子包括公开于美国专利 6,649,155;美国专利申请 12/103,902;美国专利公布 2008/0206355;和美国专利公布 2006/0099167A1 中的那些聚合物。

[0058] 为提供本发明的有益效果,阳离子沉积聚合物以约 0.01% 至约 2%,在一个实施例中约 1.5% 至约 1.9%,在另一个实施例中约 1.8% 至约 2.0% 的含量包含在所述组合物中。

[0059] 阳离子沉积聚合物为水溶性聚合物,其具有约 0.5 毫当量/克至约 12 毫当量/克的电荷密度。用于所述组合物中的阳离子沉积聚合物具有约 100,000 道尔顿至约 5,000,000 道尔顿的分子量。所述阳离子沉积聚合物为低电荷密度阳离子聚合物。

[0060] 在一个实施例中,所述阳离子沉积聚合物为合成阳离子沉积聚合物。可使用多种合成阳离子沉积聚合物,包括单烷基链和二烷基链阳离子表面活性剂。在一个实施例中,选择单烷基链阳离子表面活性剂,包括例如单烷基季铵盐和单烷基胺。在另一个实施例中,使用二烷基链阳离子表面活性剂,并且包括例如二烷基(14-18)二甲基氯化铵、二牛脂烷基二甲基氯化铵、二氢化牛脂烷基二甲基氯化铵、二硬脂基二甲基氯化铵、双十六烷基二甲基氯化铵、以及它们的混合物。

[0061] 在另一个实施例中,所述阳离子沉积聚合物为天然源阳离子聚合物。如本文所用,术语“天然源阳离子聚合物”是指获自天然源的阳离子沉积聚合物。所述天然源可为多糖聚合物。因此,天然源阳离子聚合物可选自包括以下的组:淀粉、瓜尔胶、纤维素、桂皮、刺槐豆胶、魔芋、塔拉胶、半乳甘露聚糖、木薯和合成聚合物。在另一个实施例中,阳离子沉积聚合物选自 Mirapol100S (Rhodia)、Jaguar C17、Tapioca starch (Akzo) 和 polyTriquat。

#### [0062] 氨基硅氧烷

[0063] 在另一个实施例中,用于本发明调理剂组合物中的沉积助剂包括加入阴离子聚丙烯酸酯微胶囊中时形成预混物的氨基硅氧烷。氨基硅氧烷以约 0.1 重量% 至 15 重量%,约 0.3 重量% 至约 10 重量%,约 0.6 重量% 至约 5 重量%,或约 0.8 重量% 至约 2.5 重量% 的含量存在于所述组合物中,以提供增强的微胶囊的沉积。预混物中氨基硅氧烷的含量是成比例的,因为过多的氨基硅氧烷造成消费者的毛发和/或手黏糊感。此外,过多的氨基硅氧烷可能因胶囊壁上的涂层积聚而不提供来自有益剂微胶囊的增强和/或长效的有益效果。氨基硅氧烷的该积聚继而阻止胶囊壁破裂并且释放有益剂。

[0064] 在一个实施例中,用于本文的氨基硅氧烷是水不溶性的。在本发明中,“水不溶性氨基硅氧烷”是指氨基硅氧烷具有在 25°C 下 10g 或更小/100g 水,在另一个实施例中在 25°C 下 5g 或更小/100g 水,并且在另一个实施例中在 25°C 下 1g 或更小/100g 水的溶解度。在本发明中,“水不溶性氨基硅氧烷”是指氨基硅氧烷基本上不含共聚多元醇基团。如果存在共聚多元醇基团,则它们以按所述氨基硅氧烷的重量计小于 10%,小于 1%,或小于 0.1% 的含量存在。

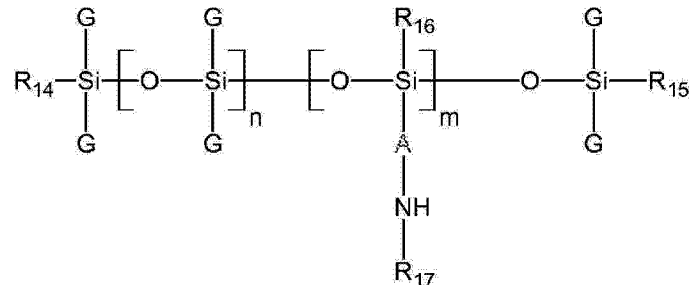
[0065] 用于本文的氨基硅氧烷是具有约 0.04 至约 0.3mmol/g,约 0.07 至约 0.25mmol/g,

或约 0.1 至约 0.2mmol/g 胺含量的那些,以平衡沉积增强有益效果与使用感。

[0066] 在一个实施例中,氨基硅氧烷具有叔胺或季铵。此类胺位点可附接到硅氧烷主链的至少一个末端,和/或可作为接枝侧链附接到硅氧烷主链。在本发明中,氨基硅氧烷具有作为接枝侧链附接到硅氧烷主链的胺位点。

[0067] 用于本文的此类水不溶性氨基硅氧烷包括但不限于具有以下结构的那些:

[0068]



[0069] 其中:

[0070] (n+m)之和的范围为约 2 至约 2000,在另一个实施例中为约 150 至约 2000,在另一个实施例中为约 250 至约 1200,并且在另一个实施例中为约 300 至约 800;

[0071] n 为范围为约 1 至约 1999 的数,并且 m 为范围为约 1 至约 1999 的数;并且选择 n 和 m,使得 m:n 的比率为约 1:1000 至约 1:10,在另一个实施例中为约 1:1000 至约 1:25,在另一个实施例中为约 1:800 至约 1:50,在另一个实施例中为约 1:500 至约 1:50,并且在另一个实施例中为约 1:400 至约 1:100;

[0072] 可相同或不同的 R<sub>14</sub>、R<sub>15</sub>、R<sub>16</sub>选自羟基、C1-C4 烷氧基和甲基, R<sub>14</sub>和 R<sub>15</sub>为羟基和/或 C1-C4 烷氧基,并且 R<sub>16</sub>为甲基;

[0073] A 选自直链和支化的 C3-C8 烯基;

[0074] R<sub>17</sub>选自氢、苯基、直链或支化的 C1-C4 烷基、苄基或直链或支化的 (C2-C8)NH<sub>2</sub>;并且

[0075] G 选自 H、苯基、羟基、C1-C8 烷基、甲基。

[0076] 这些氨基硅氧烷可具有无规类型或嵌段类型。

[0077] 本发明合适的氨基硅氧烷包括但不限于具有胺官能团的有机改性硅氧烷,其可以商品名 ADM1100 和 ADM1600 从 Wacker Silicones 商购获得,以商品名 AP6087、DC2-8211、DC8822、DC8822A、DC8803、DC2-8040、DC2-8813、DC2-8630 和 DC8566 从 Dow Corning Corporation 商购获得,以商品名 KF-862、KF-861、KF-862S、KF-8005、KF-8004、KF-867S、KF-873 和 X-52-2328 从 Shin-Etsu Corporation 商购获得,以及以商品名 TSF4702、TSF4703、TSF4704、TSF4705、TSF4707、TSF4708、TSF4709、F42-B3115、SF1708、SF1923、SF1921、SF1925、OF TP AC3309、OF7747、OF-NH TP AI3631、OF-NH TP AI3683 从 GE Bayer Silicones 商购获得。

[0078] 用于本文的氨基硅氧烷是具有约 1,000mPa. s 至 400,000mPa. s,或约 2,000mPa. s 至约 100,000mPa. s,或约 3,000mPa. s 至约 20,000mPa. s,或约 4,000mPa. s 至约 10,000mPa-s 粘度的那些。特定的粘度水平提供消费者毛发上调理剂的调理功效、掺入处理性和铺展性。

