



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0021935

(51)⁷ **A61K 8/34, 8/41, A61Q 5/12, A61K 8/04** (13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|--|------------|------------|-----------------|------------|
| (21) | 1-2015-00302 | (22) | 24.07.2013 | | |
| (86) | PCT/EP2013/065648 | 24.07.2013 | (87) | WO2014/016354A1 | 30.01.2014 |
| (30) | 12178171.0 | 27.07.2012 | EP | | |
| (45) | 25.10.2019 | 379 | (43) | 25.05.2015 | 326 |
| (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) **QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ PHA GEL DƯỠNG VÀ QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM DƯỠNG TỪ PHA GEL DƯỠNG NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế pha gel dưỡng bao gồm các bước:

- tạo ra hỗn hợp nóng chảy trong bình thứ nhất chứa rượu béo và thành phần cation và từ 0 đến 15% trọng lượng nước tính trên tổng trọng lượng của hỗn hợp nóng chảy (A);

- bổ sung hỗn hợp nóng chảy vào bình thứ hai chứa nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 60°C (B);

- hoà trộn;

trong đó nhiệt độ của hỗn hợp của hỗn hợp nóng chảy và nước trong bình thứ hai (B) được điều chỉnh sao cho duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 56 đến 65°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 58 đến 62°C, tốt hơn nữa là 60°C, trong đó rượu béo chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, và trong đó thành phần cation chứa từ 0 đến 70% trọng lượng 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 chất hoạt động bề mặt cation, và trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là alkyl hoặc benzyl có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm dưỡng từ pha gel dưỡng này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm dưỡng được cải thiện.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

EP 2460508 A1 (P&G) bộc lộ chế phẩm dưỡng tóc chứa chất hoạt động bề mặt cation, hợp chất béo có điểm nóng chảy cao và chất mang chứa nước. Phương pháp sản xuất liên quan đến việc điều chế hỗn hợp hòa trộn sơ bộ trước chứa các chất hoạt động bề mặt cation và các hợp chất béo, trong đó nhiệt độ của hỗn hợp hòa trộn sơ bộ trước cao hơn nhiệt độ nóng chảy của hợp chất béo.

WO 2008/055816 (Unilever) bộc lộ các chế phẩm dầu gội dưỡng tóc chứa hệ gel chứa hợp chất amoni bậc bốn và rượu béo có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon. Trong các ví dụ, rượu xetyl được thêm vào nước ở nhiệt độ 65 °C với tốc độ khuấy cao và tiếp theo là thêm CTAC để tạo ra sự phân tán đồng đều ở nhiệt độ 65 °C. Hỗn hợp này sau đó được trộn vào dung dịch có nước ở nhiệt độ phòng với tốc độ khuấy trung bình.

WO 2007/136708 (P&G) bộc lộ các chế phẩm chăm sóc tóc chứa aminosilicon. Phương pháp điều chế bao gồm bước gia nhiệt nước khử ion đến nhiệt độ 85°C và trộn với chất hoạt động bề mặt cation và các hợp chất béo. Nước được duy trì ở nhiệt độ 85°C cho đến khi các thành phần được đồng đều thì hỗn hợp này được làm mát xuống nhiệt độ khoảng 55°C và được duy trì ở nhiệt độ này để tạo thành thể gel.

Mặc dù đã có các chế phẩm theo tình trạng kỹ thuật đã được biết đến, song vẫn có nhu cầu cải thiện các chế phẩm dưỡng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình điều chế pha gel dưỡng bao gồm các bước

- tạo ra hỗn hợp nóng chảy trong bình thứ nhất chứa rượu béo và thành phần cation và từ 0 đến 15% trọng lượng nước tính trên tổng trọng lượng của hỗn hợp nóng chảy (A);
- bổ sung hỗn hợp nóng chảy vào bình chứa thứ hai chứa nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 60°C (B);
- hoà trộn;

trong đó nhiệt độ của hỗn hợp của hỗn hợp nóng chảy và nước trong bình thứ hai (B) được điều chỉnh sao cho duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 56 đến 65°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 58 đến 62°C, tốt hơn nữa là 60°C, trong đó rượu béo chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, và trong đó thành phần cation chứa từ 0 đến 70% trọng lượng các 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 các chất hoạt động bề mặt cation, và trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là alkyl hoặc benzyl (có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon).

