



(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)



1-0023304

(51)⁷ A61Q 5/02; A61K 8/04; A61K 8/06; (13) B
A61K 8/73; A61Q 5/12; A61K 8/892;
A61K 8/898; A61K 8/97; A61K 36/752;
A61K 8/891

(21) 1-2014-02382

(22) 16/01/2013

(86) PCT/EP2013/050757 16/01/2013

(87) WO2013/107778A1 25/07/2013

(30) 12151518.3 18/01/2012 EP

(45) 27/04/2020 385

(43) 25/11/2014 320A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, the Netherlands

(72) COOKE, Michael James (GB); RILEY, Robert, George (GB); SHAW, Neil, Scott (GB)

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

(54) CHẾ PHẨM DẦU GỘI ĐẦU VÀ PHƯƠNG PHÁP LẮNG ĐỘNG CHẤT DƯỠNG SILICON ĐƯỢC NHŨ HÓA TỪ CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dầu gội đầu chứa:

i) nước với lượng ít nhất 10% trọng lượng chế phẩm,

ii) chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất 0,5% trọng lượng chế phẩm,

iii) chất thơm với lượng nằm trong khoảng từ 0,02% tới 5% trọng lượng chế phẩm,

iv) chất dưỡng silicon được nhũ hoá với lượng ít nhất 0,01% trọng lượng chế phẩm, và

v) chất tạo huyền phù chứa xơ chanh được nghiền một cách cơ học và trương nở trong nước với lượng ít nhất 0,15% trọng lượng chế phẩm,

trong đó xơ chanh được nghiền có nguồn gốc từ chanh hoặc chanh cốm, và trong đó chế phẩm còn chứa polyme lắng đọng cation với lượng ít nhất 0,05% trọng lượng chế phẩm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dầu gội nước chứa nước, chất hoạt động bề mặt, chất tạo huyền phù và chất dưỡng silicon, chất tạo huyền phù tạo ra sự biến đổi lưu biến cho chế phẩm và cũng tạo huyền phù cho chất dưỡng silicon trong chất lỏng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Dầu gội đầu truyền thống chứa các chất hoạt động bề mặt làm sạch được đưa vào công thức để tạo ra vi cấu trúc của các mixen (vi hạt) lồng vào nhau dạng hình trụ hoặc kéo giãn. Vi cấu trúc như vậy là đẳng hướng và trong suốt, tạo ra độ trong tuyệt vời và cho phép thay đổi dễ dàng về hình thức bề ngoài của sản phẩm. Tuy nhiên, hiệu suất kéo căng tự nhiên của các chế phẩm như vậy là rất thấp, do đó có nhu cầu bổ sung chất tạo huyền phù nếu mong muốn chứa các tác nhân hữu ích dạng keo như các giọt nhũ tương dầu như silicon hoặc các hạt như mica được phủ hoặc các chất chống gàu không hòa tan. Theo truyền thống, huyền phù trong hỗn hợp các chất được điều chế theo công thức dầu gội đầu đã đạt được hoặc bằng cách thêm các chất làm đặc kết hợp (các polyme tạo cấu trúc bằng cách liên kết ngang các mixen của chất hoạt động bề mặt) hoặc các hạt lấp đầy chỗ trống.

Lớp chất tạo huyền phù trước đó điển hình là các polyme nhũ tương gốc kiềm có thể nở ra và được biến đổi tính kỵ nước (Hydrophobically-modified Alkali Swellable Emulsion (HASE)) như Aculyn 28 của Rohm & Haas hoặc Carbopol Aqua SF1 của Lubrizol. Các polyme này bao gồm trực chính polyacrylat, khả năng hòa tan của chúng được kiểm soát bởi pH, và các nhóm đối xứng kỵ nước khi kết hợp với các mixen chất hoạt động bề mặt để tạo thành mạng lưới. Mạng lưới như vậy thường trong suốt về mặt quang học và do đó đem lại sự kết hợp

của độ trong và khả năng tạo huyền phù. Tuy nhiên, thật không may, đã phát hiện được rằng, do độ mạnh của mạng lưới được hình thành như vậy, khó có thể phá vỡ sản phẩm trong khi sử dụng. Điều này có thể tác động tiêu cực đến cảm quan cần có đối với người tiêu dùng như khả năng tạo bọt và đặc biệt là giảm hiệu quả mà dầu gội được chế biến theo công thức có thể giải phóng và lắng đọng các tác nhân hữu ích dạng keo như các giọt dầu silicon.

Lớp chất tạo huyền phù tiếp theo có thể ở hình thức các hạt rắn như etylen glycol distearat. Các hạt này được lựa chọn để có tỉ lệ phương diện cao (tức là chúng không phải hình cầu, mà chủ yếu dẹt) vì điều này làm giảm thiểu số lượng nguyên liệu tạo huyền phù cần thiết để đạt được hiệu quả cần thiết. Tuy nhiên, các hạt rắn tương đối không có hiệu quả về mặt trọng lượng và do đó các chất tạo huyền phù tương đối đắt tiền trong dầu gội đầu. Một sự lựa chọn hiệu quả hơn về mặt chi phí là sử dụng các hạt microgel, trong đó phần lớn khối lượng bị các hạt chiếm chứa nước. Ví dụ điển hình của các chất tạo huyền phù microgel như vậy là các microgel polyacrylat liên kết ngang như Carbopol 910, Carbopol 934, Carbopol 941 và Carbopol 980 (tất cả của Lubrizol), mà trương nở trong chế phẩm và do đó tạo thành mạng lưới làm đầy không gian mà có thể tạo huyền phù cho nguyên liệu có keo khác như các chất dưỡng silicon. Khi cho lên tóc các mạng lưới được hình thành bởi các microgel như vậy, sự tan vỡ dễ dàng cho phép sự lắng đọng hiệu quả của nguyên liệu dưỡng silicon vào tóc. Tuy nhiên, thật không may, mạng lưới microgel polyacrylat như vậy trong dầu gội đầu thường đục mờ và sản phẩm chỉ có thể có hình thức bề ngoài tương đối buồn tẻ.

