

(由本局填寫)

承辦人代碼：

大類：

IPC分類：

A6

B6

本案已向：

美 國(地區) 申請專利，申請日期：

1)1998.4.9
2)1999.3.29

案號：

2)09/057,826
2)09/277,784有 無主張優先權

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝訂

線

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

五、發明說明（ 1 ）

本發明有關含有非離子衍化澱粉之新穎低揮發性有機化合物(VOC)量之含聚丙烯酸頭髮化粧用非霧劑組合物，尤其頭髮固定用組合物，以及有關利用此等組合物將頭髮定型之方法。

在其等之最基本形式中，頭髮化粧用組合物含有一作用為化粧品之膜形成聚合物，以及一通常為一或更多醇、醇與水之混合物、或水之輸送系統。

頭髮定型或造型過程通常涉及對先前潤濕或打濕之經梳整之頭髮施加一或更多膜形成物質之水溶液或分散液，因此可將已處理之頭髮捲於髮捲上或以其他方式造型並乾燥。在替代方法中，可將此溶液或分散液施加於早已造型及乾燥之頭髮上。一旦水溶液或分散液乾燥，每根頭髮上均有膜沉積，而後者之存在使髮卷或使用人頭髮上所需其他構形之停留時間加長。此外，此等膜之存在賦予譬如質感及柔滑之所希欲性質。

為求有效，頭髮化粧用組合物之膜形成成份較佳為符合多種要求。此等成份衍生之膜應具有撓性，同時仍擁有強度及彈性。各成份應顯示良好之頭髮黏著力，俾避免隨時間之過往或在頭髮受到應力時撒落或剝落；應不干擾頭髮之梳拂；應於潮濕條件下保持黏性或膠著；應清澈、透明及光澤；且應於老化時保持清澈。此外，各成份應保持良好之抗靜電性質且應可輕易用水及肥皂或洗髮精沖洗去除。

有許多膜形成劑已用於頭髮化粧用組合物中，包括例

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

五、發明說明（2）

如含有膠（譬如山羊刺樹膠）或樹脂（譬如蟲膠）之膠體溶液。然而，由此等物質形成之膜心當脆弱，且將髮型固定之模樣在頭髮受擾動時容易破壞。此不僅減小該物質之頭髮固定能力，亦且導致不合宜之剝落。此外，一些此等膜形成劑尤其樹脂係不溶於水，故而不易用水及肥皂或洗髮經去除。

澱粉經常較樹脂受偏好，因其等最具成本效益且屬天然。含有澱粉之頭髮化粧用組合物亦已知於業界。舉例言之，GB 1,285,547揭示一種頭髮定型組合物，內含直鏈澱粉含量大於50重量%之高度取代陽離子性澱粉。EP487000揭示各種含有酵素降解之隨意交聯澱粉之化粧用組合物。然而，此等衍生物不顯著溶於水中。

基於管制揮發性有機化合物(VOC)發散入大氣內之環境各項規定，VOC發散量在一些州內亦予限制於80%，而在加州即將限制於55%。VOC係以重量／重量%（以頭髮化粧用配方為準）予以測量。如本文中所用，含有1至10個碳原子之揮發有機化合物在20°C時之蒸氣壓至少0.1毫米汞柱，且具有光化學活性。一般用水取代至少一部份之揮發性有機化合物，故而變成頭髮化粧用組合物內之較大成份。

此等水基組合物不僅符合低VOC規定，亦為環境友善且成本通常較低。

大多數澱粉與水不相容，因其等不完全可溶或可分散而造成澱粉沉澱物。此外，大多數澱粉與聚丙烯酸增稠劑

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明（3）

不相容，導致頭髮化粧品損失其黏滯度。出人意表，今發現非離子衍化澱粉有用於低VOC量之含聚丙烯酸頭髮化粧用組合物，因其等提供一具有穩定黏滯度、良好固定性質、及改良耐濕性之清澈溶液。

本發明之標的為含聚丙烯酸之低VOC量頭髮化粧用非霧劑組合物，含有非離子衍化澱粉，尤其環氧烷所衍化者。該澱粉可予水解，尤其以至少一內生酵素予酵素水解。此外，該衍化、水解之澱粉可予離子變性，尤其陽離子變性成具有低取代度。此等澱粉之使用係屬新穎及有利，因其等與聚丙烯酸相容，提供一具有穩定黏滯度之清澈溶液。此外，所得組合物提供一不黏結、良好挺度、改良耐濕性、且對頭髮及皮膚實在之明亮膜。

本發明頭髮化粧用組合物含有頭髮固定有效量之澱粉特別為約0.5至15重量%、約15重量%之溶劑、0.1-1.0重量%聚丙烯酸、用量足以中和聚丙烯酸之中和劑、及將組合物補足100%之水。

