



(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)



1-0029172

(51)⁷ A61K 8/34; A61Q 5/12; A61K 8/42; (13) B
A61K 8/04; A61K 8/41

(21) 1-2015-00301

(22) 24/07/2013

(86) PCT/EP2013/065644 24/07/2013

(87) WO 2014/016350 A1 30/01/2014

(30) 12178165.2 27/07/2012 EP; 12178167.8 27/07/2012 EP; 12178168.6 27/07/2012 EP;
12178171.0 27/07/2012 EP; 12179303.8 03/08/2012 EP

(45) 25/08/2021 401

(43) 25/05/2015 326A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, the Netherlands

(72) CASUGBO, Christia (GB); FLANAGAN, Mark (GB); HOUGH, John, Alan (GB);
NAUGHTON, John, Michael (GB); SERRIDGE, David (GB).

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

(54) CHẾ PHẨM DƯỠNG TÓC

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dưỡng tóc chứa từ 0,4 đến 8% trọng lượng rượu béo có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, từ 0,1 đến 2% trọng lượng thành phần chất hoạt động bề mặt cation, nước, và trong đó chế phẩm có khối lượng kéo từ 1 đến 250g.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế này đề cập đến chế phẩm dưỡng tóc có khả năng dưỡng tóc cao.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

EP-A1-2 460 508 bộc lộ chế phẩm dưỡng tóc chứa chất hoạt động bề mặt cation, chất béo có điểm nóng chảy cao và chất mang hệ nước, trong đó chất hoạt động bề mặt cation, chất béo có điểm nóng chảy cao và chất mang hệ nước tạo thành một mạng lưới gel; trong đó chế phẩm có từ khoảng 90% đến khoảng 100% tỷ lệ trao đổi của chất béo có điểm nóng chảy cao sang mạng lưới gel; và ở đây chế phẩm có điểm chảy khoảng 33Pa hoặc hơn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm dưỡng tóc được cải thiện.

Cụ thể, sáng chế đề xuất chế phẩm dưỡng tóc chứa từ 0,4 đến 8% trọng lượng rượu béo có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, từ 0,1 đến 2% trọng lượng thành phần chất hoạt động bề mặt cation, nước, và trong đó chế phẩm có khối lượng kéo từ 1 tới 250g.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1 thể hiện trọng lượng cần thiết để chải mớ tóc.

1. Là mớ tóc được gội sạch với dầu gội đầu đối chứng và sau đó là một sản phẩm được chế tạo theo phương pháp trong tình trạng kỹ thuật (sản phẩm so sánh), trong đó pha gel dưỡng được sản xuất bằng quy trình chuẩn.

2. Là mớ tóc được gội sạch với chỉ dầu gội đầu đối chứng.

3. Là mớ tóc được gội sạch với dầu gội đầu đối chứng và sau đó là chế phẩm được điều chế theo công thức của sáng chế bao gồm mức các hoạt tính dưỡng thấp hơn so với chế phẩm được điều chế theo công thức trong 1.

Có thể thấy rằng khối lượng cần thiết để kéo mớ tóc đi qua lược là lớn hơn đối với chế phẩm được điều chế theo công thức so sánh so với chế phẩm được điều chế theo công thức của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Khối lượng kéo là khối lượng cần thiết để kéo mớ tóc đi qua lược hay bàn chải tóc. Như vậy tóc càng rối thì khối lượng cần thiết để chải mớ tóc qua lược hay bàn chải tóc càng lớn.

Tốt hơn là, chế phẩm chứa pha gel dưỡng có thể thu được bằng cách:

tạo 'hỗn hợp nóng chảy' trong ống thứ nhất chứa rượu béo và thành phần cation và từ 0 đến 15% trọng lượng hỗn hợp nóng chảy của nước (A);

thêm 'hỗn hợp nóng chảy' vào ống thứ hai có chứa nước ở nhiệt độ từ 50 đến 60°C (B); và

trộn, trong đó nhiệt độ của hỗn hợp của hỗn hợp nóng chảy và nước trong ống thứ hai (B) được kiểm soát sao cho nó được duy trì từ 56 đến 65°C, tốt hơn là từ 58 đến 62°C, tốt hơn nữa là 60°C, trong đó rượu béo có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon và trong đó thành phần cation chứa từ 0 đến 70% trọng lượng thành phần cation của chất hoạt động bề mặt cation có công thức $N^+R^1R^2R^3R^4$, tốt hơn là từ 30 đến 60% trọng lượng thành phần chất hoạt động bề mặt cation, và trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là (C_1 đến C_{30}) alkyl hoặc benzyl.

Hỗn hợp nóng chảy của rượu béo và chất hoạt động bề mặt cation tạo thành một pha đẳng hướng. Điều này có nghĩa rằng sự phát triển của cấu trúc, tức là sự tạo của pha gel dưỡng dạng lớp, có thể được kiểm soát bởi nhiệt độ và tỷ lệ pha trộn của hỗn hợp nóng chảy và nước. Chế phẩm dưỡng tóc cuối cùng được tạo ra

sử dụng pha gel dưỡng như trên có khả năng dưỡng cao được chứng minh bởi sự giảm rối tóc.

Chế phẩm dưỡng tóc được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng của sáng chế là sản phẩm cao cấp hơn những sản phẩm được tạo ra khi trộn nước, rượu béo và chất hoạt động bề mặt cation ở nhiệt độ khoảng 70°C. Cụ thể, tính ưu việt thể hiện ở lợi ích dưỡng vượt trội ngày hôm sau mà người ta mong đợi những lợi ích vượt trội là do tăng sự lắng đọng của chất rắn do đó khiến tóc nhòn và rũ xuống ngày hôm sau.