[0079] 用于本文的氨基硅氧烷可以单一化合物形式,或以与其它硅氧烷化合物和/或溶

剂的共混物或混合物形式使用。

[0080] 在一个实施例中,氨基硅氧烷以乳液的形式掺入本发明组合物中。所述乳液通过机械混合或乳液聚合作用制得。乳液聚合作用可在有或无表面活性剂辅助的情况下进行。如果包含表面活性剂,则所述表面活性剂选自阴离子表面活性剂、非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、以及它们的混合物。

#### [0081] 形成预混物

[0082] 在一个实施例中,在加入包含阳离子表面活性剂和载体的调理剂组合物之前,将阳离子沉积聚合物和阴离子聚丙烯酸酯微胶囊混合以形成预混物。在另一个实施例中,在加入包含阳离子表面活性剂和载体的调理剂组合物之前,将氨基硅氧烷和阴离子聚丙烯酸酯微胶囊混合以形成预混物。

[0083] 阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与阳离子沉积聚合物或与氨基硅氧烷的重量比(以阴离子微胶囊的干重与阳离子沉积聚合物和氨基硅氧烷的干重计)为约 0.5:30 至约 20:1,约 5:15 至约 15:1,和约 5:1 至约 12:1。据信过多的阳离子聚合物或氨基硅氧烷因在胶囊壁上形成过多涂层而不向有益剂微胶囊提供增强和/或长效的有益效果。该过多的涂层可阻止微胶囊壁破裂并且释放有益剂。

[0084] 微胶囊和阴离子乳化剂可分散在溶剂如水中,同时与阳离子沉积聚合物混合。在一个实施例中,水的含量为约 90% 至约 50%,在另一个实施例中为约 70% 至约 50%,并且在另一个实施例中为约 60% 至约 50%。在本发明的一个实施例中,在阴离子乳化剂与阳离子沉积聚合物混合之前,它们与微胶囊缔合以形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊。

#### [0085] 调理剂和载体

[0086] 可在包含调理剂和载体的所述组合物中使用根据本发明制得的颗粒。所得调理组合物具有油相和水相。聚丙烯酸酯微胶囊驻留在此类调理组合物水相中。

[0087] 所述调理剂可包含以下组分:

#### [0088] A. 阳离子表面活性剂

[0089] 用于本发明调理剂组合物中的调理剂可包含阳离子表面活性剂。任何已知的阳离子表面活性剂可用于本文中。例子包括公开于美国专利(2009/0143267A1)中的那些。阳离子表面活性剂在所述组合物中的浓度的范围通常为约 0.05% 至约 3%,在另一个实施例中为约 0.075% 至约 2.0%,并且在另一个实施例中为约 0.1% 至约 1.0%。

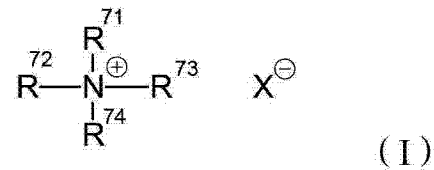
[0090] 可在本发明调理剂组合物中使用多种阳离子表面活性剂,包括单烷基链和二烷基链阳离子表面活性剂。在一个实施例中,使用单烷基链阳离子表面活性剂以提供消费者期望的凝胶基质和湿调理有益效果。此类单烷基阳离子表面活性剂包括例如单烷基季铵盐和单烷基胺。

[0091] 在另一个实施例中,阳离子表面活性剂如二烷基链阳离子表面活性剂与单烷基链阳离子表面活性剂联合使用。此类二烷基链阳离子表面活性剂包括例如二烷基(14-18)二甲基氯化铵、二牛脂烷基二甲基氯化铵、二氢化牛脂烷基二甲基氯化铵、二硬脂基二甲基氯化铵和双十六烷基二甲基氯化铵。

[0092] 阳离子表面活性剂还可为单长烷基季铵化铵和阴离子的盐,其中所述阴离子选自卤离子如氯离子和溴离子、C1-C4 烷基硫酸根如甲酯硫酸根和乙酯硫酸根、以及它们的混合物。在一个实施例中,所述阴离子选自卤离子如氯离子。

[0093] 用于本文的单长烷基季铵化铵盐是具有式(I)的那些：

[0094]



[0095] 其中  $\text{R}^{71}$ 、 $\text{R}^{72}$ 、 $\text{R}^{73}$  和  $\text{R}^{74}$  中的一个选自 16 至 40 个碳原子的脂族基团，或者具有最多约 40 个碳原子的芳基、烷氧基、聚氧化烯基、烷基酰氨基、羟烷基、芳基或烷基芳基；剩余的  $\text{R}^{71}$ 、 $\text{R}^{72}$ 、 $\text{R}^{73}$  和  $\text{R}^{74}$  独立地选自 1 至约 8 个碳原子的烷基，或者具有最多约 8 个碳原子的芳基、烷氧基、聚氧化烯基、烷基酰氨基、羟烷基、芳基或烷基芳基；并且  $\text{X}^-$  是成盐阴离子，其选自卤离子如氯离子和溴离子、C1-C4 烷基硫酸根如甲酯硫酸根和乙酯硫酸根、以及它们的混合物。除了碳原子和氢原子以外，脂族基还可包含醚键和其它基团如氨基。更长链的脂族基团(例如具有约 16 个碳原子或更多个碳原子的那些)可为饱和或不饱和的。在一个实施例中， $\text{R}^{71}$ 、 $\text{R}^{72}$ 、 $\text{R}^{73}$  和  $\text{R}^{74}$  中的一个选自 16 至 40 个碳原子，在另一个实施例中选自 18 至 26 个碳原子的烷基，并且在另一个实施例中选自 22 个碳原子的烷基；并且剩余的  $\text{R}^{71}$ 、 $\text{R}^{72}$ 、 $\text{R}^{73}$  和  $\text{R}^{74}$  独立地选自  $\text{CH}_3$ 、 $\text{C}_2\text{H}_5$ 、 $\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$ 、 $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$ 、以及它们的混合物。

[0096] 当与由多长烷基季铵化铵盐产生的光滑感相比时，此类单长烷基季铵化铵盐向湿毛发提供改善的光滑感。此外，与胺或胺盐阳离子表面活性剂相比，单长烷基季铵化铵盐提供改善的毛发疏水性，并且向干毛发提供顺滑感。

[0097] 在一个实施例中，阳离子表面活性剂为具有更长烷基即 C18-22 烷基的那些。此类阳离子表面活性剂包括例如二十二烷基三甲基氯化铵、二十二烷基三甲基硫酸甲酯铵或二十二烷基三甲基硫酸乙酯铵，以及硬脂基三甲基氯化铵、硬脂基三甲基硫酸甲酯铵或硬脂基三甲基硫酸乙酯铵。在另一个实施例中，所述阳离子表面活性剂为二十二烷基三甲基氯化铵、二十二烷基三甲基硫酸甲酯铵或二十二烷基三甲基硫酸乙酯铵。在另一个实施例中，所述阳离子表面活性剂为二十二烷基三甲基氯化铵。具有更长烷基的阳离子表面活性剂提供改善的微胶囊到毛发上的沉积，从而提供毛发上增量的有益剂。此外，与具有更短烷基的阳离子表面活性剂相比，具有更长烷基的阳离子表面活性剂提供减弱的对消费者皮肤的刺激性。