本發明之一目的為提供一種含有非離子衍化澱粉之新穎低VOC量之含聚丙烯酸頭髮化粧用組合物。

本發明另一目的為提供一種含有聚丙烯酸及經水解之非離子衍化澱粉之新穎頭髮化粧用組合物。

本發明又一目的為提供一種含有聚丙烯酸及用環氧丙烷予以衍化且經酵素水解之澱粉之新穎頭髮化粧用組合物。

本發明復一目的為提供一種含有聚丙烯酸及經非離子

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

A7

B7

五、發明說明 (4)

衍化、水解、及陽離子變性成低取代度之澱粉之新穎頭髮化粧用組合物。

本發明尚有一目的為提供一種含有聚丙烯酸及用環氧丙烷予以衍化、經酵素水解及用3-氯-2-羥基丙基三甲基銨氯化物予以變性之澱粉之新穎頭髮化粧用組合物。

本發明之進一步目的為提供一種低VOC量、含聚丙烯酸之新穎頭髮化粧用組合物，包含澱粉且具有改良耐濕性及優異穩定性。

本發明之此等及其他目的對業界熟練人士而言，將因以下詳述及下列實例而成爲明顯。

本發明標的為一種低VOC量、含聚丙烯酸之頭髮化粧用非霧劑組合物，含有非離子衍化澱粉，尤其以環氧化衍化者。該衍化澱粉可予水解，尤其以至少一內生酵素予酵素水解。此外，該衍化澱粉可陽離子變性成具有低取代度(DS)。取代度在本文中意在說明澱粉分子之每脫水葡萄糖單位之酯取代基團數。此等澱粉之使用係屬新穎及有利，因其等與聚丙烯酸相容，提供一具有穩定黏滯度之清澈低VOC量溶液。此外，所得組合物提供一不黏結、具有良好挺度、及改良耐濕性之明亮膜。

本發明頭髮化粧用組合物含有頭髮固定有效量之澱粉，特別為約0.5至15重量%，尤其約2至10%；約小於15%溶劑；0.1-1.0%聚丙烯酸；及將組合物補足100%之水。

所有澱粉及麵粉（以下稱“澱粉”）均適用於本案，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

A7

B7

五、發明說明 (5)

且可衍生自任何天然來源。本案中所用之天然澱粉或麵粉自然界中所發現者。亦屬合宜者為由標準育種技術所得植物衍生之澱粉及麵粉，包括雜交育種、轉移、倒位、變形或任何其他基因或染色體工程方法，包括其等之變化形式。此外，由以上以已知之標準突變育種方法所生成之同種屬組合物之人工突變種及變種生長之植物所衍生之澱粉及麵粉亦適用於本案。

澱粉及麵粉之典型來源為禾穀類、塊莖、根、豆類及水果。天然來源可為玉米、豌豆、馬鈴薯、甘薯、香蕉、大麥、小麥、稻、西穀米、蕷、木薯粉、竹芋、曇華、高粱、及其蠟質種或高直鏈澱粉變種。如本文中所用，“蠟質種”一詞意在包括含有至少約95重量%支鏈澱粉之澱粉或麵粉，而“高直鏈澱粉”一詞意在包括含有至少約45重量%直鏈澱粉之澱粉或麵粉。特別適合於本發明者為含有直鏈澱粉之澱粉，更特別為高直鏈澱粉澱粉，尤其高高直鏈澱粉玉米澱粉。

該澱粉係先用一與系統特別與溶劑及推進劑相容之酯或醚予非離子衍化。非離子衍化方法詳知於業界且可見於如 Starch Chemistry and Technology , 2 版 , Whistler 等 , Academic Press , Inc. , Orlando (1984) 或 Modified Starches : Properties and Uses , Wurzburg , O.B. , CRC Press , Inc. , Florida (1986) 。

非離子性試劑包括但不限於環氧烷類譬如環氧乙烷、環氧丙烷、及環氧丁烷；乙酸酐；及丁基乙烯酮二聚物。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (6)

特別合宜之非離子性試劑為環氧烷，尤其環氧丙烷。非離子性試劑係以約1至50%之量添加，特別為約5至25%，尤其約7.5至18%。

舉例言之，該澱粉可用環氧丙烷衍化如下。製備一含有約5至40%尤其30至40%固質之水性澱粉漿液。添加以澱粉重量為準約20至30%之硫酸鈉。然後，添加量約為40至60%（以澱粉重量為準）之3%氫氧化鈉將pH調整成約11至13。添加所需量之環氧丙烷。將溫度升至約35至50°C之範圍，尤其約40°C，並讓程序繼續約18至24小時。