Do đó vẫn cần các chất tạo huyền phù thay thế có thể tạo huyền phù cho các nguyên liệu như các nguyên liệu dưỡng silicon, không ảnh hưởng xấu đến hình thức bề ngoài của sản phẩm và không ức chế sự lắng đọng của nguyên liệu tạo huyền phù từ sản phẩm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm dầu gội đầu chứa:

- i) nước với lượng ít nhất 10% trọng lượng chế phẩm,
 - ii) chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất 0,5% trọng lượng chế phẩm ,
 - iii) chất thơm với lượng nằm trong khoảng từ 0,02% tới 5% trọng lượng chế phẩm,
 - iv) chất dưỡng silicon được nhũ hoá với lượng ít nhất 0,01% trọng lượng chế phẩm, và
 - v) chất tạo huyền phù chứa xơ chanh được nghiền một cách cơ học và trương nở trong nước với lượng ít nhất 0,15% trọng lượng chế phẩm,
- trong đó xơ chanh được nghiền có nguồn gốc từ chanh hoặc chanh cốm, và trong đó chế phẩm còn chứa polyme lắng đọng cation với lượng ít nhất 0,05% trọng lượng chế phẩm.

Sáng chế cũng mô tả phương pháp xử lý tóc và phương pháp làm lắng đọng chất dưỡng silicon bằng chế phẩm nêu trên.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm theo sáng chế có công thức như các chế phẩm để làm sạch tóc (gội) và xả sau đó.

Các chế phẩm dầu gội của sáng chế chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt làm sạch chấp nhận được về mặt thẩm mỹ và phù hợp cho các ứng dụng liên quan đến tóc. Các chất hoạt động bề mặt khác thêm nữa có thể có mặt như là các chất nhũ hóa.

Các chất hoạt động bề mặt làm sạch phù hợp được lựa chọn từ các chất hoạt động bề mặt anion, lưỡng tính và ion lưỡng tính, và các hỗn hợp của nó. Chất hoạt động bề mặt làm sạch có thể giống chất hoạt động bề mặt như nhũ hóa hoặc có thể là chất khác.

Chất hoạt động bề mặt anion

Các chế phẩm theo sáng chế chứa chất hoạt động bề mặt anion. Ví dụ về chất hoạt động bề mặt làm sạch anion phù hợp là sulfat alkyl, sulfat alkyl ete, sulfonat ankaryl, isethionat alkanoyl, alkyl succinat , alkyl sulfosuccinat , alkyl sulfosuccinat ete, N-alkyl sarcosinat, alkyl phosphat, alkyl phosphat ete, và các

axit alkyl ete cacboxylic và các muối của chúng, đặc biệt là natri, magie, amoni và muối mono-, di- và trietanolamin. Các nhóm alkyl và axyl thường có 8 đến 18, tốt hơn là 10 đến 16 nguyên tử cacbon và có thể là chưa no. Các alkyl sulfat ete, alkyl sulfosuccinat ete, alkyl phosphat ete và axit alkyl ete cacboxylic và muối của chúng có thể có 1 đến 20 đơn vị oxit etylen hoặc oxit propylen trên mỗi phân tử.

Các chất hoạt động bề mặt làm sạch anion điển hình để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế bao gồm natri oleyl succinat, amoni lauryl sulfosuccinat, natri lauryl sulfat, natri lauryl ete sulfat, natri lauryl ete sulfosuccinat, amoni lauryl sulfat, amoni lauryl ete sulfat, natri dodexylbenzen sulfonat, trietanolamin dodexylbenzen sulfonat, natri cocoyl isethionat, natri lauryl isethionat, axit cacboxylic lauryl ete và natri N-lauryl sarcosinat.

Các chất hoạt động bề mặt anion được ưu tiên là alkyl sulfat và alkyl ete sulfat. Các nguyên liệu này có công thức tương ứng R_2OSO_3M và $R_1O(C_2H_4O)_xSO_3M$, trong đó R_2 là alkyl hoặc alkenyl có 8 đến 18 nguyên tử cacbon, x là số nguyên có giá trị nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và M là cation như amoni, các alkanolamin, như trietanolamin, kim loại hóa trị một, như natri và kali, và các cation kim loại hóa trị cao, như magie và canxi. Tốt nhất là R_2 có 12 đến 14 nguyên tử cacbon, trong chuỗi thẳng thay cho chuỗi phân nhánh.

Các chất hoạt động bề mặt anion làm sạch được ưu tiên được lựa chọn từ natri lauryl sulfat và natri lauryl ete sulfat (n) EO, (trong đó n từ 1 đến 3); tốt hơn nữa là natri lauryl ete sulfat (n) EO, (trong đó n là từ 1 đến 3); tốt nhất là natri lauryl ete sulfat (n) EO, trong đó $n = 1$.

Tốt hơn là mức độ alkyl ete sulfat là từ 0,5% đến 25% trọng lượng chế phẩm, tốt hơn nữa là từ 3% đến 18% trọng lượng, tốt nhất là từ 6% đến 15% trọng lượng chế phẩm.