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất quy trình điều chế chế phẩm dưỡng từ pha gel dưỡng này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hỗn hợp nóng chảy của rượu béo và chất hoạt động bề mặt cation tạo ra pha đẳng hướng. Điều này nghĩa là sự phát triển của cấu trúc, nghĩa là hình thành pha gel dưỡng theo lớp, có thể được kiểm soát bằng nhiệt độ và tốc độ hoà trộn của hỗn hợp nóng chảy và nước. Chế phẩm dưỡng cuối cùng được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng mà có đặc tính dưỡng vượt trội như vậy.

Các chế phẩm dưỡng được tạo ra bằng cách sử dụng pha gel dưỡng theo sáng chế là các sản phẩm ưu việt đối với những chế phẩm được trộn với nước, rượu béo và chất hoạt động bề mặt ở nhiệt độ 70°C. Cụ thể, sự ưu việt của chế

phẩm dưỡng thể hiện ở ngày kế tiếp khi người ta cảm nhận được các hiệu quả dưỡng vượt trội nhờ sự lắng của các chất rắn tăng lên, do đó đem lại cho tóc sự suôn và mượt mà ở ngày kế tiếp.

Do vậy, sự cải thiện nằm ở sự cân bằng của năng lượng nhiệt tại thời điểm hoà trộn nước với hỗn hợp nóng chảy.

Nếu nước quá lạnh khi đó hỗn hợp nóng chảy đông đặc dẫn đến thể hoà trộn kém và điều này sẽ tạo ra chế phẩm có độ nhớt thấp. Nếu nhiệt độ của nước quá cao dẫn đến nhiệt độ cao tại thời điểm hoà trộn với hỗn hợp nóng chảy và do vậy tạo ra các nang. Điều này cũng làm cho độ nhớt thấp hơn đối với chế phẩm dưỡng được tạo ra từ pha gel dưỡng thu được.

Tốt hơn là, nước trong bình chứa thứ hai được duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 56 đến 60°C và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 57 đến 59°C.

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

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

Hàm lượng 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 nằm trong khoảng từ 0,1% đến 8%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 % đến 7%, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,3% đến 6% tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm. Tỷ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt cation so với rượu béo tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:10, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:1,5 đến 1:8, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 1:2 đến 1:5. Nếu tỷ lệ trọng lượng của chất hoạt động bề mặt cation so với rượu béo quá cao, điều này có thể dẫn đến sự khó chịu cho mắt do chế phẩm. Nếu tỷ lệ đó quá thấp, nó có thể làm cho cảm giác tóc rít đối với một số người sử dụng.

Tốt hơn là, hỗn hợp nóng chảy chứa từ 10 đến 40% chất hoạt động bề mặt cation tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp nóng chảy.

Các chất hoạt động bề mặt dưỡng thích hợp bao gồm các chất hoạt động bề mặt được chọn từ các chất hoạt động bề mặt cation, được sử dụng đơn lẻ hoặc dưới dạng 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 alkyl hoặc benzyl (có từ 4 đến 30 nguyên tử cacbon). Tốt hơn là, một, hai hoặc ba trong số R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là alkyl (có từ 4 đến 30 nguyên tử cacbon) và nhóm hoặc các nhóm R^1 , R^2 , R^3 và R^4 còn lại là alkyl hoặc benzyl (có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon). Tốt hơn nữa là, một hoặc hai trong số R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là alkyl (có từ 6 đến 30 nguyên tử cacbon) và các nhóm R^1 , R^2 , R^3 và R^4 còn lại là các nhóm alkyl hoặc benzyl (có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon). Các nhóm alkyl tùy ý có thể chứa một hoặc nhiều liên kết este (-OCO- hoặc -COO-) và/hoặc liên kết ete (-O-) trong mạch alkyl. Các nhóm alkyl tùy ý 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 nguyên tử cacbon, là mạch vòng. Các nhóm alkyl có thể là no hoặc có thể chứa một hoặc nhiều liên kết đôi C-C (ví dụ, oleyl). Các nhóm alkyl tùy ý được ethoxyl hóa trên mạch alkyl bằng một hoặc nhiều nhóm etylenoxy.