澱粉通常至少經部份膠化。若轉化將以酵素方式完成，則習用上在轉化前進行膠化。膠化可用業界已知之任何技術完成，特別為蒸氣蒸煮，尤其噴射蒸煮，然後予以轉化（水解）。若需要低分子量澱粉及低黏滯度之澱粉溶液或分散液，譬如將澱粉用於頭髮噴霧劑時，轉化即屬重要。轉化可以業界已知之任何方法完成，譬如酵素、酸、糊精化、人工氧化、或氧化，尤其酵素。若轉化係用酸或氧化法進行，則可於澱粉衍化之前或之後完成。

澱粉基底之酵素水解係用業界已知之各種技術實施。任何已知將澱粉降解之酵素或酵素組合均可使用，尤其內生酵素。有用於本案之酵素包括但不限於 α 澱粉酶、 β 澱粉酶、麥芽生成酶、葡萄糖澱粉酶、支鏈澱粉酶，尤其 α 澱粉酶及支鏈澱粉酶。酵素之用量取決於酵素來源及活性、所用基底物質、及所需水解量。典型上，酵素之用量約為澱粉重量之0.01至1.0%，尤其約0.01至0.3%。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

A7

B7

五、發明說明(7)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

酵素活性之最佳參數視所用酵素而定。酵素降解速率取決於各種業界已知之因素，包括酵素類型及濃度、底質濃度、pH、溫度、抑制劑存在或不存在、及變性程度及類型。此等參數可予調整以將澱粉基底之消化速率最佳化。

一般而言，酵素處理係在澱粉固質位準約10至40%之水性或緩衝漿液內實施，視所處理之基底澱粉而定。在本發明中，約15至35%之固質位準特別有用，而約18至25%尤其有用。另法，該方法可利用固定於固體支承物上之酵素。

酵素消化典型係以可行之最高固質含量實施，而不降低反應速率，俾便利澱粉組合物之任何所需後續乾燥工作。在攪盪變成困難或無功而澱粉分散液變成更難以掌理時，可藉高固質含量降低反應速率。

漿液之pH及溫度應予調整，以提供有效之酵素水解。此等參數取決於待使用酵素且均為業界已知者。一般而言，所用溫度約為22至25°C，特別為約50至62°C。通常，pH係用業界已知之各種技術調整成約3.5至7.5，特別為均4.0至6.0。

一般而言，酵素反應約需0.5至24小時，尤其約0.5至4小時。反應時間取決於所用澱粉之典型、酵素用量、及固質百分比、pH與溫度等反應參數。

酵素降解於是以任何業界已知之技術終止，譬如酸或鹼去活化、熱去活化、離子交換、及溶劑萃取。舉例言之，可藉調整pH至少30分鐘至低於2.0完成酸去活化，或可

五、發明說明 (8)

藉溫度升至約85至95°C完成熱去活化，同時維持於該溫度至少約10分鐘以將酵素完全去活化。若需要顆粒產物，則熱去活化不合宜，因將酵素去活化所需之熱通常亦將澱粉膠化。

轉化反應繼續直到澱粉充份降解以提供所需之黏滯度為止，尤其到達約7至80秒鐘而更特別為約10至60秒鐘之黏滯度，如使用標準漏斗法以19%重量／重量固質濃度於溫度所測量者。所得生成物可進一步以約2至40之葡萄糖當量(DE)及／或約60至80之水流度予以定性。

如本文所用之漏斗黏滯度係以下列步驟加以定義。以折射計測量，將待測試之澱粉分散液調整至19%（重量／重量）。分散液之溫度控制於22°C。將總共100毫升之澱粉分散液量入一量筒內。然後將其傾入刻度漏斗內，同時用指頭將孔閉合。讓少量流入量筒內以移除任何包陷之空氣，並將餘量倒回漏斗內。然後，在試樣運作時將量筒倒置於漏斗上，以便內容物拉（流）回漏斗內。用計時器記錄該100毫升試樣流過漏斗頂點所需之時間。

漏斗之玻璃部份為一標準之58°、厚壁、阻力玻璃漏斗，其頂部直徑約9至10厘米，而幹之內徑約0.381厘米。漏斗之玻璃幹切成距頂點約2.86厘米之長度，謹慎以火打光，並用一約長0.58厘米之外徑約0.9525厘米之長不銹鋼梢予重新裝接。附接於玻璃幹之鋼梢上端之內徑約為0.5952厘米而流出端約0.4445厘米，而在離各末端約2.54厘米處出現寬度限制。該鋼梢藉由一鐵佛龍管附接於該玻

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (9)