Tổng lượng chất hoạt động bề mặt làm sạch trong chế phẩm theo sáng chế nói chung nằm trong khoảng từ 0,5% đến 45% trọng lượng, tốt hơn nữa từ 1,5% đến 20% trọng lượng.

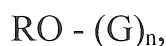
Chất hoạt động bề mặt không ion

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa chất hoạt động bề mặt không ion. Tốt nhất là chất hoạt động bề mặt không ion có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 5% trọng lượng.

Các chất hoạt động bề mặt không ion có thể bao gồm trong chế phẩm theo sáng chế có các sản phẩm ngưng tụ của rượu mạch thẳng hoặc phân nhánh chất béo ($C_8 - C_{18}$) với các oxit alkylen, thường là oxit etylen và thường có từ 6 đến 30 nhóm oxit etylen. Các alkyl etoxylat đặc biệt được ưu tiên. Các etoxylat alkyl được ưu tiên nhất có công thức $R-(OCH_2CH_2)_nOH$, trong đó R là mạch alkyl có C12 đến C15, và n là từ 5 đến 9.

Các chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp khác bao gồm alkanolamit mono- hoặc di-alkyl. Các ví dụ bao gồm coco mono- hoặc di-etanolamit và cacao mono-isopropanolamit.

Các chất hoạt động bề mặt không ion hơn nữa có thể có trong các chế phẩm theo sáng chế là các alkyl poliglycosit (APGs). Thông thường, APG bao gồm nhóm alkyl kết nối (tùy chọn thông qua nhóm cầu nối) tới khối của một hoặc nhiều nhóm glycosyl. Các APG được ưu tiên được xác định theo công thức sau:



trong đó R là nhóm alkyl mạch nhánh hoặc thẳng có thể là no hay không no và G là nhóm sacarit.

R có thể đại diện cho độ dài trung bình của chuỗi alkyl từ khoảng C_5 đến C_{20} . Tốt hơn là R đại diện cho độ dài trung bình của chuỗi alkyl từ khoảng C_8 đến C_{12} . Tốt nhất là giá trị của R nằm giữa khoảng 9,5 và 10,5. G có thể được lựa chọn từ các chất kết tủa monosacarit C_5 hoặc C_6 , và tốt hơn là glucozit. G có thể được lựa chọn từ nhóm bao gồm glucoza, xyloza, lactoza, fructoza, mannoza và các dẫn xuất của chúng. Tốt hơn G là glucoza.

Mức độ của sự polyme hóa, n, có thể có giá trị nằm trong khoảng từ 1 đến 10 hoặc lớn hơn. Tốt hơn là, giá trị của n nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2. Tốt nhất là giá trị của n nằm trong khoảng từ 1,3 đến 1,5.

Các alkyl polyglycosit phù hợp để sử dụng trong sáng chế có sẵn trên thị trường và bao gồm những nguyên liệu được xác định là ví dụ: Oramix NS10 của Seppic; Plantaren 1200 và Plantaren 2000 của Henkel.

Các chất hoạt động bề mặt không ion đường khác có thể được chứa trong chế phẩm theo sáng chế bao gồm các amit của axit béo polyhydroxy C₁₀-C₁₈ N-alkyl (C₁-C₆), như C₁₂-C₁₈ N-metyl glucamit, như được mô tả trong ví dụ WO 92/06154 và US 5194639, và amit của axit béo N-alkoxy polyhydroxy, như C₁₀-C₁₈ N-(3-metoxypetyl) glucamit.

Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính/ ion lưỡng tính

Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính/ion lưỡng tính có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5% tới khoảng 8% trọng lượng, tốt hơn từ 1% đến 4% trọng lượng chế phẩm.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính bao gồm các alkyl amin oxit, alkyl betain alkyl, alkyl amidopropyl betain, alkyl sulfobetain (sultain), alkylglyxinat, alkylcacboxyglyxinat, alkyl amphotaxetat, alkyl amphopropionat, alkylamphoglyxinat, alkyl amidopropyl hydroxysultain, axyl taurat và axyl glutamat, trong đó các nhóm alkyl và axyl có 8 đến 19 nguyên tử cacbon. Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính và ion lưỡng tính điển hình để sử dụng trong dầu gội theo sáng chế gồm lauryl amin oxit, cocodimetyl sulfopropyl betain, betain lauryl, cocamitopropyl betain và natri cocoamphotaxetat.

Chất hoạt động bề mặt lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính đặc biệt được ưu tiên là cocamitopropyl betain.

Các hỗn hợp của bất kỳ chất hoạt động bề mặt lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính nào nói trên cũng có thể phù hợp. Các hỗn hợp được ưu tiên là các hỗn hợp của cocamitopropyl betain với các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính như được mô tả ở trên. Chất hoạt động bề mặt lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính thêm nữa được ưu tiên là natri cocoamphotaxetat.

Các chất dưỡng silicon

Các chế phẩm theo sáng chế chứa các giọt được nhũ hóa của chất dưỡng silicon, để nâng cao hiệu suất dưỡng.

Các silicon phù hợp bao gồm các polidiorganosiloxan, cụ thể các polidimetylsiloxan mà có dimeticon chỉ định CTFA. Ngoài ra, các siloxan polidimetyl phù hợp để sử dụng các chế phẩm theo sáng chế (đặc biệt là dầu gội và các chất dưỡng) có các nhóm hydroxyl cuối, trong đó có dimeticonol chỉ định CTFA. Ngoài ra, các loại gồm silicon có mức độ liên kết ngang nhẹ cũng thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế, như được mô tả ví dụ trong WO 96/31188.