Các chất hoạt động bề mặt cation thích hợp 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, dexyldimetylbenzylamonium clorua, stearyldimetylbenzylamonium clorua, didodexyldimetylamonium clorua, dioctadexyldimetylamonium clorua, tallowtrimetylamonium clorua, tallowdimetylamonium clorua dihydro hóa (ví dụ, Arquad 2HT/75 của Akzo Nobel), cocotrimetylamonium clorua, PEG-2-oleamonium clorua và các hydroxit tương ứng của chúng. Các chất hoạt động bề mặt cation thích hợp khác bao gồm

các chất có ký hiệu CTFA Quaterni-5, Quaterni-31 và Quaterni-18. Các hỗn hợp của bất kỳ trong số các chất vừa nêu cũng có thể thích hợp.

Chất hoạt động bề mặt cation đặc biệt hữu ích để sử dụng trong các chế phẩm dưỡng theo sáng chế là xetyltrimetylamonium clorua, hiện có bán trên thị trường, ví dụ GENAMIN CTAC, của Hoechst Celanese. Chất hoạt động bề mặt cation đặc biệt hữu ích khác để sử dụng trong các chế phẩm dưỡng theo sáng chế là behenyltrimetylamonium clorua, hiện có bán trên thị trường, ví dụ 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% trọng lượng chất hoạt động bề mặt cation có công thức $N^+R^1R^2R^3R^4$ như được mô tả ở trên, tốt hơn nữa là từ 30 đến 60% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng thành phần cation.

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

(i) amidoamin tương ứng với công thức chung (I):



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

(ii) axit.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ mạch hydrocarbyl là mạch alkyl hoặc alkenyl.

Các hợp chất amidoamin thích hợp là các hợp chất có công thức (I) trong đó R^1 là phần hydrocarbyl có từ 11 đến 24 nguyên tử cacbon, R^2 và R^3 độc lập là phần hydrocarbyl, tốt hơn là các nhóm alkyl, có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và m là số nguyên từ 1 đến 4.

Tốt hơn là, R^2 và R^3 là các nhóm metyl hoặc etyl.

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

Các amidoamin ưu tiên hữu ích ở đây bao gồm stearamidopropyldimetylamin, stearamidoetyldietylamin, palmitamidopropyldimetylamin, palmitamidoetyldietylamin, behenamidopropyldimetylamin, behenamidoetyldietylamin, arachidamidopropyldimetylamin, arachidamidoetyldietylamin, và các hỗn hợp của chúng.

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

Các amidoamin hữu ích hiện có bán trên thị trường bao gồm: stearamidopropyldimetylamin với các nhãn hiệu LEXAMINE S-13 của Inolex (Philadelphia Pennsylvania, USA) và AMIDOAMIN MSP của Nikko (Tokyo, Japan), stearamidoetyldietylamin với nhãn hiệu AMIDOAMINE S của Nikko, behenamidopropyldimetylamin với các nhãn hiệu INCROMINE BB của Croda (North Humberside, England), và nhiều amidoamin khác nhau với một loạt các nhãn hiệu SCHERCODINE của Scher (Clifton New Jersey, USA).

Axit có thể là axit vô cơ hoặc hữu cơ bất kỳ có thể proton hoá amidoamin trong chế phẩm dưỡng. Các axit thích hợp hữu ích ở đây bao gồm axit hydrocloric, axit axetic, axit tartaric, axit fumaric, axit lactic, axit malic, axit suxinic, và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, axit được chọn từ nhóm bao gồm axit axetic, axit tartaric, axit hydrocloric, axit fumaric, axit lactic và hỗn hợp của chúng.