Sự cải thiện do đó nằm trong cân bằng năng lượng nhiệt ở điểm trộn nước với hỗn hợp nóng chảy.

Nếu nước quá lạnh thì hỗn hợp nóng chảy rắn lại dẫn đến hệ thống hỗn hợp kém và điều này cuối cùng đem lại chế phẩm có độ nhớt thấp. Nếu nhiệt độ của nước quá cao thì nó cũng là quá cao tại điểm pha trộn với các hỗn hợp nóng chảy và do đó tạo thành các nang. Điều này cũng làm phát sinh độ nhớt thấp hơn trong chế phẩm dưỡng tóc được tạo với sản phẩm pha gel dưỡng.

Tốt hơn là, nước trong ống thứ hai được duy trì ở mức 56 đến 60°C và tốt hơn nữa là ở 57 đến 59°C.

Tốt hơn là, hỗn hợp nóng chảy chứa 45 đến 90% trọng lượng rượu béo nóng chảy.

Tốt hơn là, rượu béo có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là từ 16 đến 22. Các rượu béo thường là các hợp chất có chứa các nhóm alkyl mạch thẳng. Các ví dụ về các loại rượu béo thích hợp bao gồm rượu xetyl, rượu stearyl và các hỗn hợp của chúng. Việc sử dụng những nguyên liệu này đặc biệt được ưa thích.

Nồng độ rượu béo trong chế phẩm dưỡng theo sáng chế (không chỉ là pha gel dưỡng) thường nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10%, tốt hơn là từ 0,1% đến 8%, tốt hơn nữa là từ 0,2% đến 7%, tốt nhất là từ 0,3% đến 6% tính theo trọng lượng của chế phẩm. Tỷ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt cation so với rượu béo phù

hợp là từ 1:1 đến 1:10, tốt hơn là từ 1:1,5 đến 1:8, tối ưu là 1:2 đến 1:5. Nếu tỷ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt cation so với rượu béo là quá cao, điều này có thể dẫn đến đau mắt do chế phẩm. Nếu tỷ lệ quá thấp, nó có thể làm cho một số người tiêu dùng cảm thấy tóc rít.

Tốt hơn, hỗn hợp nóng chảy chứa từ 10 đến 40% trọng lượng thành phần cation nóng chảy.

Trong phương án được ưu tiên nhất chế phẩm dưỡng tóc được tạo ra bằng cách: đầu tiên điều chế một pha gel dưỡng mà được tạo bằng cách thêm chất hoạt động bề mặt cation vào rượu béo và khuấy ở 85°C.

Dần dần thêm hỗn hợp này vào nước, có chứa các thành phần khác, điển hình là ở 55°C, nhưng ở nhiệt độ phù hợp với chế phẩm để đảm bảo nhiệt độ hỗn hợp là 60°C, nhiệt độ này được duy trì bằng cách nung nóng bên ngoài nếu cần thiết, và khuấy. Làm mát đến nhiệt độ môi trường xung quanh bằng cách thêm nhiều nước hơn, và các thành phần nhiệt độ môi trường khác, và sử dụng sự làm mát bên ngoài nếu cần thiết, và khuấy. Thành phần còn lại có thể được thêm vào chế phẩm dưỡng tóc.

Chế phẩm dưỡng tóc được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng của sáng chế là các sản phẩm có tính dưỡng cao. Cụ thể, chúng sẽ đặc hơn, mặc dù có mức độ chất rắn thấp hơn, và chúng được xả sạch dễ dàng hơn. Sản phẩm được xả sạch một cách dễ dàng sử dụng ít nước hơn và do đó đem lại một tương lai bền vững hơn. Những sản phẩm này được xem là hấp dẫn người tiêu dùng có nhận thức về môi trường.

Tốt hơn là, quy trình này là quy trình liên tục.

Hỗn hợp nóng chảy của sáng chế tạo thành pha đẳng hướng có nghĩa là sự phát triển của cấu trúc, tức là sự tạo của pha gel dưỡng dạng lớp, có thể được kiểm soát. Trong quy trình này, nhiệt độ của hỗn hợp của hỗn hợp nóng chảy và nước được kiểm soát bằng cách thay đổi nhiệt độ của nước được thêm vào hỗn hợp.

Nước có thể được thêm vào trong một lần hoặc có thể được thêm làm nhiều lần theo giai đoạn. Thông thường, ống nước thứ nhất được duy trì ở khoảng 40°C và được đưa vào bình trộn trong khi ống nước thứ hai được duy trì ở nhiệt độ đủ để thay đổi nhiệt độ của hỗn hợp nước với hỗn hợp nóng chảy sao cho nhiệt độ nằm trong phạm vi yêu cầu, tức là từ 56 đến 65°C, tốt hơn là từ 58 đến 62°C, tốt hơn nữa là 60°C trong bình trộn.

Chế phẩm dưỡng tóc cuối cùng được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng như trên cải thiện các đặc tính mà không được thấy khi pha gel dưỡng được tạo trong hỗn hợp nóng chảy.

Sự cải thiện do đó nằm trong cân bằng năng lượng nhiệt ở các điểm trộn nước với hỗn hợp nóng chảy.