璃漏斗。該漏斗有刻度，以便使用上述步驟在六秒鐘內讓 100 毫升之水通過。

最後，該澱粉可以詳知之含有胺基、亞胺基、銨、銠、或鑌之基團之試劑予陽離子處理。此等陽離子衍生物包括含有包含一級、二級、三級及四級胺之含氮基團與銠及鑌基團，係經由醚或酯鍵附接。陽離子變性，尤其澱粉之三級胺基或四級銨酰化，典型為用 3-氯-2-羥基丙基三甲基銨氯化物、2-二乙基胺基乙基氯化物、環氧化丙基三甲基銨氯化物、3-氯-2-羥基丙基二甲基十二烷基銨氯化物、及 4-氯-2-丁烯基三甲基銨氯化物處理予以製備。將澱粉陽離子變性之方法乃詳知於業界，且可見於例如 Starch Chemistry and Technology, 2 版, Whistler 等, Academic Press, Inc., Orlando (1984) 或 Modified Starches: Properties and Uses, Wurzburg, O.B., CRC Press, Inc., Florida (1986)。

澱粉之陽離子變性須達低取代度 (DS)，約 0.05 至 1.0，較佳為約 0.1 至 0.5，最佳為約 0.1 至 0.3。

一般而言，所需非離子衍化程度在澱粉未變性時較澱粉經變性時為大。

然後，該澱粉可隨意將溶液之 pH 升至約 5 至 9 予以中和。此可以業界已知之任何方法完成，尤其藉由添加胺基甲基丙醇氫氧化鈉、氫氧基鉀、或其他業界已知之鹼。

一般將澱粉溶液過濾以移除雜質，尤其片段澱粉。過濾可以業界已知之任何技術完成，尤其經由矽藻土過濾。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (11)

。然後將變性澱粉在分散之聚合物內製成漿液，並對漿液加工。加工包括蒸煮及乾燥，尤其噴射蒸煮及噴乾，且包括美國專利 5,149,799 號、4,280,851 號、5,188,674 號及 5,571,552 號中揭示之方法，均以指述方式納入本文。

聚丙烯酸尤其交聯聚丙烯酸係以組合物重量之約 0.1-1.0 % 之量使用，以將該頭髮化粧用組合物增稠。聚丙烯酸在業界已知為頭髮化粧用組合物之增稠劑，且可由市面購得如 Carbopol (購自俄州 Cleveland 市 B.F. Goodrich 公司) 。

此外，該系統必須用業界已知之技術予以中和，譬如添加三乙醇胺、2-胺基-2-甲基-1-丙醇及其他有機胺；或氫氧化鈉及其他無機中和劑。

亦可將隨意之習用添加物併入本發明噴髮組合物內，對該組合物提供某些飾變性質。此等添加物包括塑化劑，譬如甘油、二醇及酞酸酯；軟化劑、潤滑劑及浸透劑，譬如羊毛脂化合物；芳香劑及香料；紫外線吸收劑；染料及其他著色劑；耐蝕劑；去黏劑；助梳劑及調理劑；抗靜電劑；中和劑；光澤劑；保存劑；乳化劑；表面活性劑；黏滯度飾變劑；膠凝劑；乳白劑；安定劑；多價螯合劑；螯合劑；珠光劑；及澄清劑。此類添加物常用於前此已知頭髮化粧用組合物內。此等添加物係以小而有效之量存在以完成其等之功能，且一般各佔約 0.1 至 10 重量 %，而全部佔約 0.1 至 20 重量 % (以組合物重量為準) 。

本發明含澱粉護髮組合物亦可與其他提供額外功能利

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (12)

益之變性或未變性澱粉結合。舉例言之，為增稠或流料學變性，用馬鈴薯澱粉之2-氯乙基胺基丙酸衍生物或羥基丙基澱粉磷酸酯之配方可併入造型髮水及髮霜內，而澱粉譬如木薯粉、玉米澱粉、或鋁澱粉辛烯基琥珀酸酯等可用於護髮組合物內作為美學增進劑，以提供更柔軟、平滑之配方。如本文所用，變性澱粉意在無限制包括轉化澱粉、交聯澱粉、乙醯化及有機酯化澱粉、羥基丙基化及羥基乙基化澱粉、磷酸化及無機酯化澱粉、陽離子、陰離子或兩性離子變性澱粉、以及琥珀酸化或取代琥珀酸化澱粉。此等變性澱粉均已知於業界如Wurzburg之Modified Starches : Properties and Uses。特別合宜之變性澱粉包括羥基丙基化澱粉、辛烯基琥珀酸酯衍生物、及2-氯乙基胺基二丙酸衍生物。

在大多數情況下，輸送系統為水。然而，有可能使用約小於15%之少量溶劑。溶劑典型為低分子(C_{1-4})醇，尤其甲醇、乙醇、丙醇、異丙醇、或丁醇。

為製備該頭髮化粧用非霧劑組合物，製備該澱粉在溶劑／水或水中之溶液。然後，可添加任何其他添加物。

頭髮化粧用組合物包括但不限於頭髮固定用組合物及造型助劑，譬如凝膠、噴灑凝膠、及液劑。

本發明含澱粉護髮組合物之一優點為各澱粉均實質上可溶於水。此容許配製成實質上無溶劑之組合物。溶解度具有重要性，因為顆粒物質(亦即未溶解澱粉)之存在破壞組合物之清澈度且可能阻塞泵閥及其他輸送機構，而干