Vai trò chính của axit là để proton hoá amidoamin trong chế phẩm chăm sóc tóc để tạo thành muối amin bậc ba (TAS) ngay tại chỗ trong chế phẩm chăm sóc tóc. TAS có hiệu quả là chất hoạt động bề mặt cation amoni bậc bốn không bền hoặc amoni tương tự bậc bốn.

Tốt hơn là, axit có mặt với lượng đủ để proton hoá hơn 95% mol (293 K) amidoamin có mặt.

Nếu amidoamin của loại được mô tả ở đây có mặt, khi đó 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 là, nước trong bình thứ hai chứa thành phần proton hoá với lượng từ 0,01 đến 3% trọng lượng.

Theo đó, sáng chế yêu cầu từ 10 đến 40% chất hoạt động bề mặt cation tính trên tổng trọng lượng hỗn hợp nóng chảy, thành phần chất hoạt động bề mặt cation có thể chứa amidoamin không được proton hóa, tức là nó không được tích điện cation mà sẽ được proton hoá khi được cho thêm vào nước và do đó proton hoá các chất được chứa ở trong.

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

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

Tốt hơn là, hỗn hợp nóng chảy được duy trì ở nhiệt độ nóng chảy đủ để duy trì rệu béo ở pha lỏng. Tốt hơn là, hỗn hợp nóng chảy được duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 85°C.

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

Tốt hơn là, lượng các chất trong bình chứa thứ nhất được bổ sung dần dần vào bình chứa thứ hai và được cho qua máy trộn với tốc độ quay nằm trong khoảng từ 10 đến 34, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 21 đến 27 và đặc biệt tốt hơn là 24 ms⁻¹.

Tốt hơn là, bước hòa trộn này được duy trì trong thời gian đủ để 95% (thể tích/thể tích) hỗn hợp nóng chảy/nước được cho qua máy trộn ít nhất một lần. Thông thường, thời gian này nằm trong khoảng từ 20 đến 40 phút.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm dưỡng bằng cách tạo ra pha gel dưỡng thu được theo khía cạnh thứ nhất và sau đó bổ sung bất kỳ thành phần còn lại nào. Các thành phần còn lại điển hình bao gồm hương thơm, silicon, hoạt chất sợi hoặc các chất có lợi khác.

Tốt hơn là, chế phẩm dưỡng được cho qua máy trộn với tốc độ quay nằm trong khoảng từ 10 đến 34, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 21 đến 27 và đặc biệt tốt hơn là 24 ms^{-1} một lần nữa sau khi các thành phần còn lại được bổ sung vào.

Các chế phẩm dưỡng theo sáng chế hoặc sử dụng các pha gel dưỡng theo sáng chế cũng lắng đọng silicon tốt hơn so với các chế phẩm dưỡng được tạo ra thông thường.

Theo đó, các chế phẩm theo sáng chế có thể chứa các giọt nhũ tương của chất dưỡng silicon, để cải thiện hiệu quả dưỡng.

Các silicon thích hợp là các polydiorganosiloxan, cụ thể là polydimethylsiloxan có ký hiệu dimethicon CTFA. Cũng thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế (đặc biệt là dầu gội và chế phẩm dưỡng) là polydimethylsiloxan có các nhóm cuối hydroxyl, có ký hiệu dimethiconol CTFA. Cũng thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế là các gồm silicon có độ liên kết ngang thấp, như được mô tả ví dụ trong WO 96/31188.

Độ nhớt của silicon nhũ tương (chứ không phải nhũ tương hay 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 dàng cho điều chế chế phẩm.

Silicon nhũ tương sử dụng trong các chế phẩm dầu gội theo sáng chế thường có kích cỡ giọt silicon trung bình nhỏ hơn 30, tốt hơn là nhỏ hơn 20, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 10 micron, lý tưởng là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1

micron. Các nhũ tương silicon có kích cỡ giọt silicon trung bình 0,15 micron thường được gọi là các vi nhũ tương.

Silicon nhũ tương sử dụng trong các chế phẩm dưỡng theo sáng chế thường có kích cỡ trong chế phẩm nhỏ hơn 30, tốt hơn là nhỏ hơn 20, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 15. Tốt hơn là giọt silicon có kích cỡ trung bình lớn hơn 0,5 micron, tốt hơn nữa là lớn hơn 1 micron, lý tưởng là nằm trong khoảng từ 2 đến 8 micron.