Nếu quá lạnh thì sẽ đem lại hệ thống trộn kém do xu hướng hỗn hợp nóng chảy đông cứng và điều này cuối cùng đem lại chế phẩm có độ nhớt thấp. Nếu nhiệt độ của hỗn hợp quá nóng thì sẽ tạo các nang. Điều này cũng làm phát sinh độ nhớt thấp hơn trong chế phẩm dưỡng tóc tạo trong thời gian dài.

Tốt hơn là, hỗn hợp nóng chảy chứa 45 đến 90% trọng lượng rượu béo nóng chảy.

Chế phẩm dưỡng tóc được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng theo sáng chế đã được chứng minh là tốt hơn các chế phẩm được tạo ra bởi các quy trình chuẩn mà các nguyên liệu được trộn lẫn trong nước vào khoảng 70°C. Chế phẩm dưỡng vượt trội thể hiện ở độ đặc chất dưỡng cao (mặc dù có mức chất rắn thấp hơn) và cảm giác sạch sẽ và lợi ích dưỡng ngay hôm sau. Đây là những gì đáng ngạc nhiên vì nó sẽ được dự kiến rằng các sản phẩm dưỡng cao thường làm cho tóc nhờn và rũ xuống vào ngày hôm sau do sự lắng đọng quá mức của các chất rắn.

Tốt hơn là, nhiệt độ của hỗn hợp của dung dịch nước đẳng hướng và rượu béo được duy trì ở mức từ 55°C đến 65°C.

Tốt hơn, rượu béo nóng chảy được thêm vào dung dịch nước đẳng hướng của chất hoạt động bề mặt cation.

Trong quy trình này, nhiệt độ của hỗn hợp được kiểm soát bằng cách thay đổi nhiệt độ/tốc độ của hỗn hợp rượu béo và dung dịch các chất hoạt động bề mặt cation. Nhiệt độ cần phải được kiểm soát cẩn thận để đạt được cấu trúc pha gel dưỡng phù hợp. Sự cải thiện do đó thu được nhờ sự cân bằng năng lượng nhiệt ở điểm trộn rượu béo với hỗn hợp đẳng hướng.

Sau khi tạo pha gel nước và nguyên liệu bổ sung có thể được thêm vào trong một lần hoặc được thêm làm nhiều lần theo giai đoạn. Tốt hơn pha gel được làm lạnh trước khi thêm nước.

Chế phẩm dưỡng tóc cuối cùng được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng đã được cải thiện khả năng dưỡng tóc.

Tốt hơn là, pha gel dưỡng thu được được trộn với một máy trộn có tốc độ đầu quay từ 10 đến 34, tốt hơn là 21-27 và đặc biệt tốt hơn là 24 ms⁻¹.

Chế phẩm dưỡng tóc tạo ra bởi pha gel dưỡng của sáng chế đã được cải thiện hiệu suất dưỡng. Cụ thể hơn, các chế phẩm được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng của sáng chế là đặc hơn, ngay cả khi sử dụng mức độ các chất rắn thấp hơn, và đem lại cảm giác sạch được cải thiện ngày hôm sau. Điều này là đáng ngạc nhiên vì người ta thường liên kết việc mức độ dưỡng được cải thiện với việc tăng lắng đọng của các chất rắn mà từ đó đem lại độ nhờn và nặng vào ngày hôm sau. Đem lại hiệu quả ngược lại là một nhu cầu của người tiêu dùng mà chưa được đáp ứng.

Tốt hơn là, nhiệt độ của dung dịch nước phân tán được duy trì trên mức nhiệt độ nóng chảy của rượu béo, tốt hơn là ít nhất 5°C cao hơn nhiệt độ nóng chảy của rượu béo.

Kiểm soát nhiệt độ của hỗn hợp rượu béo và chất hoạt động bề mặt cation nghĩa là kiểm soát sự tạo cấu trúc gel. Trong quá trình này, nhiệt độ của hỗn hợp

của hỗn hợp nóng chảy và nước được kiểm soát bằng cách thay đổi nhiệt độ/tốc độ của chất hoạt động bề mặt cation với rượu béo và hỗn hợp dung dịch nước của chất hoạt động bề mặt amidoamin. Nếu quá lạnh hoặc quá nóng thì hệ thống mà có hỗn hợp của các cấu trúc dẫn đến kết quả có khả năng dưỡng kém.

Sau khi tạo pha gel nước và thành phần bổ sung tiếp tục có thể được thêm vào trong một lần hoặc có thể được thêm làm nhiều lần theo giai đoạn.

Tốt hơn là, quy trình này là quy trình theo đợt.

Tốt hơn là bước pha trộn các chất hoạt động bề mặt cation với dung dịch nước phân tán được theo dõi bằng cách đo độ nhớt, sao cho khi độ nhớt thay đổi mức, sự kết hợp nhiệt độ cần thiết diễn ra và sau đó amidoamin được trung hòa. Thông thường, việc trộn chất hoạt động bề mặt cation và dung dịch nước phân tán này mất từ 20 đến 60 phút.

Chế phẩm dưỡng tóc cuối cùng được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng như vậy đã được cải thiện hiệu suất dưỡng so với chế phẩm dưỡng tóc tương tự được tạo ra với công thức giống hệt bằng cách sử dụng quy trình tiêu chuẩn.

Tốt hơn là, quy trình này bao gồm bước cho các thành phần của ống hỗn hợp qua máy trộn với tốc độ đầu quay từ 10 đến 34, tốt hơn là từ 21 đến 27 và đặc biệt tốt hơn là 24 ms-1.