[0098] 单烷基胺还适用作阳离子表面活性剂。伯脂肪胺、仲脂肪胺和叔脂肪胺是有用的。尤其有用的是叔酰氨基胺，其具有约 12 至约 22 个碳原子的烷基。示例性叔酰氨基胺包括：硬脂酰氨基丙基二甲基胺、硬脂酰氨基丙基二乙基胺、硬脂酰氨基乙基二乙基胺、硬脂酰氨基乙基二甲基胺、棕榈酰氨基丙基二甲基胺、棕榈酰氨基丙基二乙基胺、棕榈酰氨基乙基二乙基胺、棕榈酰氨基乙基二甲基胺、二十二烷酰氨基丙基二甲基胺、二十二烷酰氨基丙基二乙基胺、二十二烷酰氨基乙基二乙基胺、二十二烷酰氨基乙基二甲基胺、二十烷酰氨基丙基二甲基胺、二十烷酰氨基丙基二乙基胺、二十烷酰氨基乙基二乙基胺、二十烷酰氨基乙基二甲基胺、二乙基氨基乙基硬脂酰胺。本发明中有用的胺公开于 Nachtigal 等人的美国专利 4, 275, 055 中。这些胺还可与酸联合使用，所述酸如 1- 谷氨酸、乳酸、盐酸、苹果酸、琥珀酸、乙酸、富马酸、酒石酸、柠檬酸、1- 谷氨酸盐酸盐、马来酸、以及它们的混合物；在另一个实施例中 1- 谷氨酸、乳酸、柠檬酸。在一个实施例中，用任何酸部分地中和本文的胺，胺与酸

的摩尔比为约 1:0.3 至约 1:2, 或约 1:0.4 至约 1:1。

[0099] B. 高熔点脂肪族化合物

[0100] 用于本发明调理剂组合物中的调理剂可包括高熔点脂肪族化合物。用于本文的高熔点脂肪族化合物具有 25°C 或更高的熔点, 并且选自脂肪醇、脂肪酸、脂肪醇衍生物、脂肪酸衍生物、以及它们的混合物。本领域技术人员应当理解, 在说明书的这一部分中公开的化合物在某些情况下可能属于多于一个的类别, 例如一些脂肪醇衍生物还可被归类为脂肪酸衍生物。然而, 给出的类别并不旨在对具体化合物进行限制, 而是为了便于分类和命名。此外, 本领域技术人员应当理解, 根据双键的数目和位置以及支链的长度和位置, 具有某些所需的碳原子的某些化合物可能具有低于 25°C 的熔点。此类低熔点化合物不旨在包括在这一部分中。

[0101] 在本发明的一个方面, 在多种高熔点脂肪族化合物中, 使用脂肪醇。用于本文的脂肪醇为具有约 14 至约 30 个碳原子, 或甚至约 16 至约 22 个碳原子的那些。这些脂肪醇是饱和的, 并且可为直链醇或支链醇。在一个方面, 脂肪醇包括例如鲸蜡醇、硬脂醇、二十二醇、以及它们的混合物。

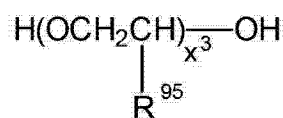
[0102] 在一个实施例中, 使用高纯度单一化合物的高熔点脂肪族化合物。单一纯脂肪醇化合物选自纯鲸蜡醇、硬脂醇和二十二醇。本文所谓“纯的”是指化合物具有至少约 90%, 或甚至至少约 95% 的纯度。当消费者漂洗掉组合物时, 这些单一的高纯度化合物提供从毛发上的优良的可漂洗性。

[0103] 为了提供改善的调理有益效果, 如施用至湿毛发期间的光滑感, 在干燥毛发上的柔软性和润湿感, 所述高熔点脂肪族化合物以按所述组合物的重量计约 0.1% 至约 40%, 约 1% 至约 30%, 约 1.5% 至约 16%, 或甚至约 1.5% 至约 8% 的含量存在于所述组合物中。

[0104] D. 非离子聚合物

[0105] 用于本发明调理剂组合物中的调理剂可包括非离子聚合物。具有大于约 1000 分子量的聚亚烷基二醇用于本发明。有用的是具有以下通式的那些:

[0106]



[0107] 其中 R<sup>95</sup> 选自 H、甲基、以及它们的混合物。用于本文的聚乙二醇聚合物是 PEG-2M (还被称为 Polyox WSR<sup>®</sup> N-10, 购自 Union Carbide, 并且被称为 PEG-2,000); PEG-5M (还被称为 Polyox WSR<sup>®</sup> N-35 和 Polyox WSR<sup>®</sup> N-80, 购自 Union Carbide, 并且被称为 PEG-5,000 和 Polyethylene Glycol 300,000); PEG-7M (还被称为 Polyox WSR<sup>®</sup> N-750, 购自 Union Carbide); PEG-9M (还被称为 Polyox WSR<sup>®</sup> N-3333, 购自 Union Carbide); 和 PEG-14M (还被称为 Polyox WSR<sup>®</sup> N-3000, 购自 Union Carbide)。

[0108] E. 硅氧烷化合物

[0109] 用于调理剂组合物中的调理剂可包括硅氧烷化合物。

[0110] 1. 硅氧烷

[0111] 硅氧烷化合物可包括挥发性硅氧烷、非挥发性硅氧烷、或它们的组合。在一个方面,使用非挥发性硅氧烷。如果存在挥发性的硅氧烷,则它们通常附带用作可商购获得形式的非挥发性硅氧烷材料成分诸如硅氧烷树胶和硅氧烷树脂的溶剂或载体。硅氧烷化合物可包含硅氧烷流体调理剂,并且还可包含其它成分如硅氧烷树脂,以改善硅氧烷流体沉积功效或增强毛发光泽度。

[0112] 硅氧烷化合物的浓度的范围通常为约 0.01% 至约 10%, 约 0.1% 至约 8%, 约 0.1% 至约 5%, 或甚至约 0.2% 至约 3%。合适的硅氧烷化合物和所述硅氧烷的任选悬浮剂的非限制性例子描述于美国重新公布的专利 34,584、美国专利 5,104,646 和美国专利 5,106,609 中。用于本发明组合物中的硅氧烷化合物通常具有在 25°C 下测量的约 20 厘沱至约 2,000,000 厘沱(“cst”), 约 1,000cst 至约 1,800,000cst, 约 50,000cst 至约 1,500,000cst, 或甚至约 100,000cst 至约 1,500,000cst 的粘度。

[0113] 分散的硅氧烷化合物通常具有范围为约 0.01  $\mu\text{m}$  至约 50  $\mu\text{m}$  的数均粒径。对于施用于毛发的小颗粒而言,数均粒径的范围通常为约 0.01  $\mu\text{m}$  至约 4  $\mu\text{m}$ , 约 0.01  $\mu\text{m}$  至约 2  $\mu\text{m}$ , 或甚至约 0.01  $\mu\text{m}$  至约 0.5  $\mu\text{m}$ 。对于施用于毛发的较大颗粒而言,数均粒径的范围通常为约 4  $\mu\text{m}$  至约 50  $\mu\text{m}$ , 约 6  $\mu\text{m}$  至约 30  $\mu\text{m}$ , 约 9  $\mu\text{m}$  至约 20  $\mu\text{m}$ , 或甚至约 12  $\mu\text{m}$  至约 18  $\mu\text{m}$ 。

#### [0114] a. 硅油

[0115] 硅氧烷流体可包括硅油,其为可流动硅氧烷材料,其具有在 25°C 下测量的小于 1,000,000cst, 约 5cst 至约 1,000,000cst, 或甚至约 100cst 至约 600,000cst 的粘度。适用于本发明组合物中的硅油包括聚烷基硅氧烷、聚芳基硅氧烷、聚烷基芳基硅氧烷、聚醚硅氧烷共聚物、以及它们的混合物。还可使用其它具有毛发调理特性的不溶性非挥发性硅氧烷流体。

#### [0116] b. 氨基硅氧烷和阳离子硅氧烷

[0117] 本发明的硅氧烷化合物可包括氨基硅氧烷。如本文所提供的氨基硅氧烷为包含至少一个伯胺基团、仲胺基团、叔胺基团或季铵基团的硅氧烷。有用的氨基硅氧烷可具有按所述氨基硅氧烷的重量计小于约 0.5% 的氮, 小于约 0.2%, 或甚至小于约 0.1%。氨基硅氧烷中的氮(胺官能团)含量越高趋于导致摩擦减小越少,并因此得自氨基硅氧烷的调理有益效果越低。应当理解,在一些产品形式下,根据本发明,更高含量的氮是可接受的。