Độ nhớt của silicon được nhũ hoá (không phải nhũ tương hoặc chế phẩm dưỡng tóc cuối cùng) thường ít nhất 10000 cst ($1 \text{ cst} = 10^{-3} \text{ kgm}^{-1}\text{s}^{-1}$) 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 109 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 sẽ có cỡ giọt silicon trung bình trong thành phần dưới 30, tốt hơn là dưới 20, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 10 micron, lý tưởng là 0,01 đến 1 micron. Nhũ tương silicon có kích thước giọt silicon trung bình dưới 0,15 micron thường được gọi là các vi nhũ tương.

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

Các ví dụ về các nhũ tương trước khi hình thành phù hợp bao gồm Xiameter MEM 1785 và vi nhũ tương DC2-1865 có sẵn từ Dow Corning. Đây là những nhũ tương/các vi nhũ tương của dimeticonol. Các loại gồm silicon liên kết ngang cũng có sẵn trong ở dạng tiền nhũ hoá, thuận lợi cho hỗn hợp được điều chế theo công thức.

Lớp silicon ưu tiên hơn nữa của để đưa vào dầu gội và chất dưỡng của sáng chế là các silicon chức amin. "Silicon có nhóm chức amin" có nghĩa là silicon chứa ít nhất một nhóm amin bậc một bậc hai hoặc bậc ba, hoặc nhóm

amoni bậc bốn. Ví dụ về silicon chức amin phù hợp bao gồm: polysiloxan có "amodimeticon" định danh CTFA.

Ví dụ cụ thể về silicon chức amin 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-530 0 974. Polyme silicon bậc bốn được ưu tiên là K3474, của Goldschmidt.

Ngoài ra các loại nhũ hóa của dầu silicon chức amin cũng phù hợp với chất hoạt động bề mặt không ion và/hoặc cation.

Nhũ tương trước hình thành của silicon chức amino cũng có sẵn từ các nhà cung cấp dầu silicon như Dow Corning và General Electric. Ví dụ cụ thể bao gồm DC939 nhũ tương cationic và nhũ tương không ion DC2-7224, DC2-8467, DC2-8177 và DC2-8154 (tất cả của Dow Corning).

Sự kết hợp của silicon chức amin và không amin cũng có thể được sử dụng.

Tốt hơn là, tổng lượng silicon nằm trong khoảng từ 0,01% đến 10% trọng lượng chế phẩm, tốt hơn là từ 0,1% đến 5% trọng lượng, tốt nhất là từ 0,5% đến 3% trọng lượng là phù hợp.

Chất tạo huyền phù của sợi cây họ cam chanh được nghiên cứu

Chế phẩm theo sáng chế chứa xơ chanh đã được nghiền bằng máy và trương nở trong nước với lượng 0,15% trọng lượng chế phẩm, tốt hơn là 0,2% trọng lượng. Tốt hơn nữa là, chế phẩm chứa xơ chanh được nghiền với lượng nằm trong khoảng từ 0,16% đến 0,35% trọng lượng chế phẩm.

Xơ chanh có nguồn gốc từ loại quả cam chanh; tốt hơn là nó bao gồm các loại vỏ của chanh và/hoặc chanh côm. Vỏ chanh phải được nghiền bằng máy cắt tốc độ cao và nguyên liệu nghiền được gọi là xơ chanh được nghiền. Xơ được nghiền như vậy có khả năng tiếp nhận và liên kết ít nhất 15 lần trọng lượng của nước, tốt nhất là ít nhất 20 lần và thậm chí lên đến 30 lần.

Chất tạo huyền phù là xơ chanh được nghiền mà trải qua việc xử lý cơ học bao gồm bước pha trộn cường độ cao trong nước và do đó nguyên liệu đó đã hấp thụ ít nhất 15 lần trọng lượng khô của riêng nước, tốt hơn là ít nhất 20 lần trọng lượng của nó, để nở ra. Nó có thể được bắt nguồn từ quy trình thân thiện với môi trường từ nguồn chất thải chế biến từ trái cây. Điều này làm cho nó bền vững hơn các chất tạo huyền phù thông thường. Hơn nữa, nó đòi hỏi không có hóa chất bổ sung để hỗ trợ sự phát tán và nó có thể được thực hiện như hỗn hợp sơ chế có cấu trúc để cho phép tính linh hoạt của quy trình.

Trái cây họ cam chanh được ưu tiên như là nguồn gốc của các chất xơ bởi vì chúng có một số lượng lớn vỏ có thể cung cấp nguyên liệu có khả năng hấp thụ nước như mong muốn. Các loại trái cây được ưu tiên nhất là chanh và chanh cốm vì độ pH tự nhiên của bột nghiền cơ khí có kết quả khoảng 3,5 cho phép sử dụng kali socbat ở mức độ thấp như chất bảo quản có hữu hiệu cho để sơ chế trước khi nó được phân tán vào chất tẩy rửa dạng lỏng.