Tốt hơn là dung dịch nước phân tán chứa từ 25% trọng lượng đến 50% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 35 đến 45% trọng lượng tổng nước phân tán.

Các chất hoạt động bề mặt dưỡng chất thích hợp bao gồm những loại được lựa chọn từ các chất hoạt động bề mặt cation, được sử dụng đơn lẻ hoặc hỗn hợp. Tốt hơn là, các chất hoạt động bề mặt cation có công thức $N^+R^1R^2R^3R^4$ trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là (C_1 đến C_{30}) alkyl hoặc benzyl. Tốt hơn là, một, hai hoặc ba trong số R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là (C_4 đến C_{30}) alkyl và nhóm R^1 , R^2 , R^3 và R^4 khác hoặc các nhóm là (C_1 - C_6) alkyl hoặc benzyl. Tốt hơn nữa là, một hoặc hai trong số R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là (C_6 to C_{30}) alkyl và các nhóm R^1 , R^2 , R^3 và R^4

khác là nhóm (C_1 - C_6) alkyl hoặc benzyl. Các nhóm alkyl tùy ý có thể bao gồm một hoặc nhiều liên kết este (-OCO- hoặc -COO-) và/hoặc ete (-O-) trong chuỗi alkyl. Các nhóm alkyl tùy chọn có thể được thế bằng một hoặc nhiều nhóm hydroxyl. Các nhóm alkyl có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh và, đối với các nhóm alkyl có 3 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon, mạch vòng. Các nhóm alkyl có thể là no hoặc có thể chứa một hoặc nhiều liên kết đôi cacbon-cacbon (ví dụ, oleyl). Các nhóm alkyl là tùy chọn được etoxylat hóa trên chuỗi alkyl với một hoặc nhiều nhóm etylenoxy.

Chất hoạt động bề mặt cation thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm xetyltrimetylamonium clorua, behenyltrimetylamonium clorua, xetylpyridinium clorua, tetrametylamonium clorua, tetraetylamonium clorua, octyltrimetylamonium clorua, dodexyltrimetylamonium clorua, hexadexyltrimetylamonium clorua, octyldimetylbenzylamonium clorua, dextyldimetylbenzylamonium clorua, stearyldimetylbenzylamonium clorua, didodexyldimetylamonium clorua, dioctadexyldimetylamonium clorua, tallowtrimetylamonium clorua, tallow dimetyl amonium clorua dihydrogenat hóa (ví dụ, Arquad 2HT/75 từ Akzo Nobel), cocotrimetylamonium clorua, PEG-2-oleamonium clorua và hydroxit tương ứng của chúng. Các chất hoạt động bề mặt cation thích hợp hơn nữa bao gồm các nguyên liệu có các chỉ số CTFA Quaterni-5, Quaterni-31 và Quaterni-18. Hỗn hợp của bất cứ nguyên liệu nào nói trên cũng có thể phù hợp. Chất hoạt động bề mặt cation đặc biệt hữu ích để sử dụng trong các chất dưỡng theo sáng chế là xetyltrimetylamonium clorua, có sẵn trên thị trường, ví dụ như GENAMIN CTAC, của Hoechst Celanese. Chất hoạt động bề mặt cation đặc biệt hữu ích khác sử dụng trong các chất dưỡng theo sáng chế là behenyltrimetylamonium clorua, có sẵn trên thị trường, ví dụ như GENAMIN KDMP, của Clariant.

Tốt hơn là, thành phần chất hoạt động bề mặt cation của hỗn hợp nóng chảy chứa từ 0 đến 70% thành phần cation, chất hoạt động bề mặt cation có công thức

$N^+R^1R^2R^3R^4$ như mô tả ở trên, tốt hơn nữa là từ 30 đến 60% trọng lượng thành phần chất hoạt động bề mặt cation.

Ví dụ khác của loại chất hoạt động bề mặt cation thích hợp để sử dụng trong sáng chế, hoặc một mình hoặc cùng với một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt cation khác, là sự kết hợp của (i) và (ii) dưới đây:

(i) amidoamin có công thức chung (I):



trong đó R^1 là chuỗi hydrocacbyl có 10 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, R^2 và R^3 độc lập được chọn từ chuỗi hydrocacbyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và m là một số nguyên từ 1 đến 10; và

(ii) axit.

Như sử dụng ở đây, thuật ngữ chuỗi hydrocacbyl có nghĩa là một chuỗi alkyl hoặc alkenyl.

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

R^1 là gốc hydrocarbyl có từ 11 đến 24 nguyên tử cacbon,

R^2 và R^3 độc lập là gốc hydrocarbyl, tốt hơn là nhóm alkyl, có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và m là một số nguyên từ 1 đến 4.

Tốt hơn là, R^2 và R^3 là các nhóm methyl hoặc ethyl.

Tốt hơn là, m là 2 hoặc 3, tức là một nhóm etylen hoặc propylen.

Amidoamin được ưu tiên hữu ích ở đây bao gồm stearamido-propyldimetylamin, stearamidopropyldietylamin, stearamidoetyldietylamin, stearamidoetyldimetylamin, palmitamidopropyldimetylamin, palmitamidopropyldietylamin, palmitamidoetyldietylamin, palmitamidoetyldimetylamin, behenamidopropyldimetylamin, behenamidopropyldietylamin, behenamidoetyldietylamin, behenamidoetyldimetylamin, arachidamidopropyl-

dimetylamin, arachidamidopropyldietylamin, arachid-amidoetyldietylamin, arachidamidoetyldimetylamin, và hỗn hợp của chúng.