Kích cỡ giọt silicon có thể được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng laze, ví dụ bằng cách sử dụng thiết bị 2600D Particle Sizer của Malvern Instruments.

Các ví dụ về các nhũ tương được tạo trước thích hợp bao gồm Xiameter MEM 1785 và các vi nhũ tương DC2-1865 của Dow Corning. Chúng là các nhũ tương / vi nhũ tương của dimethiconol. Các gom silicon liên kết ngang cũng có thể tồn tại dưới dạng tiền nhũ tương, điều mà có lợi cho sự tạo thành dễ dàng chế phẩm.

Một loại silicon ưu tiên nữa sử dụng trong dầu gội và chế phẩm dưỡng theo sáng chế là các silicon nhóm chức amino. Thuật ngữ "silicon nhóm chức amino" được hiểu là silicon chứa ít nhất một nhóm amin bậc một, hai hoặc ba, hoặc nhóm amoni bậc bốn. Các ví dụ về silicon nhóm chức amino thích hợp bao gồm: polysiloxan có ký hiệu "amodimethicon" CTFA.

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

Các polyme silicon bậc bốn thích hợp được mô tả trong EP 0530974 A. Polyme silicon bậc bốn được ưu tiên là K3474, của Goldschmidt.

Các nhũ tương của các dầu silicon nhóm chức amino có chất hoạt động bề mặt không ion và/hoặc cation cũng thích hợp.

Các nhũ tương được tạo trước của silicon nhóm chức amino cũng sẵn có từ các nhà cung cấp dầu silicon chẳng hạn Dow Corning và General Electric. Các ví dụ cụ thể bao gồm DC939 Cationic Emulsion và các nhũ tương không ion C2-7224, DC2-8467, DC2-8177 và DC2-8154 (tất cả đều của Dow Corning).

Tốt hơn là, tổng hàm lượng silicon nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 %, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 %, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3% trọng lượng tính trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

INCI	Mức độ hoạt tính	A	1
Behentrimonium Chloride	70	2,86	2,28
Dimethicon/amodimethicon/ Xetrimonium Chloride	70	4,29	4,29
Rượu cetearyl	100	4	3,2
DMDM Hydantoin	55	0,1	0,1
Kali Chloride	100	0,1	0,1
Hương thơm	100	0,6	0,6
Methylisothiazolinone	100	0,04	0,04
Methylchlorothiazolinone			
Nước	100	Bổ sung đến 100	Bổ sung đến 100

Chế phẩm A được điều chế bằng quy trình tiêu chuẩn bằng cách gia nhiệt rượu béo và chất hoạt động bề mặt cation trong nước ở nhiệt độ khoảng 70°C trong khi chế phẩm 1 được điều chế bằng cách bổ sung các chất hoạt động bề mặt cation vào rượu béo và khuấy đều ở nhiệt độ 85°C.

Bổ sung hỗn hợp này dần dần vào nước, chứa các thành phần khác, thường là ở nhiệt độ 55°C, nhưng ở nhiệt độ thích hợp với chế phẩm để đảm bảo hỗn hợp này có nhiệt độ 60°C, nhiệt độ này được duy trì bằng nguồn nhiệt bên ngoài nếu cần, và khuấy trộn.

Làm lạnh hỗn hợp này về nhiệt độ phòng bằng cách cho thêm nước, và các thành phần khác ở nhiệt độ phòng, và sử dụng nguồn làm mát bên ngoài nếu cần, và khuấy trộn.

Các chế phẩm có mức độ khác nhau về hoạt tính dưỡng để cho thấy hiệu quả dưỡng được cải thiện của chế phẩm được điều chế bằng quy trình như được yêu cầu bảo hộ.