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (13)

擾組合物之輸送。

本發明組合物之另一優點為其等黏滯度較穩定。此確保該護髮組合物在其架置壽命期間保持厚稠。

本發明頭髮化粧用組合物之進一步優點為其等在高相對濕度 (RH) 時不變黏，而不同於許多水基含澱粉頭髮化粧用組合物。

本發明澱粉亦可用於皮膚、口腔及其他頭髮護理應用，譬如洗液、乳霜、防曬品、唇膏、褐皮製品、漱口水、防汗劑、洗髮精、及調理劑。

特別合宜之具體形式包括：

1. 頭髮化粧用組合物，包含：

- (a) 固定有效量之安定化澱粉；
- (b) 約為該組合物重量之 0.1 至 1.0 % 之聚丙烯酸；
- (c) 高至約 15 % 之溶劑；及
- (d) 水。

2. 1 之組合物，其中澱粉約以組合物重量之 0.5 至 15 % 存在。

3. 1 之組合物，其中澱粉約以組合物重量之 2 至 10 % 存在。

4. 1 之組合物，其中澱粉為高直鏈澱粉。

5. 1 之組合物，其中澱粉係用約 1 至 50 % 之非離子性變性用試劑予非離子衍化。

6. 5 之組合物，其中澱粉係用約 5 至 25 % 之非離子性變性用試劑予非離子衍化。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (14)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

7. 1 之組合物，其中澱粉係用一由環氧化、乙酸酐及丁基乙烯酮二聚物予非離子衍化。
8. 7 之組合物，其中澱粉係用環氧化予非離子衍化。
9. 8 之組合物，其中澱粉係用環氧化丙烷予非離子衍化。
10. 1 之組合物，其中澱粉進一步予至少部份水解。
11. 1 之組合物，其中澱粉進一步予陽離子變性。
12. 11 之組合物，其中澱粉係用一含有由胺基、亞胺基、銨、鎓、或鏑所組成集團中選出之基團之試劑予陽離子變性。
13. 11 之組合物，其中澱粉係用一由 3-氯-2-羥基丙基三甲基銨氯化物、2-二乙基胺基乙基氯化物、環氧化丙基三甲基銨氯化物、及 4-氯-2-丁烯基三甲基銨氯化物所組成集團中選出之試劑予以變性。
14. 1 之組合物，尚包含一固定用或調理用聚合物。
15. 14 之組合物，其中固定用或調理用聚合物係由乙酸乙烯酯／巴豆酸酯／乙烯基新癸酸酯共聚物、辛基丙烯醯胺／丙烯酸酯／丁基胺基乙基甲丙烯酸酯共聚物、乙酸乙烯酯／巴豆酸酯、聚乙烯基吡咯酮(PVP)、聚乙烯基吡咯酮／乙酸乙烯酯共聚物、PVP 丙烯酸酯共聚物、乙酸乙烯酯／巴豆酸／丙酸乙烯酯、丙烯酸酯／丙烯醯胺、丙烯酸酯／辛基丙烯醯胺、丙烯酸酯共聚物、丙烯酸酯／羥基丙烯酸酯共聚物、及聚乙烯基甲基醚之烷基酯／順丁烯二

五、發明說明 (16)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

22. 21之組合物，其中額外之澱粉係由羥基丙基化澱粉、辛烯基琥珀酸酯衍生物、及2-氯乙基氨基二丙酸衍生物所組成集團中選出。

23. 18之組合物，尚包含至少一額外之經變性或未經澱粉。

24. 19之組合物，其中額外之澱粉係由羥基丙基化澱粉、辛烯基琥珀酸酯衍生物、及2-氯乙基氨基二丙酸衍生物所組成集團中選出。

25. 頭髮造型方法，包含對頭髮施加1之組合物。

26. 頭髮造型方法，包含對頭髮施加18之組合物。

27. 頭髮造型方法，包含對頭髮施加19之組合物。

28. 頭髮造型方法，包含對頭髮施加20之組合物。

以下實例予提出以進一步例示及解釋本發明，而不應作為任何方面之限制。

實例

各實例中之所有百分比均以重量／重量基礎計算。

實例 1 -- 製備用環氧烷變性之澱粉

a. 製備40%之蠟質種澱粉水液並添加25%硫酸鈉。然後，用3%氫氧化鈉溶液將pH調整成約11.5。用7.5%之環氧丙烷處理澱粉。然後用稀硫酸將pH調整成5.5。

b. 用15%位準之環氧丙烷重複實例1a。

c. 用3%位準之環氧丙烷重複實例1a。

d. 用9%位準之環氧丙烷重複實例1a。

e. 用馬鈴薯澱粉重複實例1d。

五、發明說明 (17)