[0118] 在一个方面,用于本发明中的氨基硅氧烷一旦掺入最终组合物中就具有小于约 50  $\mu$  的粒度。粒度测量采用在最终组合物中分散的小滴。可借助于激光散射技术,使用 Horiba 型号 LA-930 激光散射粒径分布分析仪(Horiba Instruments, Inc.) 来测量粒度。

[0119] 在一个实施例中,氨基硅氧烷通常具有约 1,000cst (厘沱) 至约 1,000,000cst, 约 10,000 至约 700,000cst, 约 50,000cst 至约 500,000cst, 或甚至约 100,000cst 至约 400,000cst 的粘度。该实施例还可包含低粘度流体,例如下文 F. (1) 章节中所述的那些材料。本文所述的氨基硅氧烷的粘度是在 25°C 下测量的。

[0120] 在另一个实施例中,氨基硅氧烷通常具有约 1,000cst 至约 100,000cst, 约 2,000cst 至约 50,000cst, 约 4,000cst 至约 40,000cst, 或甚至约 6,000cst 至约 30,000cst 的粘度。

[0121] 在一个实施例中,氨基硅氧烷以约 0.05 重量% 至约 20 重量%, 约 0.1 重量% 至约

10 重量%，和 / 或甚至约 0.3 重量% 至约 5 重量% 的含量包含在本发明组合物中。

[0122] c. 硅氧烷树胶

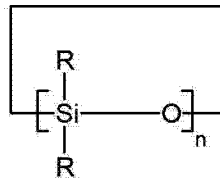
[0123] 适用于本发明组合物中的其它硅氧烷化合物为不溶性硅氧烷树胶。这些树胶是聚有机硅氧烷材料，其具有在 25°C 下测量的大于或等于 1,000,000cSk 的粘度。用于本发明组合物中的硅氧烷树胶的具体非限制性例子包括聚二甲基硅氧烷、(二甲基硅氧烷)(甲基乙烯基硅氧烷)共聚物、聚(二甲基硅氧烷)(二苯基硅氧烷)(甲基乙烯基硅氧烷)共聚物以及它们的混合物。

[0124] d. 高折射率硅氧烷

[0125] 适用于本发明组合物中的其它非挥发性不溶硅氧烷流体化合物是被称为“高折射率硅氧烷”的那些，其具有至少约 1.46，至少约 1.48，至少约 1.52，或甚至至少约 1.55 的折射率。聚硅氧烷流体的折射率一般小于约 1.70，通常小于约 1.60。在此上下文中，聚硅氧烷“流体”包括油以及树胶。

[0126] 高折射率聚硅氧烷流体包括由上文通式 (III) 表示的那些，以及环状聚硅氧烷，如由下文化学式 (VIII) 表示的那些：

[0127]



[0128] 其中 R 为如上文所定义，并且 n 是约 3 至约 7 的数字，或甚至约 3 至约 5。

[0129] 适用于本发明组合物中的硅氧烷流体公开于美国专利 2,826,551、美国专利 3,964,500、美国专利 4,364,837 中。

[0130] e. 硅氧烷树脂

[0131] 硅氧烷树脂可包含在本发明组合物的调理剂中。这些树脂是高度交联的聚硅氧烷体系。交联是通过在硅氧烷树脂制备期间将三官能化和四官能化硅烷与单官能化或双官能化硅烷或二者一起掺入来引入的。

[0132] 硅氧烷材料，尤其是硅氧烷树脂，可方便地根据本领域普通技术人员称为“MDTQ”命名的速记命名体系来标识。在该系统下，根据所存在的组成硅氧烷的各种硅氧烷单元来描述硅氧烷。简而言之，符号 M 代表一官能单元  $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0.5}$ ；D 代表双官能单元  $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ ；T 代表三官能单元  $(\text{CH}_3)\text{SiO}_{1.5}$ ；并且 Q 代表季或四官能单元  $\text{SiO}_2$ 。基本单元符号（例如 M'、D'、T' 和 Q'）代表甲基之外的取代基，并必须在每次出现时具体地定义。

[0133] 在一个方面，用于本发明组合物中的硅氧烷树脂包括但不限于 MQ、MT、MTQ、MDT 和 MDTQ 树脂。在一个方面，甲基为高度合适的硅氧烷取代基。在另一方面，有机硅树脂通常为 MQ 树脂，其中 M:Q 的比率通常为约 0.5:1.0 至约 1.5:1.0，并且硅氧烷树脂的平均分子量通常为约 1000 至约 10,000。

[0134] f. 改性的硅氧烷或硅氧烷共聚物

[0135] 其它改性硅氧烷或硅氧烷共聚物也用于本发明。这些的例子包括美国专利 6,607,717 和 6,482,969 中公开的基于硅氧烷的季铵化合物 (Kennan 季铵化合物)；末端封端的季铵硅氧烷；美国专利 5,807,956 和 5,981,681 中公开的硅氧烷氨基聚环氧嵌段共

聚物；美国专利 6,207,782 中公开的亲水性硅氧烷乳剂；和美国专利 7,465,439 中公开的由一种或多种交联耙状或梳状硅氧烷共聚物片段组成的聚合物。用于本文的附加改性硅氧烷或硅氧烷共聚物描述于美国专利申请 2007/0286837A1 和 2005/0048549A1 中。

[0136] 在本发明的可供选择的实施例中，上述基于硅氧烷的季铵化合物可与美国专利 7,041,767 和 7,217,777 以及 US 申请号 2007/0041929A1 中描述的硅氧烷聚合物混合。

### [0137] 2. 有机调理油

[0138] 本发明的组合物还可包括约 0.05% 至约 3%，约 0.08% 至约 1.5%，或甚至约 0.1% 至约 1% 的至少一种有机调理油作为调理剂，所述调理油单独使用，或与其它调理剂如硅氧烷（上文所述）组合使用。合适的调理油包括烃油、聚烯烃和脂肪酸酯。合适的烃油包括但不限于，具有至少约 10 个碳原子的烃油，如环状烃、直链脂族烃（饱和或不饱和）和支链脂族烃（饱和或不饱和），包括聚合物以及它们的混合物。直链烃油通常为约 C<sub>12</sub> 至约 C<sub>19</sub>。包括烃聚合物在内的支链烃油通常将包含多于 19 个的碳原子。合适的聚烯烃包括液体聚烯烃、液体聚 α-烯烃、或甚至氢化液体聚 α-烯烃。用于本文的聚烯烃可通过 C<sub>4</sub> 至约 C<sub>14</sub> 或甚至 C<sub>6</sub> 至约 C<sub>12</sub> 的聚合来制备。合适的脂肪酸酯包括但不限于具有至少 10 个碳原子的脂肪酸酯。这些脂肪酸酯包括具有衍生自脂肪酸或脂肪醇的烃链的酯（例如单酯、多元醇酯以及二羧酸酯和三羧酸酯）。其脂肪酸酯中的烃基可包含或具有与之共价键合的其它相容官能团，如酰胺和烷氧基部分（例如乙氧基或醚键等）。

### [0139] 3. 其它调理剂

[0140] 还适用于本文组合物中的是 Procter&Gamble Company 在美国专利 5,674,478 和 5,750,122 中描述的调理剂。还适用于本文的是在美国专利 4,529,586、4,507,280、4,663,158、4,197,865、4,217,914、4,381,919 和 4,422,853 中描述的那些调理剂。

### [0141] F. 悬浮剂

[0142] 本发明的组合物还可包括悬浮剂，其浓度能有效用于将水不溶性材料以分散形式悬浮在洗发剂组合物中或能有效调节组合物的粘度。此类浓度的范围为约 0.1% 至约 10%，或甚至约 0.3% 至约 5.0%。