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

Amidoamin có sẵn trên thị trường hữu ích bao gồm: stearamidopropyldimetylamin với tên thương mại LEXAMIN S-13 có sẵn từ Inolex (Philadelphia Pennsylvania, Hoa Kỳ) và AMIDOAMIN MSP sẵn từ Nikko (Tokyo, Nhật Bản), stearamidoetyldietylamin với tên thương mại AMIDOAMIN S có sẵn từ Nikko, behenamidopropyldimetylamin với tên thương mại INCROMINE BB có sẵn từ Croda (Bắc Humberside, Anh), và amidoamin khác với tên thương mại loạt SCHERCODINE có sẵn từ Scher (Clifton New Jersey, Hoa Kỳ).

Axit có thể là axit hữu cơ hoặc axit vô cơ bất kỳ mà có khả năng proton hóa amidoamin trong chế phẩm dưỡng tóc. Các axit phù hợp hữu ích ở đây bao gồm axit clohydric, axit axetic, axit tartaric, axit fumaric, axit lactic, axit malic, axit suxinic, và các hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, axit được chọn từ nhóm bao gồm axit axetic, axit tartaric, axit clohydric, axit fumaric, axit lactic và các hỗn hợp của chúng.

Vai trò chính của các axit là proton hóa các amidoamin trong chế phẩm chăm sóc tóc do đó tạo thành muối amin bậc ba (TAS) tại chỗ trong chế phẩm chăm sóc tóc. TAS có hiệu lực là amoni bậc bốn không cố định hoặc chất hoạt động bề mặt cation amoni giả bậc bốn.

Một cách thích hợp, axit chiếm một lượng đủ để proton hóa hơn 95% mol (293 K) amidoamin có mặt.

Nếu amidoamin thuộc loại được mô tả ở đây có mặt thì thành phần axit tương ứng sẽ không có mặt trong hỗn hợp nóng chảy. Thay vào đó nó sẽ có mặt trong nước. Tốt hơn, nước chứa thành phần proton hóa với lượng từ 0,01 đến 3% trọng lượng.

Theo đó, khi sáng chế đòi hỏi từ 10 đến 40% trọng lượng chất hoạt động bề mặt cation nóng chảy, thành phần chất hoạt động bề mặt cation có thể chứa amidoamin mà không được proton hóa, tức là nó sẽ không được tích điện cation nhưng sẽ trở thành proton khi được cho vào nước và do đó vật liệu proton hóa được chứa trong đó.

Tốt hơn là, thành phần chất hoạt động bề mặt cation của hỗn hợp nóng chảy chứa từ 0 đến 70% thành phần cation, amidoamin có công thức (I), tốt hơn nữa là từ 30 đến 60% trọng lượng thành phần chất hoạt động bề mặt cation.

Trong các chế phẩm dưỡng tóc của sáng chế (không chỉ đơn thuần là pha gel dưỡng), lượng chất hoạt động bề mặt cation sẽ thường nằm trong khoảng từ 0,01% đến 10%, tốt hơn nữa là từ 0,05% đến 7,5%, tốt nhất là từ 0,1% đến 5% trọng lượng của chế phẩm.

Tốt hơn là, khi hỗn hợp nóng chảy được sử dụng, hỗn hợp nóng chảy được duy trì ở nhiệt độ nóng chảy đủ để duy trì rượu béo trong pha lỏng. Tốt hơn là, hỗn hợp nóng chảy được duy trì ở mức từ 80 đến 85°C.

Tốt hơn là, nhiệt độ của hỗn hợp của hỗn hợp nóng chảy và nước được kiểm soát sao cho nó được duy trì từ 56 đến 65°C, tốt hơn là từ 58 đến 62°C, tốt hơn nữa là 60°C trong quá trình trộn.

Tốt hơn là, thành phần trong ống hỗn hợp được đưa qua máy trộn với tốc độ đầu quay từ 10 đến 34, tốt hơn là từ 21 đến 27 và đặc biệt tốt hơn là 24 ms⁻¹.

Trong một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất chế phẩm dưỡng tóc bằng cách tạo pha gel dưỡng thu được như mô tả ở trên và sau đó bổ sung thêm bất kỳ thành phần nào còn lại. Các thành phần còn lại tiêu biểu bao gồm hương liệu, silicon, sợi hoạt tính hoặc các chất có lợi khác.

Tốt hơn là, chế phẩm dưỡng tóc được đưa qua một máy trộn với tốc độ đầu quay từ 10 đến 34, tốt hơn là từ 21 đến 27 và đặc biệt tốt hơn là 24 ms⁻¹ một lần nữa sau khi các thành phần còn lại được thêm vào.

Chế phẩm dưỡng tóc của sáng chế hoặc sử dụng pha gel dưỡng của sáng chế cũng lắng đọng silicon tốt hơn so với chế phẩm dưỡng tóc thông thường.

Theo đó, chế phẩm của sáng chế có thể chứa, các giọt được nhũ hóa của chất dưỡng silicon, để nâng cao hiệu suất dưỡng tóc.

Các silicon phù hợp bao gồm các polydiorganosiloxan, cụ thể các polydimethylsiloxan mà có chỉ định CTFA dimethicon. Cũng phù hợp để sử dụng trong chế phẩm của sáng chế (đặc biệt là dầu gội và các dầu xả) là các siloxan polydimethyl có các nhóm hydroxyl cuối, mà có chỉ định CTFA dimethiconol. Các loại gồm silicon có mức độ liên kết ngang nhẹ cũng thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế, như được mô tả ví dụ trong WO 96/31188.

