

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶



[12] 发明专利申请公开说明书

C11D 17/00
A61K 7/48 C11D 3/38
C11D 3/18

[21] 申请号 95194050.3

[43]公开日 1997年6月18日

[11] 公开号 CN 1152336A

[22]申请日 95.4.18

[30]优先权

[32]94.5.10 [33]US[31]08 / 241,077

[86]国际申请 PCT / US95 / 04580 95.4.18

[87]国际公布 WO95 / 30736 英 95.11.16

[85]进入国家阶段日期 97.1.9

[71]申请人 普罗克特和甘保尔公司

地址 美国俄亥俄州

[72]发明人 谢里·V·考克斯

莫妮卡·埃姆尔科

[74]专利代理机构 柳沈知识产权律师事务所

代理人 巫肖南

权利要求书 3 页 说明书 13 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 含有细颗粒蜡的温和型清洗皂

[57]摘要

本发明涉及一种超温和型皮肤清洗皂，其含有细粒固体蜡颗粒，所述蜡颗粒中 85% 至 100% 尺寸小于 16 微米。优选 90% 至 100% 蜡颗粒尺寸为 0.1 至 15 微米，更优选为 0.1 至 10 微米。本发明的细粒固体蜡颗粒提供比含有较大蜡颗粒的可比的皮肤清洗皂更好的温和性。这些较细的蜡颗粒不反向地影响皂的使用美感例如皂的泡沫。

(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1、一种起泡性皮肤清洗皂组合物，包括有效量的细粒固体蜡颗粒，所述蜡颗粒的至少 85 % 至 100 % 尺寸小于 16 微米。

5 2、根据权利要求 1 的起泡性皮肤清洗皂组合物，其中基于皂重量的 5 份至 50 份是所述的细粒固体蜡，所述蜡颗粒的 90 % 至 100 % 小于 16 微米；和其中所述细粒固体蜡选自蜂蜡、鲸蜡、巴西棕榈蜡、月桂子蜡、小烛树蜡、褐煤蜡、地蜡、纯地蜡、石蜡、合成蜡、微晶蜡、和其混合物。

10 3、根据权利要求 2 的起泡性皮肤清洗皂组合物，其中所述蜡颗粒的 90 % 至 100 % 尺寸为 0.1 至 15 微米。

4、根据权利要求 2 的起泡性皮肤清洗皂组合物，其中所述蜡颗粒的 90 % 至 100 % 尺寸为 0.2 至 10 微米；和其中所述蜡是石蜡。

15 5、根据权利要求 1 的起泡性皮肤清洗皂组合物，其中所述皂含有： 20 份至 90 份起泡性表面活性剂， 10 份至 50 份增塑剂，所述增塑剂中至少 5 份是所述的细粒固体蜡；和其中所述皂含有 3 份至 30 份粘合剂。

6、根据权利要求 1 的起泡性皮肤清洗皂组合物，其中所述皂含有(按皂的重量计)：

A、 5 份至 50 份所述的细粒蜡，所述蜡的熔点为 105°F/41 °C 至 180°F/82 °C；

20 B、 0 份至 40 份基本上饱和的长链(C₁₅ - C₂₂ 烷基)合成表面活性剂，所述表面活性剂选自烷基硫酸盐、烷基肌氨酸盐、烷基甘油醚磺酸盐及其混合物；

C、 10 份至 70 份酰基羟乙基磺酸钠；

25 D、 0 份至 60 份起泡性温和型合成表面活性剂；和其中所述起泡性温和型合成表面活性剂选自甲基酰基牛磺酸盐、N - 酰基谷氨酸盐、烷基磺基琥珀酸盐、烷基磷酸酯、乙氧基化烷基磷酸酯、十三烷基聚氧乙烯醚硫酸盐(trideceth sulfates)、乙氧基化烷基硫酸盐和烷基氧化胺、甜菜碱、磺基甜菜碱、C₁₂ - C₁₄ 烷基甘油醚磺酸盐、C₁₂ - C₁₈ 酰基肌氨酸盐及其混合物；

E、 0 份至 35 份脂肪酸；

30 F、 0 份至 25 份钠皂；

G、 0 份至 15 份羟乙基磺酸钠；

- H、0份至5份氯化钠;
- I、3份至30份所述水; 和
- J、0份至5份聚合物;
- K、0份至2份香料;
- 5 L、0份至5份 Na_2SO_4 ;
- M、0份至50份镁皂; 和

其中当所述酰基羟乙基磺酸钠的含量为10份至20份时; 所述起泡性温和型表面活性剂为至少20份; 和其中所述皂含有至少10份选自所述钠皂、所述脂肪酸或所述细粒蜡或其混合物。

- 10 7、根据权利要求5的起泡性皮肤清洗皂, 其中所述皂含有20份至50份(非合成表面活性剂)增塑剂在皂配方中, 所述增塑剂在室温下为固体且在 95°F 至 115°F (35°C 至 46°C)下可压制。