[0143] 用于本文的悬浮剂包括阴离子聚合物和非离子聚合物。用于本文的是乙烯基聚合物，如 CTFA 名为卡波姆的交联丙烯酸聚合物；纤维素衍生物和改性纤维素聚合物，如甲基纤维素、乙基纤维素、羟乙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、硝基纤维素、纤维素硫酸钠、羧甲基纤维素钠、结晶纤维素、纤维素粉末、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙烯醇、瓜尔胶、羟丙基瓜尔胶、黄原胶、阿拉伯胶、黄蓍胶、半乳聚糖、长豆角胶、瓜尔胶、刺梧桐树胶、角叉菜胶、果胶、琼脂、温柏树籽（椴椴子）、淀粉（大米、玉米、马铃薯、小麦）、海藻胶（藻类提取物）；微生物聚合物，如葡聚糖、琥珀酰葡聚糖、普鲁兰；基于淀粉的聚合物，如羧甲基淀粉、甲基羟丙基淀粉；基于藻酸的聚合物，如藻酸钠、藻酸丙二醇酯；丙烯酸酯聚合物，如聚丙烯酸钠、聚丙烯酸乙酯、聚丙烯酰胺、聚乙烯亚胺；以及无机水溶性材料，如膨润土、硅酸铝镁盐、合成锂皂石、锂蒙脱石（hectonite）和无水硅酸。

[0144] 高度用于本文的可商购获得的粘度调节剂包括以商品名 Carbopol<sup>®</sup> 934、Carbopol<sup>®</sup> 940、Carbopol<sup>®</sup> 950、Carbopol<sup>®</sup> 980 和 Carbopol<sup>®</sup> 981，所有均购自



B. F. Goodrich Company 的卡波姆, 以商品名 **ACRYSOL™** 22 购自 Rohm and Hass 的丙烯酸酯 / 硬脂基聚氧乙烯醚 -20 甲基丙烯酸酯共聚物, 以商品名 Amercell™ POLYMER HM-1500 购自 Amerchol 的壬基酚聚醚基羟乙基纤维素, 均由 Hercules 提供的商品名为 **BENECEL®** 的甲基纤维素、商品名为 **NATROSOL®** 的羟乙基纤维素、商品名为 **KLUCEL®** 的羟丙基纤维素、商品名为 **POLYSURF®** 67 的鲸蜡基羟乙基纤维素, 均由 Amerchol 提供的商品名为 **CARBOWAX®** PEG、POLYOX WASR 和 **UCON®** FLUIDS 的基于环氧乙烷和 / 或环氧丙烷的聚合物。

[0145] 其它任选的悬浮剂包括可被归类为酰基衍生物、长链氧化胺物、以及它们混合物的结晶悬浮剂。这些悬浮剂描述于美国专利 4, 741, 855 中。

[0146] 这些悬浮剂包括在一个方面具有约 16 至约 22 个碳原子的脂肪酸乙二醇酯。在一个方面, 有用的悬浮剂包括硬脂酸乙二酯、单硬脂酸酯和二硬脂酸酯两者, 但在一个方面, 二硬脂酸酯包含小于约 7% 的单硬脂酸酯。其它合适的悬浮剂包括具有约 16 至约 22 个碳原子, 或甚至具有约 16 至 18 个碳原子的脂肪酸链烷醇酰胺, 其例子包括硬脂酰单乙醇胺、硬脂酰二乙醇胺、硬脂酰单异丙醇胺和硬脂酰单乙醇胺硬脂酸酯。其它长链酰基衍生物包括长链脂肪酸的长链酯(例如硬脂酸十八烷基酯、棕榈酸鲸蜡酯等); 长链链烷醇酰胺的长链酯(例如硬脂酰胺二乙醇酰胺二硬脂酸酯、硬脂酰胺单乙醇酰胺硬脂酸酯); 和甘油酯(例如二硬脂酸甘油酯、三羟基硬脂精、三山嵛精(tribehenin)(其商业例子为购自 Rheox, Inc 的 **Thixin®** R)。除了上文列出的材料以外, 还可使用长链酰基衍生物、长链羧酸的乙二醇酯、长链氧化胺和长链羧酸的链烷醇酰胺作为悬浮剂。

[0147] 适用作悬浮剂的其它长链酰基衍生物包括 N, N- 二烷基酰氨基苯甲酸及其水溶性盐(例如 Na、K), 尤其是这类的 N, N- 二(氢化)C<sub>16</sub>、C<sub>18</sub> 和牛脂酰氨基苯甲酸类, 其可从 Stepan Company (Northfield, Ill., USA) 商购获得。

[0148] 适用作悬浮剂的长链氧化胺的例子包括烷基二甲基氧化胺, 例如硬脂基二甲基氧化胺。

[0149] 其它合适的悬浮剂包括具有至少约 16 个碳原子的脂肪烷基部分的伯胺, 其例子包括棕榈胺或十八胺; 和具有两个各自具有至少约 12 个碳原子的脂肪烷基部分的仲胺, 其例子包括二棕榈基胺或二(氢化牛脂基)胺。其它合适的悬浮剂还包括二(氢化牛脂基)邻苯二甲酰胺和交联的马来酸酐 - 甲基乙烯基醚共聚物。

#### [0150] G. 凝胶基质

[0151] 上述阳离子表面活性剂与高熔点脂肪族化合物和含水载体一起在本发明的组合中形成凝胶基质。

[0152] 所述凝胶基质适于提供多种调理有益效果, 如在施用到湿毛发期间提供光滑感, 并且在干毛发上提供柔软性和湿润感。由于提供上述凝胶基质, 以一定含量包含阳离子表面活性剂和高熔点脂肪族化合物, 使得阳离子表面活性剂与高熔点脂肪族化合物的重量比在约 1:1 至约 1:10, 或甚至约 1:1 至约 1:6 的范围内。

[0153] 本发明的制剂可为可倾倒液体的形式(在环境条件下)。因此, 此类组合物通常包含载体, 其以约 20% 至约 95%, 或甚至约 60% 至约 85% 的含量存在。所述载体可包含水, 或水

和有机溶剂的可混溶混合物,并且在一个方面,可包含水与最小或不显著浓度的有机溶剂,除了另外作为其它必要或任选组分的微量组分附带地掺入组合物中的那些。

[0154] 用于本发明中的载体包括水以及低级烷基醇和多元醇的水溶液。用于本文的低级烷基醇为具有 1 至 6 个碳原子的一元醇,在一个方面为乙醇和异丙醇。用于本文的多元醇包括丙二醇、己二醇、甘油和丙二醇。

#### [0155] 制备调理剂制剂的方法

[0156] 所述毛发调理剂可通过任何本领域熟知的常规方法制备。它们可如下适当地制备:将去离子水加热至 85°C,并且混入阳离子表面活性剂和高熔点脂肪族化合物。如果需要,可在加入水中之前,将阳离子表面活性剂和脂肪醇在 85°C 下预熔。使该水保持在约 85°C 的温度,直至组分混合均匀且观察不到固体。然后将该组合物冷却至约 55°C 并保持该温度,以形成凝胶基质。有机硅或有机硅的共混物以及低粘度流体,或有机硅的含水分散体被加入凝胶基质中。如果包含的话,聚  $\alpha$ - 烯炔油、聚丙二醇和 / 或聚山梨酸酯还可被加入凝胶基质中。当包括时,可在搅拌下加入其它附加组分例如香料和防腐剂。在持续搅拌的这段时间中使凝胶基质保持在约 50°C 以确保均化。在将它匀化后,将其冷却至室温。如果需要,可以在每一个步骤中采用三叶搅拌器和 / 或球磨机以分散原料。