- f. 用 50% 直鏈玉米澱粉重複實例 1a。
- g. 用 70% 直鏈玉米澱粉重複實例 1b。
- h. 用木薯粉重複實例 1b。
- i. 用 14.4% 環氧丁烷重複實例 1a。
- j. 用馬鈴薯澱粉重複實例 1b。
- k. 用 25% 環氧丙烷重複實例 1g。

實例 2 -- 製備用環氧丙烷變性之水解澱粉

- a. 實例 1a 之澱粉漿用硫酸調整 pH 至 5.5 並蒸煮直到完全膠化為止。然後用 α 澱粉酵素將澱粉水解至漏斗黏滯度約為 30 秒鐘。
- b. 用 70% 直鏈澱粉重複實例 2a。
- c. 重複實例 2a，水解至漏斗黏滯度為 10 秒鐘。
- d. 重複實例 2a，水解至漏斗黏滯度為 60 秒鐘。

實例 3 -- 製備用環氧化及陽離子試劑變性之水解澱粉

- a. 製備 40% 之 Amioca 澱粉水漿。添加 25% 硫酸鈉。添加 3% 氢氧化鈉溶液將 pH 調整成約 11.5。然後用 7.5% 位準之環氧化丙烷處理澱粉。反應後，同時用 3% 氢氧化鈉將 pH 調整成 11.5，並用 2.5% 3-氯-2-羥基丙基三甲基銨氯化物處理。讓漿液反應 10 小時同時保持該 pH。然後用稀氫氯酸溶液將澱粉調整成 pH=5.5 並沖洗。澱粉予蒸煮直到完全膠化為止，讓其冷卻，並經 Celite 過濾。
- b. 用 5% 位準之 3-氯-2-羥基丙基三甲基銨氯化物重複實例 3a。
- c. 製備 40% 之 Amioca 澱粉水漿。添加 25% 硫酸鈉。然後

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (18)

添加 3 % 氢氧化鈉溶液將 pH 調整成約 11.5 °。然後用 7.5 % 位準之環氧丙烷處理澱粉。反應後用硫酸將 pH 調整成 3.5 °。攪拌溶液一小時，然後用 3 % 氢氧化鈉將 pH 調整成 5.5 °。其次，澱粉予蒸煮直到完全膠化為止，並用 α 澱粉酵素水解至漏斗黏滯度為 30 秒鐘。將澱粉蒸煮物冷卻至室溫。添加 6 % 位準之辛烯基琥珀酸酐，同時用 25 % 氢氧化鈉保持 pH 於 7.5 °。讓澱粉反應直到苛性消耗停止為止。然後用稀氯酸溶液將 pH 調整成 5.5 °。於是使澱粉經 Celite 過濾 (Celite 512 為購自 Celite 公司之矽藻土)。

實例 4 -- 澱粉之中和

添加 2-胺基 -2- 甲基 -1- 丙醇將實例 3 之澱粉中和。

實例 5 -- 髮膠之製備

a) 用下列配方及方法將實例 1-4 之澱粉各自製成髮膠。

成份	量 (% 重量 / 重量)
澱粉	3.0
Carbopol ^a	0.6
TEA ^b	0.6
水	95.8

^a Carbopol 為購自俄州 Cleveland 市 B.F. Goodrich 公司之聚丙烯酸

^b TEA 為三乙醇胺

將澱粉溶於 50 克水中並將 TEA 混入直到均勻為止。將

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (19)

聚丙烯酸混入其餘水中形成一溶液。然後，將該澱粉混合物緩慢添加於該聚丙烯酸溶液內並繼續攪拌。

實例 6 -- 本發明澱粉在典範髮膠內之性能

測試實例 5 髮膠之清澈度、黏滯度、及穩定性。用未經變性之蠟質種玉米澱粉製成一對照組。清澈度在 1 至 5 之標度上評等：1 = 清澈、2 = 稍濁、3 = 濁、4 = 極混濁、而 5 = 不透明。用 Brookfield 黏度計測量黏滯度。由凝膠是否增稠至適當之黏滯度測定穩定性。各項結果顯示於下表 I。

表 1

澱粉	清澈度	黏滯度 (c p s)	穩定性
對照組	4.5	70,000-90,000	是
實例 3 c	4	< 70,000	否
實例 1 a	4	70,000-90,000	是
實例 1 b	3	70,000-90,000	是
實例 3 b	4	70,000-90,000	是
實例 3 a	3	70,000-90,000	是
實例 1 i	4	70,000-90,000	是
實例 1 e	4	70,000-90,000	是
實例 1 g	3	70,000-90,000	是
實例 1 k	2	70,000-90,000	是