Trong quy trình được ưu tiên, xơ chanh được nghiền cơ khí bằng cách xử lý nó để tạo ra hỗn hợp sơ chế tốt hơn là kết hợp với chất bảo quản. Điều này được thực hiện bằng cách thêm xơ chanh dạng bột khô ít nhất là 15 lần trọng lượng của nước và phân tán nó dưới máy cắt tốc độ cao để tiếp tục phá vỡ xơ chanh và để bắt đầu quy trình hydrat hóa, hoặc nở ra. Các xơ chanh được xử lý cơ học được để lại để tiếp xúc với nước cho đủ thời gian để nở ra do nó đang được hydrat hóa hoàn toàn. Điều này có thể kéo dài vài tiếng. Đã tìm thấy một thuận lợi là xơ chanh đã nghiền được giữ tách biệt khỏi chất hoạt động bề mặt cho đến khi nó hoàn toàn nở ra. Điều này tránh được khả năng cho các chất hoạt động bề mặt cạnh tranh với xơ chanh đã nghiền trong nước. Điều ngày càng trở thành vấn đề khi tổng sự cô đặc các chất hoạt động bề mặt tăng lên. Quy trình nở ra của bột ở hỗn hợp sơ chế này dường như trở nên đặc biệt thuận lợi khi mức độ chất hoạt động bề mặt trong chế phẩm là 25% trọng lượng hoặc lớn hơn. Máy cắt tốc độ cao có thể được cung cấp bởi máy trộn cường độ cao chẳng hạn như một máy trộn Silverson, hoặc, ít tốt hơn là, bằng máy đồng hóa

áp suất cao. Máy đồng hóa ít được ưu tiên vì nó có thể gặp các vấn đề tắc nghẽn với xơ chanh.

Lượng xơ chanh được nghiền trong hỗn hợp sơ chế tốt hơn là từ 1 đến 5% trọng lượng. Tốt hơn nữa là 2 đến 4% trọng lượng. Tùy thuộc trên thiết bị gia công được sử dụng ở đó có thể là một giới hạn trên thực tế từ 3,3 đến 3,5% trọng lượng khi thuận lợi có nước quá mức để hydrat đầy đủ xơ chanh được nghiền.

Thích hợp hơn nếu chế phẩm chứa chất tạo huyền phù gốc axit polyacrylic với lượng ít hơn 0,2% trọng lượng chế phẩm, tốt hơn là nhỏ hơn 0,1% trọng lượng, tốt nhất là nhỏ hơn 0,05% trọng lượng.

Polyme lắng đọng cation

Polyme cation là các thành phần được ưu tiên trong chế phẩm dầu gội của sáng chế để tăng cường hiệu suất lắng đọng.

Các polyme cation phù hợp có thể là các polyme đồng nhất mà được thể cation hoặc có thể được hình thành từ hai hay nhiều loại monome. Trọng lượng phân tử trung bình (M_w) của các polyme nói chung thường ở giữa 100 000 và 2 triệu dalton. Các polyme có nitơ cation chứa các nhóm như amoni bậc bốn hoặc các nhóm amino được proton hóa, hoặc một hỗn hợp của chúng. Nếu trọng lượng phân tử của polyme quá thấp, thì hiệu quả dưỡng là thấp. Nếu quá cao, sau đó có thể có vấn đề về độ nhớt rộng ra dẫn đến độ xơ của chế phẩm khi nó được đổ ra.

Nhóm chứa nitơ cation thường có mặt như một nhóm thế trên một phần nhỏ của tổng số các đơn vị monome của polyme cation. Vì vậy, khi polyme không phải là một polyme đồng nhất nó có thể chứa các đơn vị monome không cation đệm. Các polyme như vậy được mô tả trong CTFA Cosmetic Ingredient Directory, xuất bản lần thứ 3. Tỷ lệ của cation so với các đơn vị monome không cation được chọn để cung cấp cho các polyme có mật độ điện tích cation trong phạm vi cần thiết, mà nói chung là 0,2 đến 3,0 meq/gm. Mật độ điện tích cation của polyme là phù hợp được xác định bằng phương pháp Kjeldahl như được mô tả trong US Pharmacopoeia dưới các thử nghiệm hóa học để xác định nitơ.

Các polyme cation thích hợp bao gồm, ví dụ, các đồng trùng hợp của các monome vinyl có amin cation hoặc các chức năng amoni bậc bốn với các monome chất đệm tan trong nước như (met)acrylamit, alkyl và dialkyl (met)acrylamit, alkyl (met)acrylat, vinyl caprolacton và vinyl pyrrolidin. Các monome được thế alkyl và dialkyl tốt nhất là có các nhóm C1-C7 alkyl, tốt hơn nữa là các nhóm C1-3 alkyl. Các chất đệm thích hợp khác bao gồm các este vinyl, rượu vinyl, anhydrit maleic, propylen glicol và etylen glicol.

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

Amin thay thế các monome vinyl và các amin có thể được polyme hoá ở dạng amin và sau đó chuyển đổi sang amoni bằng sự tạo thành bazơ bậc bốn.

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

Các polyme cation thích hợp bao gồm, ví dụ:

- Các polyme chứa amoni bậc bốn dialyl cation bao gồm, ví dụ, polyme đồng nhất clorua dimetyldialylamoni và các đồng trùng hợp của acrylamit và clorua dimetyldialylamoni, được nhắc đến trong ngành công nghiệp (CTFA) như poliquaternium 6 và poliquaternium 7, tương ứng;

- Các muối axit khoáng của các este amino-alkyl của homo và các co-polyme của các axit cacboxylic không no có 3 đến 5 nguyên tử cacbon, (như đã mô tả trong U.S. Patent 4009256);

- Các poliacylamit cation (như đã mô tả trong WO95/22311).

Các polyme cation khác có thể được sử dụng bao gồm các polyme cation polisacarit, chẳng hạn như các dẫn xuất xenlulo cation, các dẫn xuất tinh bột cation, và các dẫn xuất gôm guar cation.