#### [0157] 制备方法

[0158] 本发明的调理剂组合物可通过如下方法制得,所述方法包括:1) 用阴离子乳化剂涂覆聚丙烯酸酯微胶囊以形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊;2) 将所述阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与沉积助剂混合以形成预混物,所述沉积助剂选自阳离子沉积聚合物、氨基硅氧烷、以及它们的组合;以及 3) 将所述预混物加入调理剂和载体中。

[0159] 在另一个实施例中,本发明的调理剂组合物可通过如下方法制得,所述方法包括:1) 用阴离子乳化剂涂覆聚丙烯酸酯微胶囊以形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊;2) 将所述阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与沉积助剂混合以形成预混物,所述沉积助剂选自阳离子沉积聚合物、氨基硅氧烷、以及它们的混合物;3) 将所述预混物加入阴离子表面活性剂中;以及 4) 将步骤(3) 的所得组合物加入调理剂和载体中。

[0160] 已令人惊奇地发现,与不存在混合组分的情况下相比,阴离子聚丙烯酸酯微胶囊与沉积助剂的缔合具有更高的粘弹性,从而提供阴离子微胶囊对毛发的更好粘附性。

[0161] 例如,当包含丙烯酸和丙烯酸丁酯的共聚物(40,000g/mol 的分子量)的阴离子乳化剂与各种阳离子聚合物混合以形成聚合物预混物时,结果为粘弹性显著增加。这种增加表明强效聚电解质相互作用,这以粘弹性组分  $G'$  随着阳离子聚合物的数量增加而增加来示例(参见表 1)。

[0162] 表 1:作为阴离子:阳离子聚合物预混比率的函数的粘弹性。

[0163]

样本描述	阴离子乳化剂 (重量%)	阳离子聚合物 (重量%)	阴离子表面活性剂 (重量%)	1Hz 下的 G' (帕斯卡)	1Hz 下的 G'' (帕斯卡)
1:5 阴离子: 阳离子	5.10%	25.48%	0.00%	0.369	6.55
1:10 阴离子: 阳离子	2.78%	27.79%	0.00%	0.178	7.22
1:20 阴离子: 阳离子	1.46%	29.12%	0.00%	0.233	7.92

[0164] 此外,当将阴离子表面活性剂加入聚合物预混物中时,还注意到粘弹性显著增加。此类粘弹性的增加受阳离子沉积聚合物和阴离子表面活性剂之间的缔合强度的影响。这在阴离子表面活性剂加入预混物中时粘弹性组分 G' 的增加来示例(参见表 2)。

[0165] 表 2:作为加入聚合物预混物中的阴离子表面活性剂的函数的粘弹性。

[0166]

样本 ID	阴离子乳 化剂	阳离子聚 合物	阴离子表面 活性剂	1Hz 下的 G' (帕斯卡)	1Hz 下的 G'' (帕斯卡)
1:5 阴离子: 阳 离子	3.05%	15.25%	10.87%	42	105.6
1:10 阴离子: 阳 离子	1.65%	16.48%	11.74%	37.1	7.1
1:20 阴离子: 阳 离子	0.86%	17.17%	12.23%	118.2	133.9

[0167] 在本发明的一个实施例中,通过在微胶囊制备过程期间掺入阴离子乳化剂,使阴离子乳化剂共价结合到聚丙烯酸酯微胶囊的外壁。在另一个实施例中,将阴离子乳化剂加入包含完全成形的聚丙烯酸酯微胶囊的浆液中。在经由任一步骤形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊后,然后将阳离子沉积聚合物加入阴离子微胶囊中以形成粘弹性预混物。当该预混物然后与阴离子表面活性剂混合时,聚合物的缔合形成阴离子聚丙烯酸酯微胶囊壁上的微观结构。即使在调理剂组合物稀释时也形成微观结构。一旦形成,聚合物缔合微观结构的高粘度就致使阴离子聚丙烯酸酯微胶囊即使在调理剂组合物稀释时也保持其微胶囊结构。此外,微胶囊结构提供多个与基质的接触点,用于增加微胶囊在毛发上的时间量。

[0168] 本发明的聚丙烯酸酯微胶囊可配制成任何合适的形式,并且通过配制人员所选的任何方法来制备,其非限制性例子描述于 U. S. 5, 879, 584 ;U. S. 5, 691, 297 ; U. S. 5, 574, 005 ;U. S. 5, 569, 645 ;U. S. 5, 565, 422 ;U. S. 5, 516, 448 ;U. S. 5, 489, 392 ; U. S. 5, 486, 303 中,这些专利均以引用方式并入本文。

[0169] 产品形式

[0170] 本发明的调理剂组合物可为洗去型产品或免洗型产品的形式,并且可配制为多种产品形式,包括但不限于霜膏、凝胶、乳液、摩丝和喷剂。

[0171] 在一个实施例中,所述调理剂组合物为包含小于约 45% 的水的凝胶形式。在此类实施例中,所述凝胶可具有约 1,000cps 至约 10,000cps 的净粘度。凝胶的净粘度可定义为 1/ 秒的剪切速率下流体的粘度。科学地讲,粘度为剪切应力与剪切速率的比率。在一些实

施例中,凝胶的剪切速率范围为 0.01/秒至 10/秒。

[0172] 可根据以下方法,用流变仪测量凝胶产品形式的净粘度:

[0173] (1) 将样品装载到板上。

[0174] (2) 在 1 度锥体与板之间建立 1 毫米间隙。

[0175] (3) 在流体上执行 0.01/秒至 10/秒的剪切扫描。

[0176] (4) 记录流体的剪切应力响应。

[0177] (5) 通过计算各剪切速率下剪切应力与剪切速率的比率,测定流体的净粘度。

[0178] 测试方法

[0179] 应当理解,由于发明描述且受权利要求书保护于本文,在本专利申请测试方法部分中公开的测试方法应被用来测定申请人的发明参数的相应值。

[0180] A. ClogP

[0181] 通过 Hansch 和 Leo (参考文献,A. Leo,在 Comprehensive Medicinal Chemistry,第 4 卷,C. Hansch, P. G. Sammens, J. B. Taylor,和 C. A. Ramsden 编辑的第 295 页, Pergamon Press,1990,均以引用方式并入本文)的分段方法来测定该“计算的 logP”(ClogP)。可通过使用购自 Daylight Chemical Information Systems Inc. (Irvine, California U. S. A.) 的“CLOGP”程序计算 ClogP 值。

[0182] B. 沸点

[0183] 通过 ASTM International 的 ASTM 方法 D2887-04a,“Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography,”来测量沸点。

[0184] C. 中值粒度

[0185] 使用由 Particle Sizing Systems, Santa Barbara CA 制造的 Accusizer 780A 来测量粒度。所述仪器使用 Duke 粒度标准物从 0 至 300  $\mu$  校准。用于粒度评估的样品通过将约 1g 胶囊浆液稀释在约 5g 去离子水中并进一步将约 1g 该溶液稀释在约 25g 水中来制备。

[0186] 将约 1g 最稀样品加入 Accusizer 中,并且测试开始,使用自动稀释结构。所述 Accusizer 应以超过 9200 计数/秒读数。如果计数小于 9200,则应加入附加样品。所述 accusizer 将稀释测试样本直至 9200 计数/秒并开始评估。测试之后 2 分钟, Accusizer 将显示结果,包括体积-重量中值尺寸。

[0187] 宽度指数可通过测定超过 95% 的累积颗粒体积的粒度(95% 尺寸),超过 5% 的累积颗粒体积的粒度(5% 尺寸)以及中值体积-重量粒度(50% 尺寸—该尺寸“上方”和“下方”两者的 50% 的颗粒体积)计算。宽度指数(5) = ((95% 尺寸) - (5% 尺寸) / 50% 尺寸)。

[0188] D. 调理剂产品的嗅觉分析

[0189] 分析步骤包括:

[0190] a. 将 0.4 毫升的调理剂产品施用到已被梳理、润湿和轻轻刮刷的发簇上(IHI, 4 克, 8 英寸长, 适中损坏等级)。以挤奶的动作起泡发簇 50-60 个来回(30 秒)。

[0191] b. 在没有操纵毛发下,用固定式喷淋冲洗(100 华氏度的水温, 1.5 加仑/分钟的水流量, 30 秒, 8 格令重/仑的水硬度)。在冲洗后,在介于手指之间从顶部向底部轻轻地向下挂刷发簇一次以移除过量的水。

[0192] c. 通过将其悬挂在挂架上,使毛发在环境温度下干燥。在大约 3 小时后,根据 Primavera Grade (对于强度分 0-100 标度,其中 10 个点的差值为消费者显而易见的)以嗅觉方式对所述发簇分级。将其记录为初始预梳理芳香强度。

[0193] d. 梳理所述发簇 3 次并以嗅觉方式分级,将其记录为初始梳理后芳香强度。

[0194] e. 在环境条件下(70 华氏度和 30% 相对湿度),留下发簇 24 小时。然后,根据 Primavera Grade (对于强度分 0-100 标度,其中 10 个点的差值为消费者显而易见的)以嗅觉方式对所述发簇分级,将其记录为 24hr 老化的预梳理嗅觉强度。梳理所述发簇 3 次并指定嗅觉等级,将其记录为 24hr 老化的梳理后嗅觉强度。

#### [0195] E. 破裂强度测试方法

[0196] 分析步骤包括:

[0197] a.) 将 1 克颗粒置于 1 升蒸馏去离子(DI)水中。

[0198] b.) 允许颗粒在 DI 水中保留 10 分钟,然后通过使用 60mL 注射器过滤器(1.2 微米硝化纤维过滤器(微孔,25mm 直径))过滤回收颗粒。

[0199] c.) 测定 50 个单个颗粒的破裂力。使用 Zhang, Z. ;Sun, G ;

[0200] “Mechanical Properties of Melamine-Formaldehyde microcapsules,” (J. Microencapsulation, 第 18 卷, 第 5 期, 第 593-602 页, 2001 年) 中给出的程序来测定颗粒的破裂力。然后通过将破裂力(以牛顿为单位)除以相应球形颗粒的横截面积( $\pi r^2$ , 其中 r 为压缩之前颗粒的半径)来计算各颗粒的破裂强度,所述横截面积如下测定:使用 Zhang, Z. ;Sun, G ;“Mechanical Properties of Melamine-Formaldehyde microcapsules” (J. Microencapsulation, 第 18 卷, 第 5 期, 第 593-602 页, 2001 年)中的实验设备和方法来测量各单个颗粒的粒度。

[0201] d.) 使用得自上文 c.) 的 50 次独立测量,并且计算具有在受权利要求书保护范围的破裂强度范围内的破裂强度的颗粒百分比。

#### [0202] F. $\zeta$ 电势

[0203] (1) 设备规格:Malvern Zeetasizer Nano ZEN3600 型样品池,一次性毛细管池(绿色池)

[0204] (2) 使用 Duke 标准物来测量 PSD,并且使用它来测量  $\zeta$  电势以确保仪器适当地运行。

[0205] (3) 用 1-2mL 乙醇冲洗 DTS1060 毛细管池,然后用 DI 水冲洗,以制备毛细管池。

[0206] (4) 样品制备:首先,将 20mL DI 水通过 0.2 微米过滤器过滤到 20mL 小瓶中。将 1 滴(50 微升) 30 重量% 固体颗粒悬浮液加入小瓶中,并且将样品轻轻来回翻转,直至颗粒悬浮液均匀分散在小瓶中。接着用 1-2mL DI 水冲洗 DTS1060 一次性绿色  $\zeta$  池,然后使用注射器将样品溶液从小瓶中转移到  $\zeta$  池,确保池中不存在气泡。将池填充至顶部,然后在池出口和入口处放置顶盖(再次确

[0207] 保样品池中不存在气泡)。然后将池置于样品室中,使电极面向

[0208] 体系侧。最后将样品池置于仪器中。

[0209] (5) 运行条件:

[0210] a. 折射率=1.35 (该数可因悬浮液而变化。可使用折射计测量任何颗粒悬浮液的折射率)

- [0211] b. 温度 =25 摄氏度  
 [0212] c. 平衡时间 =1 分钟  
 [0213] d. 使用 Smoluchowski 模型来计算  $\zeta$  电势。  
 [0214] (6) 将每个样品平行测定三次。得自仪器的结果以  $\zeta$  电势报导,以毫伏为单位,无外推。

[0215] 实例

[0216] 尽管已用具体实施例来举例说明和描述了本发明,但是对本领域的技术人员显而易见的是,在不脱离本发明的实质和范围的情况下可作出许多其它的改变和变型。因此,随附权利要求书旨在涵盖本发明范围内的所有这些改变和变型。

[0217] 被称为香味 A 的香料组合物用来制备本发明的实例。下表列出了成分以及它们的特性。表 2 提供了香料油组合物的 ClogP 分类。

[0218] 表 1:

材料名称	ClogP	沸点℃
$\beta\gamma$ 己烯醇	1.3	155
苯乙醇	1.32	219
新洋茉莉醛	1.77	329
额外的(2,4-二甲基环己烯-3-基)甲醛	1.78	199
乙酸戊酯(异构体共混物)	1.87	135
甜瓜醛	2.09	182
(Z)-碳酸-3-己烯甲酯	2.14	167
乙酸异丁子香酚酯	2.17	303
乙酸顺式-3-己烯酯	2.18	167
茉莉内酯	2.36	219
2,6-亚壬基-1-醇	2.43	213
铃兰吡喃	2.46	238
壬内酯	2.66	193
顺式茉莉酮	2.81	254

[0219]

[0220]	乙基里哪醇	2.92	223
	Pino Acetaldehyde	2.98	261
	二氢茉莉酮酸甲酯	3.01	323
	甲基癸烯醇	3.06	242
	Azurone 10/tec 0015573	3.06	395
	二氢月桂烯醇	3.08	195
	Cyclemax	3.23	281
	Hivernal	3.29	351
	Pomarose	3.51	214
	十一烷酸内酯	3.75	228
	大马烯酮 Total 937459	3.89	267
	Acalea (01-1963)	3.9	344
	水杨酸顺式-3-己烯酯	4	316
	$\beta$ -紫罗兰酮	4.02	267
	聚檀香醇	4.21	256
	龙涎呔喃	4.58	285
	5-环十六烯-1-酮	5.04	331
	龙涎酮或木材	5.05	325
	左旋麝香酮	5.48	321
	海佛麝香 947650	5.56	309

[0221] 实例 1:非离子微胶囊(TAS0810101, MVF1837-94B)

[0222] 将由 75g 芳香油香味 A、75g 肉豆蔻酸异丙酯、0.6g DuPont Vazo-52 和 0.4g DuPont Vazo-67 组成的油溶液加入 35℃ 温度控制的钢制夹套反应器中,所述反应器以 1000rpm (4 个末端、2" 直径的平坦研磨叶片)混合并且以 100cc/min 施加氮气层。将油溶液在 45 分钟内加热至 75℃,在 75℃ 下保持 45 分钟,并且在 75 分钟内冷却至 60℃。

[0223] 当所述第一油溶液达到 60℃ 时,加入由 37.5g 芳香油、0.5g 甲基丙烯酸叔丁胺乙酯、0.4g 丙烯酸 2-羧乙酯和 20g Sartomer CN975 (六官能的氨基甲酸酯-丙烯酸酯低聚物)组成的第二油溶液。将混合的油在 60℃ 下再保持 10 分钟。