	A	1
Số người tham gia thử nghiệm	32	32
Chế phẩm dưỡng sử dụng		
Độ đặc của chế phẩm	49,84 C	64,88 B
Khả năng dễ sử dụng	70,17 C	80,12 A
Khả năng dễ phân tán	72,73 B	79,16 A
Khả năng gỡ rời	67,89 B	73,74 A
Khi khô		
Phần còn lại sau khi khô	7,20 b	9,48 ab
Ngày kế tiếp		
Độ trơn ở ngày kế tiếp	17,43 BC	13,31 C
Độ ổn định ở ngày kế tiếp	9,68 A	7,27 BCD
Cảm giác sạch ở ngày kế tiếp	69,41 AB	71,33 A
Khả năng dưỡng ở ngày kế tiếp	65,65 B	70,47 A

Số liệu theo bảng được bảo mật với gần 40 người tham gia với tóc bị hư tổn. Sự đánh giá này thực hiện thông qua thang đo tỷ lệ.

Số liệu theo bảng gần 40 người tham gia với tóc khô bị hư tổn. Sự đánh giá này thực hiện thông qua thang đo tỷ lệ. (tổng cộng có 5 sản phẩm khác nhau được so sánh với sản phẩm đối chứng).

Số liệu cho thấy bằng cách sử dụng quy trình điều chế tốt hơn, chúng ta có sản phẩm đặc hơn mặc dù có tổng lượng chất rắn ít hơn (tức là FA và BTAC). Các thành phần này được sử dụng hiệu quả hơn.

Ngoài ra, sản phẩm có khả năng dưỡng tốt hơn đáng kể so với sản phẩm đối chứng đồng thời có khả năng rửa sạch hơn đáng kể ở ngày kế tiếp – điều này là vượt trội vì thường có sự cân bằng lại (sự dưỡng tốt hơn = nặng hơn), mặc dù có lượng chất rắn ít hơn, tức là hoạt tính dưỡng tốt hơn. Người ta mong muốn rằng chế phẩm được tạo ra có các đặc tính dưỡng được cải thiện ngay sau khi sử dụng thông qua sự lắng đọng tăng lên. Tuy nhiên, nếu điều này xảy ra, hiệu quả ở ngày kế tiếp giảm đáng kể.

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình điều chế pha gel dưỡng bao gồm các bước

- tạo ra hỗn hợp nóng chảy trong bình thứ nhất chứa rượu béo và thành phần cation và từ 0 đến 15% trọng lượng nước tính trên tổng trọng lượng của hỗn hợp nóng chảy (A);
- bổ sung hỗn hợp nóng chảy vào bình thứ hai chứa nước ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 60°C (B);
- hoà trộn;

trong đó nhiệt độ của hỗn hợp của hỗn hợp nóng chảy và nước trong bình thứ hai (B) được điều chỉnh sao cho duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 56 đến 65°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 58 đến 62°C, tốt hơn nữa là 60°C, trong đó rượu béo chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon, và trong đó thành phần cation chứa từ 0 đến 70% trọng lượng 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 chất hoạt động bề mặt cation, và trong đó R^1 , R^2 , R^3 và R^4 độc lập là alkyl hoặc benzyl có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó hỗn hợp nóng chảy chứa từ 45 đến 90% trọng lượng rượu béo.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hỗn hợp nóng chảy chứa từ 10 đến 40% chất hoạt động bề mặt cation.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hỗn hợp nóng chảy được duy trì ở nhiệt độ nóng chảy đủ để duy trì rượu béo ở pha lỏng, tốt hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 85°C.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó các thành phần trong bình thứ nhất được bổ sung dần dần vào bình thứ hai và được cho qua máy trộn với tốc độ quay nằm trong khoảng từ 10 đến 34 ms^{-1} .
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bình thứ hai chứa chất trung hoà, tốt hơn là axit lactic.
7. Quy trình điều chế chế phẩm dưỡng bằng cách tạo ra pha gel dưỡng thu được từ quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 và sau đó bổ sung thêm bất kỳ thành phần còn lại nào.
8. Quy trình theo điểm 7, trong đó quy trình bao gồm bước cho chế phẩm đi qua máy trộn với tốc độ quay nằm trong khoảng từ 10 đến 30 ms^{-1} .