Các polyme polysacarit cation thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm theo sáng chế bao gồm các monome có công thức:



trong đó: A là nhóm anhydroglucoza còn lại, như tinh bột hoặc xenluloza anhydroglucoza còn lại. R là alkylen, oxyalkylen, polyoxyalkylen, hoặc nhóm hydroxyalkylen, hoặc sự kết hợp của chúng. R1, R2 và R3 độc lập đại diện cho alkyl, aryl, alkylaryl, arylalkyl, alkoxyalkyl, hoặc nhóm alkoxyaryl, mỗi nhóm chứa lên đến khoảng 18 nguyên tử cacbon. Tổng số nguyên tử cacbon cho mỗi gốc cation (nghĩa là tổng của các nguyên tử cacbon trong R1, R2 và R3) tốt hơn là ở khoảng 20 hoặc ít hơn, và X là một anion trái dấu.

Một loại xenluloza cation khác bao gồm các muối amoni bậc bốn polyme của xenluloza hydroxyetyl phản ứng với lauryl dimetyl amoni thể epoxit, được nhắc tới trong ngành công nghiệp (CTFA) như Poliquaternium 24. Các nguyên liệu này có sẵn từ Amerchol Corporation, ví dụ dưới tên nhãn hiệu Polyme LM-200.

Các polyme polysacarit cation thích hợp khác bao gồm các ete xenluloza chứa nitơ bậc bốn (ví dụ như đã mô tả trong U.S. Patent 3962418), và các đồng trùng hợp của xenluloza được ete hóa và tinh bột (ví dụ như mô tả trong US3958581).

Một loại polyme polysacaritcation đặc biệt thích hợp có thể được sử dụng là một dẫn xuất gồm guar cation, như guar hydroxypropyltrimetylamonium clorua (có sẵn trên thị trường từ Rhodia trong một loạt nhãn hiệu JAGUAR của chúng). Các ví dụ về các nguyên liệu như vậy là JAGUAR C13S, JAGUAR C14, JAGUAR C15, JAGUAR C17 và JAGUAR C16 Jagua CHT và JAGUAR C162.

Các hỗn hợp của bất kỳ các polyme cation trên có thể được sử dụng.

Polyme cation thường sẽ có mặt trong chế phẩm dầu gội theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5%, tốt hơn là từ 0,05 đến 1%, tốt hơn nữa là 0,08 đến 0,5% tính theo tổng trọng lượng của polyme cation dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Các thành phần dầu dưỡng không silicon

Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa chất dưỡng dạng dầu phân tán, không bay hơi, không tan trong nước.

Trong đó “không tan” có nghĩa là chất này không tan trong nước (nước cất hoặc tương đương) ở tỉ lệ 0,1% trọng lượng tương ứng, ở 25°C.

Nguyên liệu dầu hoặc chất béo thích hợp được lựa chọn từ các loại dầu hydrocacbon, các este béo và các hỗn hợp của chúng.

Dầu hydrocacbon mạch thẳng tốt hơn là có 12 đến 30 nguyên tử cacbon. Ngoài ra, các hydrocacbon polyme của các monome alkenyl cũng thích hợp, như các monome C2-C6 alkenyl.

Các ví dụ cụ thể của các loại dầu hydrocacbon phù hợp bao gồm dầu hỏa, dầu khoáng, dodecan no và không no, tridecan no và không no, tetradecan no và không no, pentadecan no và không no, hexadecan no và không no, và các hỗn hợp của chúng. Các chất đồng phân chuỗi phân nhánh của các hợp chất này, cũng như các chuỗi hydrocacbon có độ dài lớn hơn, cũng có thể được sử dụng.

Các este béo thích hợp được đặc trưng bởi ít nhất 10 nguyên tử cacbon, và bao gồm các este với các mạch hydrocacbyl có nguồn gốc từ các axit béo hoặc rượu, các este của axit monocarboxylic bao gồm các este của rượu và/ hoặc axit có công thức $R'COOR$ trong đó R' và R độc lập biểu thị các gốc alkyl hoặc alkenyl và tổng của các nguyên tử cacbon trong R' và R ít nhất là 10, tốt hơn ít nhất là 20. Di- và trialkyl và các este alkenyl của các axit cacboxylic cũng có thể được sử dụng.

Các este béo đặc biệt được ưu tiên là mono-, di- và triglycerit, cụ thể hơn là mono-, di- và tri- este của glyxerol và các axit cacboxylic chuỗi dài như các axit C1-C22 cacboxylic. Các nguyên liệu được ưu tiên bao gồm bơ ca cao, stearin của cây cọ, dầu hướng dương, dầu đậu nành và dầu dừa.

Nguyên liệu dầu hoặc chất béo là phù hợp có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 tới 10, tốt hơn là 0,2 đến 5, tốt hơn nữa là từ khoảng 0,5 đến 3% trọng lượng.

Các thành phần tùy ý khác

Các chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa các chất phụ gia phù hợp cho việc chăm sóc tóc. Nói chung các thành phần như vậy có mặt một cách riêng lẻ với lượng lên đến 2, tốt hơn là lên đến 1% trọng lượng chế phẩm.

Các chất phụ gia chăm sóc tóc phù hợp bao gồm các chất thơm, các hoạt chất của xơ, các tác nhân chống gàu bám da đầu, axit amin, đường, chất bảo quản, các chất điều chỉnh pH và xeromit.

Các loại hạt như mica được phủ hoặc các tác nhân chống gàu không hòa tan (muối kẽm không hòa tan như kẽm pyrithion) được ưu tiên các chất phụ gia để sử dụng với sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được minh họa thêm bằng các ví dụ không hạn chế sau đây. Ví dụ của sáng chế được minh họa bằng số, ví dụ so sánh được minh họa bằng chữ.