實例 7 -- 全天然締卷用固定性液劑

成份

重量 %

A 部份：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

去離子水 55.85

(1) 變性馬鈴薯澱粉 1.75

(2) Brij 78 2.00

B 部份：

(3) DC 345 7.50

(4) DC 200 2.50

C 部份：

(5) Lanette 0 1.40

(6) Germall II 1.00

D 部份：

丙二醇 5.00

實例 1g 3.00

E 部份：

去離子水 20.00

100.00

INCI命名

(1) 變性馬鈴薯澱粉 (國民澱粉及化學公司)

(2) Steareth-20 (ICI 表面活性劑公司)

(3) Cyclomethicone (Dow Corning 公司)

(4) Dimethicone (Dow Corning 公司)

(5) 驚硬脂酯 (Henkel公司)

(6) 二唑啶尿素 (Sutton 實驗室公司)

步驟：

將變性馬鈴薯澱粉添加於冷水中並混合 2 分鐘。將澱

A7

B7

五、發明說明 (21)

粉溶液加熱至 80°C，並以中等速率混合。於 80°C 繼續混合 25 分鐘。添加 Brij 78 並混合直到溶解為止。將 B 部份預混並在高速 (8,000-10,000 RPM) 下添加於 A 部份。然後於 80°C 添加 Lanette 0 並混合且添加 Germall II。將 D 部份預混，然後將 E 部份添加於 D 部份並充份混合。將 DE 部份添加於 ABC 部份，並繼續混合約 10-15 分鐘。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱：)

非離子衍化澱粉及其在低揮發性有機化合物
量之含聚丙烯酸頭髮化粧品中之用法

本發明標的為低揮發性有機化合物(VOC)量之含聚丙烯酸頭髮化粧用非霧劑組合物，含有非離子變性澱粉，尤其以環氧化衍化者。該衍化澱粉可予水解，尤其以至少一內生酵素予酵素水解。此外，該澱粉可陽離子變性成具有低取代度。此等澱粉之使用為屬新穎且有利，因其等與聚丙烯酸相容，提供一種具有穩定黏滯度之清澈溶液。此外，所得組合物提供一種不黏結、良好挺度及改良耐濕性之明亮膜。

英文發明摘要(發明之名稱：)

NONIONICALLY DERIVATIZED STARCHES AND THEIR USE IN
LOW VOC, POLYACRYLIC ACID-CONTAINING HAIR COSMETIC

The present invention is directed to a low VOC, non-aerosol, polyacrylic acid containing hair cosmetic compositions which contain nonionically derivatized starches, particularly those derivatized by alkylene oxides. The derivatized starch may be hydrolyzed, particularly enzymatically hydrolyzed by at least one endo-enzyme. In addition, the starch may be cationically modified with a low degree of substitution. Use of such starches is novel and advantageous in that they are compatible with polyacrylic acid, providing a clear, solution with a stable viscosity. Further, the resultant composition provides a clear film which is not tacky, good stiffness, and improved humidity resistance.

(請先閱讀背面之注意事項再填
本頁各欄)

裝
訂
線

公 告 本

申請日期	88.04.00 88.5.25
案 號	88105729
類 別	A61K 7/11

修 正
93A45-11
C4

592722

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 新型		中 文	非離子衍化澱粉及其在低揮發性有機化合物量之含聚丙烯酸頭髮化粧品中之用法
		英 文	NONIONICALLY DERIVATIZED STARCHES AND THEIR USE IN LOW VOC POLYACRYLIC ACID-CONTAINING HAIR COSMETIC COMPOSITIONS
二、發明人 創作		姓 名	1. 馬莉莎維特 2. 馬利亞陶 3. 蓋瑞馬丁諾 4. 丹尼爾索拉瑞 5. 艾恩柯
		國 籍	1. ~ 3. 均為美國 4. 5. 為英國
		住、居所	1. 美國新澤西州普蘭市杭特葛蘭道 1014 號 2. 美國新澤西州芒市林界 40 號 3. 美國新澤西州詹母堡沙丘路 34 號 4. 美國新澤西州貝樂美柏克郡路 79 號 5. 美國新澤西州普林斯頓溫亨路 166 號
三、申請人		姓 名 (名稱)	美商國民澱粉及化學投資控股公司
		國 籍	美國
		住、居所 (事務所)	美國德拉瓦州威明頓第 7663 號郵箱
		代表人 姓 名	約翰希罕

修正

補充

五、發明說明 (10)