8、根据权利要求1的起泡性皮肤清洗皂, 其中所述皂含有:

- A、5份至30份所述的细粒蜡, 所述蜡的熔点为 130°F / 54°C 至 180°F / 82°C ;

B、15份至60份拔顶蒸馏的椰子油酰基羟乙基磺酸钠;

- C、15份至50份起泡性温和型合成表面活性剂; 和其中所述起泡性温和型合成表面活性剂选自甲基酰基牛磺酸盐、N-酰基谷氨酸盐、烷基磺基琥珀酸盐、烷基磷酸酯、乙氧基化烷基磷酸酯、十三烷基聚氧乙烯醚硫酸盐 (trideceth sulfates)、乙氧基化烷基硫酸盐和烷基氧化胺、甜菜碱、磺基甜菜碱、 $\text{C}_{12} - \text{C}_{14}$ 烷基甘油醚磺酸盐、 $\text{C}_{12} - \text{C}_{18}$ 酰基肌氨酸盐及其混合物;

D、2份至25份脂肪酸;

E、1份至15份钠皂;

F、4份至30份镁皂;

- 25 G、1份至10份羟乙基磺酸钠;

H、0.1份至3份氯化钠;

I、4份至15份所述水;

J、0份至5份阳离子聚合物;

K、0.5份至1.5份香料; 和

- 30 其中所述皂的pH为4.0至9.0; 和其中所述皂含有至少20份选自所述钠皂、镁皂、脂肪酸或其混合物, 其中至少5份脂肪酸是所述细粒蜡。

9、一种起泡性皮肤清洗组合物，包括：有效量的细粒蜡颗粒，其中 90 % 至 100 % 尺寸小于 16 微米；有效量的起泡性表面活性剂；和有效量的水。

10、根据权利要求 9 的起泡性皮肤清洗组合物，其中所述组合物是一种皂，包括：17 份酰基羟乙基磺酸钠；17 份烷基甘油醚磺酸钠；3 份钠皂；5 份 17 份镁皂；3 份游离脂肪酸；17 份石蜡；5 份羟乙基磺酸钠；4 份甘油；2 份电解质；1 份香料；和 6 份水；

和其中所述石蜡在所述皂中作为至少 85 % 尺寸小于 16 微米的颗粒存在。

11、根据权利要求 9 的起泡性皮肤清洗组合物，其中所述组合物是一种皂，包括：23 份酰基羟乙基磺酸钠；23 份烷基甘油醚磺酸钠；10 份钠皂；4 份镁皂；1 份游离脂肪酸；28 份石蜡；1 份羟乙基磺酸钠；4 份甘油；2 份电解质；1 份香料；和 6 份水；

和其中所述石蜡在所述皂中作为至少 85 % 尺寸小于 16 微米的颗粒存在。

说明书

含有细颗粒蜡的温和型清洗皂

5 本发明涉及含有固体蜡的皮肤清洗用品(personal cleaning products)。

本发明涉及改进的温和型皮肤清洗皂。用表面活性的清洗制品清洗皮肤已成为关注的焦点。很多个每天用各种表面活性的制品清洗和剥落他们的皮肤数次。理想的皮肤清洗剂应温和地清洁皮肤，很少或不引起刺激，经常使用后不会使皮肤脱脂和过干或使皮肤绷紧。大多数起泡性肥皂包括液体和皂
10 块均在这方面不足。

块状合成洗涤剂 - 通常称为“复方皂”和/或“块状合成洗涤剂”(syndet bars)为公知并日益普及。然而，普遍用块状合成洗涤剂替代皂条迄今还不可能，有各种原因，主要是因为与皂条相比块状合成洗涤剂的物理性能较差，例如，油迹(涂抹，smear)或污斑，臭味、加工性能差、粘性、脆性、泡沫质
15 量或其组合。

本发明的目的之一是在不削弱良好的起泡性的情况下提供一种超温和型皮肤清洗皂。本发明的另一目的是在不削弱温和性的情况下提供一种起泡性好的皂。本发明的其它目的将在以下的公开中体现。

本发明包括一种超温和型皮肤清洗皂，其含有固体蜡颗粒，固体蜡颗粒
20 中 85 % - 100 % 小于 16 微米。蜡颗粒的尺寸优选为 0.1 - 15 微米，更优选为 0.1 - 10 微米。本发明的较细颗粒的固体蜡比类似的含有较大蜡颗粒的皮肤清洗皂的温和性更好。这些较细的蜡颗粒不反向影响皂在使用时的美感，例如皂的泡沫。

本发明包括一种皮肤清洗用品，其含有比以前使用的更细的固体蜡颗粒，特别是如本文所公开的温和型皮肤清洗皂。本发明提供比现有技术的含有较粗蜡颗粒的皮肤清洗皂更好的温和性。本发明的这些较细的蜡颗粒不反向影响皂在使用时的美感，例如皂的泡沫。
25