Công thức theo sáng chế (ví dụ 1):

Dầu gội đầu (% trọng lượng)

Tên thương hiệu	Tên hóa học	Nhà cung cấp	% trọng lượng
Texapon N701 (70%)	Natri dodexyl sulfat	Cognis	17,14
Tegobetaine CK (30%)	Cocamidopropylbetain	Goldschmidt	5,33
Timiron MP-1001 (100%)	Mica	S Black	0,15
Natri clorua (100%)	Natri Clorua	Ellis & Everard	0,5
Hỗn hợp sơ chế của xơ chanh (2%) được điều chế	Sản phẩm xơ chanh loại N, cỡ hạt < 250µm. [Hỗn hợp sơ chế (2% a.i.)]	Herbafood	12,5

từ Herbacel AQ Plus			
Glydant	DMDM Hydantoin	Lonza	0,1
Silicon DC 5- 7051 HS nhũ trương (45%)	Dimeticonol, TEA- Dodexylbenzensulfonat	Dow Corning	3,78
Jaguar BFG14 (100%)	Guar Hydroxypropyltrimoni clorua	Rhodia	0,2
Chất thơm (100%)			0,9
Nước			100%

Đặc điểm kỹ thuật pH của sản phẩm: 5,5 đến 6,5

Bước	Hướng dẫn xử lý một mẻ 50kg bột cam chanh được ổn định trong dầu gội đầu
1	Điều chế hỗn hợp sơ chế chứa bột cam chanh 2% Nguyên liệu thô của bột cam là bột loại N của sản phẩm Herbacel AQ Plus Citrus Fibres, cỡ hạt < 250µm. Hỗn hợp sơ chế hiện đang được điều chế bằng cách sử dụng hai cách chế biến. 1) Xử lý một mẻ loại thông thường Nước cùng với bột cam chanh được nạp vào máy trộn 50L Universal với van tuần hoàn đóng lại. Sau đó, nguyên liệu được trộn bằng cách sử dụng lưới nạo (45 vòng/phút) và sự dịch chuyển của tuabin (250 vòng/phút) trong 10 phút để cho phép các sợi hydrat hóa. Sau đó, hỗn hợp sơ chế được tái chế sau vòng luân chuyển 5 mẻ một giờ hoặc 2 giờ thông qua máy Silverson. Máy trộn Silverson bật ở 10.000

	vòng/phút. 2) Đồng nhất áp suất cao. Huyền phù chứa 2% bột cam chanh trong nước được tạo ra bằng bình 40L được trộn bằng cách sử dụng lưới cạo và sự dịch chuyển của tuabin. Hỗn hợp sơ chế được trộn trong 30 phút để cho phép các sợi nở ra. Sau đó, sức chứa của bình được bơm vào máy làm đồng nhất 120 lít trên một giờ và phải chịu áp lực xử lý 500 bar ($5 \cdot 10^{-3} \text{ N/m}^2$). Sản phẩm cuối cùng tạo ra từ cả hai cách xử lý có độ đặc và dạng bên ngoài như nước xốt táo.
2	Thêm 18,239kg nước vào thiết bị universal 50L cùng với 6,25kg của hỗn hợp sơ chế 2% của bột cam chanh đã được sản xuất thông qua một trong các cách xử lý ở trên. Hỗn hợp này được tái chế thông qua máy Silverson bật ở 7000 vòng/phút trong 30 phút sau vòng luân chuyển 5 mẻ một giờ.
3	75g Timiron được phân tán trong 1kg nước trong khi trộn tại 300 vòng/phút với cánh trộn tuabin. Hỗn hợp sơ chế này được thêm vào lúc đầu bước 2.
4	Texapon N701 (8,571 Kg) được bơm nội tuyến với các silverson ON tại 5000 vòng/phút. Máy nghiền được tắt sau khi tất cả Texapon đã được thêm vào.
5	Jaguar BFG14 (100g) được phân tán vào chất thơm (450g) và thêm OTT để duy trì một mẻ chính và trộn trong 10 phút.
6	Thêm silicon DC 5-7051 HS (850g) và trộn trong 5 phút.
7	Bơm Tegobetaine CK (2.665g) từ từ để tránh sự đông lại và trộn trong 15 phút. Lưới nạo và sự dịch chuyển của tuabin có thể phải được tăng lên vào thời điểm này do sự tích lại trong độ nhớt.
8	Thêm Glydant (50g) và trộn trong 10 phút

9	Đo độ pH - thông số nằm trong khoảng từ 5,5 đến 6,5. Sản phẩm phải ở trong thông số đó và sẽ không cần điều chỉnh bổ sung.
10	Trong thùng, hòa tan natri clorua (250g) trong nước (2,5kg). Từ từ bơm dung dịch muối vào mẻ này. Trộn trong 10 phút.
11	Cân bằng công thức với nước còn lại (2kg).