[0224] 停止混合,并且使用漏斗,将由 56g 5% 活性聚乙烯醇 Celvol 540 水溶液、244g 水、1.1g 20% NaOH 和 1.2g DuPont Vazo-68WSP 组成的水溶液加入油溶液的底部。

[0225] 再次以 2500rpm 开始混合 60 分钟以将油相乳化到水溶液中。研磨结束后,用 3" 螺旋桨以 350rpm 继续混合。将批料在 60℃ 下保持 45 分钟,在 30 分钟内将温度提高至 75℃,在 75℃ 下保持 4 小时,在 30 分钟内加热至 90℃,并且在 90℃ 下保持 8 小时。然后使批料冷却至室温。

[0226] 最终的微胶囊具有 6.4 微米的中值粒度,1.3 的宽度指数和负 0.5 毫伏的  $\zeta$  电势。

[0227] 实例 2:大粒度阴离子微胶囊(TAS1122101)

[0228] 使用与实例 1 相同的材料、组合物和工艺条件制备胶囊,具有以下不同:油相上的组成差异为 1 克 Vazo-52、0.8 克 Vazo-67、0.3 克甲基丙烯酸叔丁胺乙酯、0.25 克丙烯酸 2-羧乙酯和 12 克 Sartomer CN975;并且水相上的组成差异为 22 克 25% 活性 Colloid 351 和 308 克水。所有其它混合和工艺调理剂保持相同。

[0229] 最终的微胶囊具有 10.7 微米的中值粒度, 1.5 的宽度指数和负 60 毫伏的  $\zeta$  电势。

[0230] 实例 3:小粒度阴离子微胶囊(TAS1123101)

[0231] 使用与实例 1 相同的材料、组合物和工艺条件制备胶囊, 具有以下不同:油相上的组成差异为 1 克 Vazo-52、0.8 克 Vazo-67、1.5 克甲基丙烯酸叔丁胺乙酯、1.2 克丙烯酸 2-羧乙酯和 60 克 Sartomer CN975; 并且水相上的组成差异为 68 克 25% 活性 Colloid 351 和 282 克水。所有其它混合和工艺调理剂保持相同。

[0232] 最终的微胶囊具有 1.4 微米的中值粒度, 1.2 的宽度指数和负 60 毫伏的  $\zeta$  电势。

[0233] 实例 4:洗去型调理剂制备

[0234] 采用以下程序制备 500 克洗去型调理剂批料。将 14.24 克 Genamin KDMP 薄片加入在 1 升不锈钢容器中的 410 克 95 摄氏度的预热水中, 所述不锈钢容器浸没在 92 摄氏度的水浴中。使用 IKA 混合器和涡轮搅拌器, 将 1 升容器的内容物保持在 350RPM 的搅拌下。5 分钟后获得透明溶液。然后将 9.3 克鲸蜡醇薄片和 23.2 克硬脂醇薄片加入不锈钢容器中, 其中内容物温度控制到 75-85 摄氏度。将搅拌提高至 500RPM。10 分钟后, 将以下成分加入不锈钢容器中: 0.64 克 Dissolvine EDTA 酸、6.8 克 1 重量% 氢氧化钠溶液、2g 苜醇和 0.17 克 Kathon CG 防腐剂(甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮)。将内容物混合 2 分钟。然后将不锈钢反应器从恒温水浴中取出, 然后使用冷水浴将内容物冷却至 60 摄氏度。将不锈钢反应器放置在 IKA 研磨下。使 17.5 克氨基硅氧烷(Momentive Performance Chemicals, 粘度为 10,000mPa.s) 与 5.0 克实例 5 的微胶囊预混, 然后缓慢加入不锈钢容器中, 其中研磨以 20,000RPM 运行。使用刮刀来确保所有材料在容器中翻转。在 55 摄氏度下继续研磨 7 分钟。最后, 将 0.25 克泛基乙基醚和 0.50 克泛醇加入容器中, 并且搅拌 2 分钟。表征调理剂粘度和微观结构以确保调理剂制剂符合产品设计规格。

[0235] 实例 5:没有预混胶囊的调理剂

[0236] 将上文实例中公开的香料和 / 或香料微胶囊加在预先制得的具有 3 重量% 实例 4 的制剂孔的调理剂制剂之上。下表列出了各种成分的质量。然后使用 DAFC400FVZ 高速混合器以 1900RPM 将混合物高速混合 1 分钟。利用调理剂产品嗅觉分析测试方法来评定经制得的洗发剂组合物处理的毛发。这些结果示于下文中。

[0237]

实例基准	PMC 实例 ID	微胶囊或香料的质量 (g)	洗去型调理剂的质量 (g)	水的质量 (g)	4 小时 (梳理前/后)	24 小时 (梳理前/后)
9A	基准	0.50	97.0	2.500	20 / 20	10 / 10
9B	1 非离子	1.81	97.0	1.188	10 / 50	10 / 20+
9C	3 阴离子	2.42	97.0	0.58	10 / 40	10 / 30+

[0238] 实例 6:预混胶囊的调理剂

[0239] 首先通过预称量广口瓶中的香料微胶囊, 然后加入阳离子聚合物, 而将实例 3 的香料微胶囊与阳离子聚合物预混。然后使用 Hausfeld DAFC400FVZ 高速混合器以 1950RPM 将内容物混合 1 分钟, 以获得均匀的微胶囊悬浮液。

[0240] 然后在实例 4 中所述的调理剂制备过程期间, 将阳离子聚合物 / 微胶囊预混物配制成调理剂。所述预混物替代实例 4 中所述的氨基硅氧烷。

[0241] 利用调理剂产品嗅觉分析测试方法来评定经制得的调理剂组合物处理的毛发。这



些结果示于下文中。

[0242]

实例	描述	初始 (3 小时) (梳理前/后)	24 小时 (梳 理前/后)
----	----	----------------------	-------------------

[0243]

洗去型调理剂			
基准	香料对照物—香味 A	20 / 20	0 / 0
10A	氨基硅氧烷+加入 ROC 中的实例 3 预混物的阴离子 PMC, 老化 17 天/室温	20+ / 40+	0 / 20
10B	Mirapol AT-1 (49meq/A) +加入 ROC 中的实例 3 预混物的阴离子 PMC, 无氨基硅氧烷	35 / 45	0 / 20+
10C	Mirapol 100S (162meq/A) +加入 ROC 中的实例 3 预混物的阴离子 PMC, 无氨基硅氧烷	20+ / 20+	0 / 10
10D	Polycare 133 (324meq/A) +加入 ROC 中的实例 3 预混物的阴离子 PMC, 无氨基硅氧烷	25 / 25	0 / 10

[0244] 注意到,与氨基硅氧烷预混的阴离子微胶囊和Mirapol AT-1提供最佳的芳香剂寿命(24 小时)结果。

[0245] 本文所公开的量纲和值不应被理解为严格限于所引用的精确值。相反,除非另外指明,每个这样的量纲旨在表示所述值以及围绕该值功能上等等的范围。例如,所公开的量纲“40mm”旨在表示“约 40mm”。

[0246] 除非明确地不包括在内或换句话讲有所限制,本文所引用的每篇文献,包括任何交叉引用的或相关的专利或专利申请,均特此全文以引用方式并入本文。任何文献的引用不是对其作为本文所公开的或受权利要求书保护的发明的现有技术,或者其单独地或者与任何其它参考文献的任何组合,或者参考、提出、建议或公开任何此类发明的认可。此外,当本发明中术语的任何含义或定义与以引用方式并入的文件中相同术语的任何含义或定义矛盾时,应当服从在本发明中赋予该术语的含义或定义。

[0247] 尽管已用具体实施例来举例说明和描述了本发明,但是对本领域的技术人员显而易见的是,在不脱离本发明的实质和范围的情况下可作出许多其它的改变和变型。因此,随附权利要求书旨在涵盖本发明范围内的所有这些改变和变型。