Độ nhớt của silicon được nhũ hóa (không phải nhũ tương hoặc chế phẩm dưỡng tóc cuối cùng) thường ít nhất là 10000 cst ở 25°C, độ nhớt của silicon tốt hơn là ít nhất 60000 cst, tốt nhất là ít nhất 500000 cst, lý tưởng là ít nhất 1000000 cst. Tốt hơn là độ nhớt không vượt quá 10^9 cst để dễ cho hỗn hợp được điều chế theo công thức.

Silicon được nhũ hoá để sử dụng trong các chế phẩm dầu gội của sáng chế thường có kích thước giọt silicon trung bình trong chế phẩm là dưới 30, tốt hơn là dưới 20, tốt hơn nữa là dưới 10 micron, lý tưởng là từ 0,01 đến 1 micron. Nhũ tương silicon có kích thước giọt silicon trung bình là 0,15 micron thường được gọi là vi nhũ tương.

Silicon được nhũ hoá để sử dụng trong chế phẩm dưỡng tóc của sáng chế thường có kích thước trong chế phẩm là nhỏ hơn 30, tốt hơn là nhỏ hơn 20, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 15. Tốt hơn là giọt silicon trung bình lớn hơn 0,5 micron, tốt hơn nữa là lớn hơn 1 micron, lý tưởng là từ 2 đến 8 micron.

Kích thước hạt silicon có thể được đo bằng phương pháp kỹ thuật phân tán ánh sáng laze, ví dụ sử dụng một máy phân loại hạt 2600D từ Malvern Instruments.

Các ví dụ về tiền nhũ tương 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 gôm silicon liên kết ngang cũng có sẵn ở dạng tiền nhũ hoá, điều này thuận lợi cho việc điều chế theo công thức dễ dàng.

Loại silicon được ưu tiên hơn nữa để đưa vào dầu gội và chế phẩm dưỡng theo sáng chế là các amino silicon. "Amino silicon" có nghĩa 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 phù hợp bao gồm: polysiloxan có CTFA chỉ định "amodimethicon".

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 của Dow Corning).

Các polyme silicon bậc bốn thích hợp được mô tả trong EP-A-0 530 974. Một polyme silicon bậc bốn được ưu tiên là K3474, của Goldschmidt.

Ngoài ra các loại phù hợp là nhũ tương của dầu amino silicon với chất hoạt động bề mặt không ion và/hoặc cation.

Tiền nhũ tương của amino silicon cũng có sẵn từ các nhà cung cấp dầu silicon như Dow Corning và General Electric. Các ví dụ cụ thể bao gồm nhũ tương cation DC939 và nhũ tương không ion DC2-7224, DC2-8467, DC2-8177 và DC2-8154 (tất cả của Dow Corning).

Tổng lượng silicon tốt hơn là từ 0,01% trọng lượng đến 10% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng chế phẩm, tốt hơn nữa là từ 0,1% trọng lượng đến 5% trọng lượng, tốt nhất là từ 0,5% trọng lượng đến 3% trọng lượng là mức phù hợp.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

5g 10 inch (30cm) Virgin (không tổn hại về mặt hóa học) mớ tóc Ấn Độ [loại tóc tiêu chuẩn công nghiệp, ví dụ của International Hair Importers and

Products, Glendale, NY] được rửa bằng 14% natri lauryl ete sulfat (SLES), theo quy trình rửa.

Quy trình rửa

Bước rửa tất cả mớ tóc được thực hiện bằng cách sử dụng vòi có dòng chảy/ nhiệt độ được kiểm soát. Tốc độ dòng được đặt là 4 lít/phút và nhiệt độ là 35°C đến 40°C.

1. Chuẩn bị tất cả các ống tiêm trước khi bắt đầu rửa.
 - Đổ đầy ống tiêm với chất rửa bazơ và trút ra
 - Đặt ống tiêm lên bàn cân và chỉnh về 0
 - Lắp đầy ống tiêm đến vạch yêu cầu và kiểm tra số cân mà lượng chính xác của hai lần rửa đã đo được
 - Lặp lại cho mỗi mớ tóc
2. Mở vòi và để ổn định trong 30 giây. Việc kiểm soát nhiệt độ và lưu lượng được sử dụng bằng cách bật vòi nước nóng toàn bộ. Khi vòi được mở thì nên để nó chạy đến khi tất cả các mớ tóc được xử lý trong chu kỳ hoàn thành.
3. Làm ướt mớ tóc bằng cách để nó dưới vòi nước, loại bỏ nước dư thừa bằng cách vuốt bằng ngón thứ nhất và ngón giữa xuống theo chiều dài của mớ tóc.
4. Đặt mớ tóc nằm phẳng trên cạnh của bồn rửa và áp dụng một nửa lượng chất rửa đã đo* (0,1ml/g tóc) đều xuống theo chiều dài của mớ tóc.
5. Cầm cả hai đầu của mớ tóc. Nhẹ nhàng xoa bóp cho chất rửa vào tóc trong 30 giây. Hãy chắc chắn giữ cả hai đầu của mớ tóc để tránh rối tóc.
6. Rửa sạch trong 30 giây, vuốt mớ tóc bằng ngón tay mỗi 5 giây. Loại bỏ nước dư thừa.
7. Áp dụng phần còn lại của chất rửa đều xuống theo chiều dài của mớ tóc.
8. Nhẹ nhàng xoa bóp cho chất rửa vào tóc trong 30 giây, một lần nữa giữ cả hai đầu của mớ tóc để tránh rối tóc.