Công thức không theo sáng chế (ví dụ A):

Dầu gội đầu (% trọng lượng)

Tên thương mại	Tên hóa học	Nhà cung cấp	% trọng lượng
Texapon N701 (70%)	Natri dodexyl sulfat	Cognis	17,14
Tegobetaine CK (30%)	Cocamidopropylbetain	Goldschmidt	5,33
Timiron MP-1001 (100%)	Mica	S Black	0,15
Natri clorua (100%)	Natri Clorua	Ellis & Everard	0,5
Carbopol 980	Axit polyacrylic	BF Goodrich	0,6
Glydant	DMDM Hydantoin	Lonza	0,1
Silicon DC 5-7051 nhũ tương HS (45%)	Dimeticonol, TEA- Dodexylbenzen sulfonat	Dow Corning	3,78
Jaguar BFG14 (100%)	Guar Hydroxypropyltrimoni clorua	Rhodia	0,2
Chất thơm (100%)			0,9

Nước			đến 100%
------	--	--	----------

Đặc điểm kỹ thuật pH của sản phẩm: 5,5 đến 6,5

Công thức không theo sáng chế (ví dụ B):

Dầu gội đầu (% trọng lượng)

Tên nhãn hiệu	Tên hóa học	Nhà cung cấp	% trọng lượng
Texapon N701 (70%)	Natri dodexyl sulfat	Cognis	17,14
Tegobetaine CK (30%)	Cocamidopropylbetain	Goldschmidt	5,33
Timiron MP- 1001 (100%)	Mica	S Black	0,15
Natri clorua (100%)	Natri Clorua	Ellis & Everard	0,5
Carbopol Aqua SF1	Acrylat đồng trùng hợp	Lubrizol	0,6
Glydant	DMDM Hydantoin	Lonza	0,1
silicon DC 5- 7051 HS nhũ trương (45%)	Dimeticonol, TEA- Dodexylbenzenesulfonat	Dow Corning	3,78
Jaguar BFG14 (100%)	Guar Hydroxypropyltrimonium clorua	Rhodia	0,2
Chất thơm (100%)			0,9

Nước			đến 100%
------	--	--	-------------

Đặc điểm kỹ thuật pH của sản phẩm: 5,5 đến 6,5

Khi so sánh về hình thức bề ngoài của sản phẩm, tìm thấy rằng ví dụ 1 (theo sáng chế) và ví dụ B (không theo sáng chế) đều rõ ràng vượt trội so với ví dụ A (không theo sáng chế).

Khi so sánh về sự lắng đọng của silicon trên tóc, nó được tìm thấy rằng ví dụ 1 (theo sáng chế) và ví dụ A (không theo sáng chế) đều rõ ràng vượt trội so với ví dụ B (không theo sáng chế).

Do đó có thể thấy rằng ví dụ 1 (theo sáng chế) mang lại sự kết hợp tốt nhất về đặc điểm xuất hiện của sản phẩm và sự lắng đọng silicon lên tóc.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm dầu gội đầu chứa:

- i) nước với lượng ít nhất 10% trọng lượng chế phẩm,
- ii) chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất 0,5% trọng lượng chế phẩm,
- iii) chất thơm với lượng nằm trong khoảng từ 0,02% tới 5% trọng lượng chế phẩm,
- iv) chất dưỡng silicon được nhũ hoá với lượng ít nhất 0,01% trọng lượng chế phẩm, và
- v) chất tạo huyền phù chứa xơ chanh được nghiền một cách cơ học và trương nở trong nước với lượng ít nhất 0,15% trọng lượng chế phẩm, trong đó xơ chanh được nghiền có nguồn gốc từ chanh hoặc chanh cốm, và trong đó chế phẩm còn chứa polyme lắng đọng cation với lượng ít nhất 0,05% trọng lượng chế phẩm.

2. Chế phẩm dầu gội đầu theo điểm 1, trong đó lượng xơ chanh tốt hơn là ít nhất 0,2% trọng lượng chế phẩm.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này chứa xơ chanh được nghiền với lượng nằm trong khoảng từ 0,16% đến 0,35% trọng lượng.

4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lượng chất hoạt động bề mặt anion là nằm trong khoảng từ 1,5% đến 20% trọng lượng chế phẩm.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất dưỡng silicon có cỡ giọt silicon trung bình dưới 10 micron.

6. Phương pháp xử lý tóc bao gồm bước đưa lên tóc chế phẩm chứa:

- i) nước với lượng ít nhất 10% trọng lượng chế phẩm,
- ii) chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất 0,5% trọng lượng chế phẩm ,
- iii) chất thơm với lượng nằm trong khoảng từ 0,02% tới 5% trọng lượng chế phẩm,
- iv) chất dưỡng silicon được nhũ hoá với lượng ít nhất 0,01% trọng lượng chế phẩm, và

v) chất tạo huyền phù chứa xơ chanh được nghiền một cách cơ học và trương nở trong nước với lượng ít nhất 0,15% trọng lượng chế phẩm, trong đó xơ chanh được nghiền có nguồn gốc từ chanh hoặc chanh cốm, và trong đó chế phẩm còn chứa polyme lắng đọng cation với lượng ít nhất 0,05% trọng lượng chế phẩm.

7. Phương pháp lắng đọng chất dưỡng silicon được nhũ hoá từ chế phẩm dầu gội đầu bằng cách dùng chế phẩm chứa:

- i) nước với lượng ít nhất 10% trọng lượng chế phẩm,
- ii) chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất 0,5% trọng lượng chế phẩm ,
- iii) chất thơm với lượng nằm trong khoảng từ 0,02% tới 5% trọng lượng chế phẩm,
- iv) chất dưỡng silicon được nhũ hoá với lượng ít nhất 0,01% trọng lượng chế phẩm, và
- v) chất tạo huyền phù chứa xơ chanh được nghiền một cách cơ học và trương nở trong nước với lượng ít nhất 0,15% trọng lượng chế phẩm, trong đó xơ chanh được nghiền có nguồn gốc từ chanh hoặc chanh cốm, và trong đó chế phẩm còn chứa polyme lắng đọng cation với lượng ít nhất 0,05% trọng lượng chế phẩm.