該澱粉可用作溶液，或者可藉習用技術譬如桶乾或噴乾法以粉末形式回收。

變性澱粉可進一步與其他固定劑或調理用聚合物攪合或共同加工。此種聚合物可由業界已知之聚合物中選出，譬如乙酸乙烯酯／巴豆酸酯／乙烯基新癸酸酯共聚物、辛基丙烯醯胺／丙烯酸酯／丁基氨基乙基甲丙烯酸酯共聚物、乙酸乙烯酯／巴豆酸酯、聚乙烯基吡咯酮(PVP)、聚乙烯基吡咯酮／乙酸乙烯酯共聚物、PVP丙烯酸酯共聚物、乙酸乙烯酯／巴豆酸／丙酸乙烯酯、丙烯酸酯／丙烯醯胺、丙烯酸酯／辛基丙烯醯胺、丙烯酸酯共聚物、丙烯酸酯／羥基丙烯酸酯共聚物、以及聚乙烯基甲基醚之烷基酯／順丁烯二酸酐、二甘醇／環己二甲醇／異酞酸酯／礦基異酞酸酯共聚物、乙酸乙烯酯／順丁烯二酸丁酯及丙烯酸異冰片酯共聚物、乙烯基己內醯胺／PVP／二甲基氨基乙基甲丙烯酸酯、乙酸乙烯酯／烷基順丁烯二酸酯半酯／N-取代丙烯醯胺三元共聚物、乙烯基己內醯胺／乙烯基吡咯酮／甲丙烯基醯胺基丙基三甲基銨氯化物三元共聚物、甲丙烯酸酯／丙烯酸酯共聚物／胺鹽、聚乙烯基己內醯胺、聚胺基甲酸乙酯、聚夸特寧(polyquaternium)-4、聚夸特寧-10、聚夸特寧-11、聚夸特寧-46、羥基丙基古亞膠、羥基丙基古亞膠羥基丙基三銨氯化物、聚乙烯基甲醯胺、聚夸特寧-7、及羥基丙基三銨氯化物古亞膠，特別為聚乙烯基吡咯酮。

為共同加工該澱粉及該聚合物，將該聚合物溶於水中

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

修正
補充
93年5月1日

五、發明說明 (15)

酸酐、二甘醇／環己二甲醇／異酞酸酯／礦基異酞酸酯共聚物、乙酸乙烯酯／順丁烯二酸丁酯及丙烯酸異冰片酯共聚物、乙烯基己內醯胺／PVP／二甲基胺基乙基甲丙烯酸酯、乙酸乙烯酯／烷基順丁烯二酸酯半酯／N-取代丙烯醯胺三元共聚物、乙烯基己內醯胺／乙烯基吡咯酮／甲丙烯基醯胺基丙基三甲基銨氯化物三元共聚物、甲丙烯酸酯／丙烯酸酯共聚物／胺鹽、聚乙烯基己內醯胺、聚胺基甲酸乙酯、聚夸特寧-4、聚夸特寧-10、聚夸特寧-11、聚夸特寧-46、羥基丙基古亞膠、羥基丙基古亞膠羥基丙基三銨氯化物、聚乙烯基甲醯胺、聚夸特寧-7及羥基丙基三銨氯化物古亞膠所組成集團中選出之聚合物。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

16. 15之組合物，其中聚合物為聚乙烯基吡咯酮。

17. 15之組合物，其中澱粉及聚合物一起製成漿液、蒸煮、及乾燥。

18. 頭髮化粧用組合物，包含：

(a) 固定有效量之環氧丙烷所變性高直鏈澱粉澱粉／聚乙烯基吡咯酮(PVP)混合物，係將變性澱粉與PVP製成漿液、噴射蒸煮及噴乾予以製備；

(b) 高至約15%之溶劑；及

(c) 水。

19. 1之組合物，其中組合物實質上不含溶劑。

20. 18之組合物，其中組合物實質上不含溶劑。

21. 1之組合物，尚包含至少一額外之經變性或未經澱粉。

(93.05.07.修正)

六、申請專利範圍：

93.5.11

1. 一種非霧劑、低揮發性有機化合物量之頭髮化粧用組合物，包含：

(a) 0.5 至 15% 之與一由聚夸特寧 -4、聚夸特寧 -7、聚夸特寧 -10、聚夸特寧 -11、聚夸特寧 -46 及聚乙烯基吡咯酮所組成集團中選出之聚合物相混合之安定化澱粉，其中該澱粉與該聚合物一併製成漿液、蒸煮及乾燥；

(b) 該組合物重量之 0.1 至 1.0 % 之聚丙烯酸；

(c) 高至 15% 之溶劑；及

(d) 水，

其中該安定化澱粉為非離子衍化澱粉。

2. 如申請專利範圍第 1 項之非霧劑、低揮發性有機化合物量之頭髮化粧用組合物，包含：

(a) 0.5 至 15% 之與聚乙烯基吡咯酮相混合之環氧丙烷所變性高直鏈澱粉，係將該變性澱粉與該聚乙烯基吡咯酮製成漿液、噴射蒸煮及噴乾予以製備；

(b) 該組合物重量之 0.1 至 1.0 % 之聚丙烯酸；

(c) 一高至 15% 之溶劑；及

(d) 水。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之非霧劑、低揮發性有機化合物量之頭髮化粧用組合物，其中該澱粉為高直鏈澱粉，並用環氧丙烷予非離子衍化。