9. Rửa sạch trong 30 giây, vuốt mớ tóc bằng ngón tay mỗi 10 giây. Loại bỏ nước dư thừa.

10. Đặt mớ tóc nằm phẳng trên cạnh của bồn rửa và sử dụng các răng rộng của lược Matador Sawcut số 4; cẩn thận chải gỡ rối của mớ tóc. Chải mớ tóc xuống từ gốc đến ngọn, bắt đầu từ ngọn và từng phần từ từ đến gốc. Một khi tất cả các đám rối được chải gỡ kết thúc với răng hẹp của lược.

11. Vuốt mớ tóc bằng các ngón và sấy khô ở 50 °C trong tủ sấy tối thiểu là 2 giờ. Ngoài ra để khô qua đêm ở 20°C/50% độ ẩm tương đối.

Thành phần	Hoạt tính (%)	Tên INCI	Tên nguyên liệu	Công thức (%)
Chất hoạt động bề mặt chính	70	Texapon N701	SLES-1 EO	14,00
Nước	100	Aqua	Nước	Đến 100%
			độ pH khoảng 5,5-6,5	

Một mớ tóc 5g 10" có khoảng 7000 sợi.

Các mớ tóc sau đó được sấy khô ở 50°C trong tủ sấy trong hai giờ.

Quy trình thử nghiệm

Mớ tóc sau đó đã được rửa sạch với dầu gội đầu đối chứng tiêu chuẩn (xem Bảng 1). Bước rửa bao gồm xoa bóp trong 0,1g dầu gội đầu mỗi 1g tóc, trong 30 giây, sau đó là 30 giây rửa sạch (tốc độ dòng nước 4 l/phút), sau đó lặp đi lặp lại hai bước này.

Các mớ tóc sau đó được thử nghiệm lợi ích gỡ rối sử dụng các chế phẩm dưỡng thử nghiệm khác nhau.

Chế phẩm dưỡng được sử dụng ở nồng độ 0,2g chế phẩm dưỡng tóc mỗi 1g tóc. Chế phẩm dưỡng được xoa bóp vào các mớ tóc trong 1 phút và sau đó rửa sạch trong 5 giây (tốc độ dòng nước 4 l/phút). Các mớ tóc ướt được đặt lên bàn chải với kẹp được gắn chặt vào đầu được gắn keo của mớ tóc. Mớ tóc được đặt trên bàn chải sao cho từ 5cm đến 20cm được đặt treo vào đầu được gắn keo.

Trọng lượng đã được bổ sung vào mớ tóc cho đến khi mớ tóc rơi qua bàn chải.

BẢNG 1

Bảng 1 thể hiện dầu gội đối chứng để đánh giá thử nghiệm chải gỡ rối. Dầu gội đầu được tạo ra bởi các quy trình chuẩn.

Tên INCI (CTFA)	(% trọng lượng)
Natri Laureth Sulfat	18,571
Dimethiconol và Trideceth-10 và TEA-Dodexylbenzensulfonat	5,240
Cocamidopropylbetain	3,000
Hương liệu	0,750
Etylen Glycol Distearat/Natri Laureth Sulphat/Cocomonoetanol amit	9,302
Glyxerin	0,500
Acrylat/Beheneth-25 Metacrylat Copolyme	1,000
Amodimethicon và cetrimoni clorua và trideceth-12	1,140
Guar Hydroxypropyltrimoni Clorua	0,225
Mica và Titani Dioxid	0,150
Acrylat/Styren Copolyme	0,500
Gluconolacton	0,100

Trehaloza	0,100
Axit Adipic	0,100
Natri Sulfat	0,100
Dinatri EDTA	0,100
Guar Hydroxypropyltrimoni Clorua	0,075
PEG-45M	0,075
Chất bảo quản	0,100
Dầu hạt helianthus annuus (hương dương)	0,010
Chất bảo quản	0,060
Natri Hydroxit	0,150
Axit Monohydrat Citric	0,15
Nước	lên đến 100

Chế phẩm dưỡng tóc:

Chế phẩm so sánh được tạo ra bằng quy trình chuẩn. Chế phẩm theo sáng chế được tạo ra bằng quy trình như mô tả ở trên.

	Chế phẩm so sánh	Chế phẩm theo sáng chế
Tên INCI (CTFA)	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)
Rượu Cetearyl	4,000	3,1500
Dimethicon và Amodimethicon và PEG-7 Propylheptyl Ete và Cetrimoni Clorua	4,290	4,2900

Behentrimonium Chlorua	1,630	1,3700
Glycerin	1,000	1,0000
Hương liệu	0,500	0,5000
Stearamidopropyl Dimethylamin	0,375	0,3200
Axit lactic	0,120	0,1000
Dinatri EDTA	0,100	0,1000
Chất bảo quản	0,100	0,100
Dầu hạt hướng dương	0,010	0,0100
Arginin HCL	0,010	0,0100
Lysin HCl	0,010	0,0100
Chất bảo quản	0,060	0,0600
Thuốc nhuộm	0,00013	0,00013
Thuốc nhuộm	0,00013	0,00013
Amoni hydroxit	0,02000	0,02000
Nước clo	lên đến 100	lên đến 100,00

Yêu cầu bảo hộ

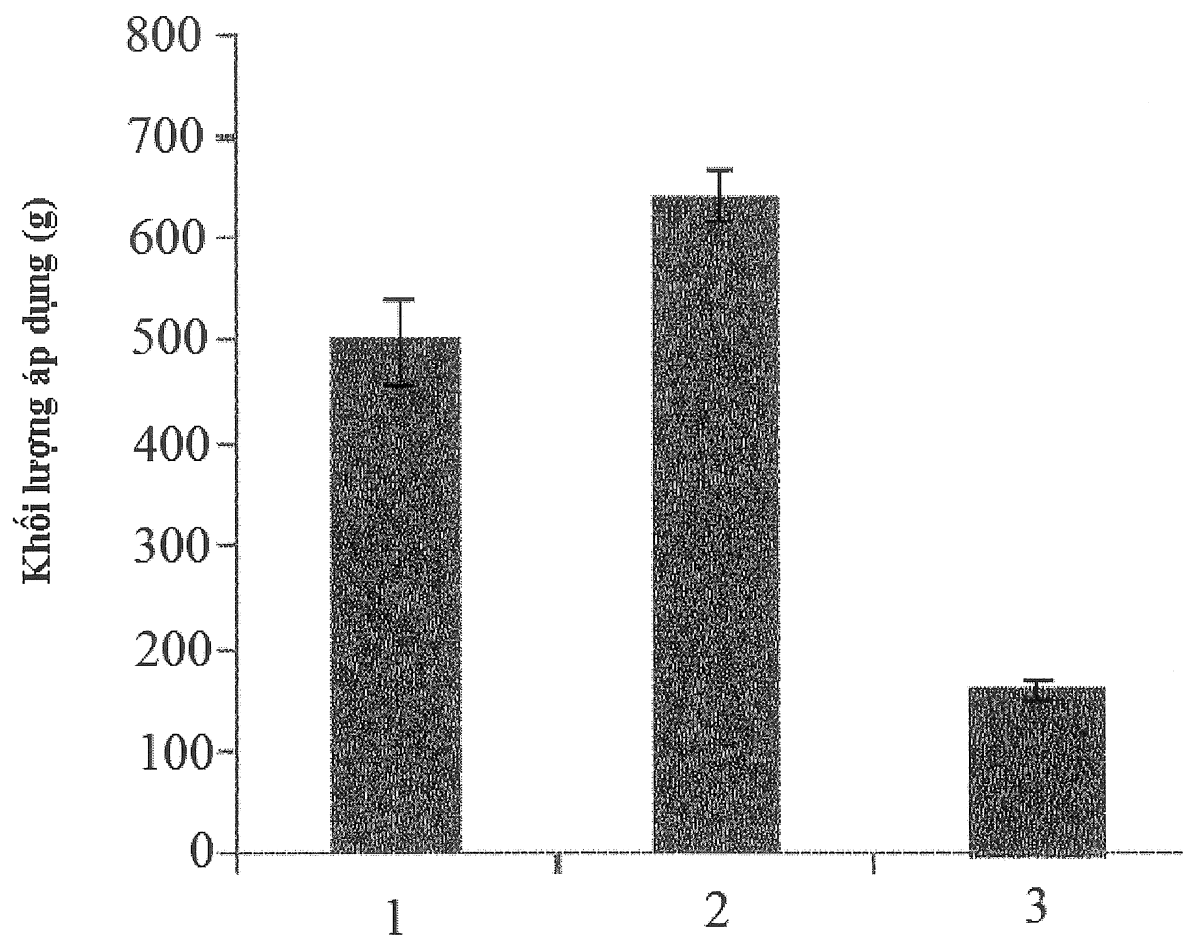
1. Chế phẩm dưỡng tóc chứa từ 0,4 đến 8% trọng lượng rượu béo có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, từ 0,1 đến 2% trọng lượng thành phần chất hoạt động bề mặt cation, nước, và trong đó chế phẩm đem lại khối lượng kéo từ 1 tới 250g cho tóc được xử lý bằng chế phẩm dưỡng tóc, trong đó chế phẩm này chứa pha gel dưỡng thu được bằng cách:

tạo 'hỗn hợp nóng chảy' trong ống thứ nhất chứa rượu béo và thành phần cation và từ 0 đến 15% trọng lượng nước nóng chảy (A);

bổ sung 'hỗn hợp nóng chảy' vào ống thứ hai chứa nước ở nhiệt độ từ 50 đến 60°C (B); và trộn,

trong đó nhiệt độ của hỗn hợp của hỗn hợp nóng chảy và nước trong ống thứ hai (B) được kiểm soát sao cho nó được duy trì từ 56 đến 65°C, tốt hơn là từ 58 đến 62°C, tốt hơn nữa là 60°C, trong đó rượu béo có từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon và trong đó thành phần cation chứa từ 0 đến 70% trọng lượng thành phần cation của chất hoạt động bề mặt cation có công thức $N^+R^1R^2R^3R^4$, tốt hơn nữa là từ 30 đến 60% trọng lượng thành phần chất hoạt động bề mặt cation, và trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là (C_1 đến C_{30}) alkyl hoặc benzyl,

trong đó khối lượng kéo là khối lượng cần thiết để kéo mớ tóc qua lược hoặc bàn chải, được xác định bằng cách trước tiên đặt mớ tóc lên trên lược hoặc bàn chải sao cho từ 5 đến 20 cm tóc được treo ở đầu được gắn keo của mớ tóc và sau đó bổ sung khối lượng vào đầu treo đến khi mớ tóc rơi khỏi lược hoặc bàn chải.



Hình 1