本发明包括一种含有固体蜡颗粒的皮肤清洗皂，固体蜡颗粒中 85 % 小于 16 微米。优选 90 % 小于 16 微米。蜡颗粒的尺寸优选为 0.1 - 15 微米，
30 更优选为 0.2 - 10 微米。

本发明的皂可用几种方法制备。优选的方法包括在升温(大于 120 ° F/49

℃)和湿度(大于 20 % 湿度)下混合熔化和/或溶解的组分。加工方法包括常压闪蒸或真空干燥,接着进行传统的研磨/压条操作;常压闪蒸或真空干燥,接着通过刮壁式换热器(scraped wall heat exchanger)(也称为制冷器),或进行传统的冷板成型操作(framing operation)。

5 本发明的一般组合物包括三种关键组分:起泡性表面活性剂、增塑剂和粘合剂。在起作用的范围内这些组分的某些上下限以基于皂的重量份数示于下面的表 A 中。

本文所用和下文进一步限定的术语“起泡性表面活性剂”意指泡沫好于长链 C₁₆ - C₁₈ 烷基硫酸钠的表面活性剂。

10 本文所用术语“增塑剂”意指在室温下为固体、但在 35 °C - 46 °C (95 °F - 115 °F) 的压条加工温度下可压制的任何材料。这是增塑剂的温度。至少 5 份(基于皂的重量)为所述的固体蜡。

15 本文所用术语“粘合剂”意指在室温下本身为液体并选自水和液态多元醇的任何材料。水和液态多元醇的比例可为 20:1 至 1:5; 或 5:1 至 1:3 或 2:1 至 1:2。它们在皂中的含量为 3 - 30 份,水为 3 - 30 份,多元醇为 0 - 15 份等。

表 A

关键组分 * * *

关键组分	上限	下限	注解
20 起泡性表面活性剂 - 脆性	脆性	起泡	假设相对增塑剂比较评定
20 至 90 份	70 - 90 份	20 - 30 份	
增塑剂 - 10 至 50 份*	起泡	脆性	
15 粘合剂**	粘性, 油迹	脆性, 起泡	

25 *增塑剂由固态脂族物质例如脂肪酸、脂肪醇、石蜡、其它蜡、甘油单酸酯、甘油二酸酯、甘油三酸酯、碱性皂; 或高分子量(固态)亲水性物质例如聚乙二醇、聚丙二醇; 淀粉, 糖和/或其混合物组成。

**粘合剂包括水和低分子量(液态)物质, 例如液态多元醇。

30 ***参考表 A, 当表面活性剂的含量低时, 即 20 至 30 份(基于皂的重量), 合成的表面活性剂与其它起泡性皂(Lathering soap)的比例优选为 1:2 至 1:8; 优选为 1:3 至 1:6。此比例是提供可接受的皂的泡沫所必需的。参考表 A, 当表面活性剂的含量高时, 即 70 至 90 份, 其与增塑剂(塑性物质)的比例优

选为 1.4:1 至 9:1。此比例是避免不可接受的脆性所必须的。

本发明的一些关键组分以基于皂重量份数概括在表 B 中。

表 B

	组分(份)*	全范围	优选	更优选
5	A、酰基羟乙基磺酸钠	0 - 70	10 - 60	15 - 50
	B、烷基甘油醚磺酸钠	0 - 70	5 - 50	10 - 40
	C、酰基肌氨酸钠	0 - 25	1 - 20	2 - 15
	D、十六/十八烷基 (cetearyl)硫酸钠	0 - 50	1 - 45	2 - 40
10	E、钠皂	0 - 25	1 - 20	2 - 15
	F、镁皂	0 - 50	1 - 30	2 - 25
	G、脂肪酸	0 - 35	0.5 - 25	1 或 2 - 20
	H、石蜡	5 - 50	5 - 45	5 - 30 或 40
	I、NaCl	0 - 5	0.1 - 3	0.2 - 2
15	J、Na ₂ SO ₄	0 - 5	0.1 - 3	0.2 - 2
	K、羟乙磺酸钠	0 - 15	0.1 - 10	0.2 - 8
	L、水	3 - 30	4 - 20	5 - 10
	M、香料	0 - 2	0.5 - 1.5	0.8 - 1.2
	N、甘油	0 - 15	1 - 12	2 - 10

20 *酰基羟乙基磺酸钠(STCI)是一种温和型起泡性合成表面活性剂。一种优选的 SCI 是本文中定义为“拔顶椰子油羟乙基磺酸钠”的“STCI”，其进一步定义为有烷基碳链的 SCI，含有 0% - 4% 的高溶解性的酰基(C6, C8, C10, C18:1 和 C18:2); 45 - 65% 的 C12 和 30 - 55% 的 C14, C16, C18。本文中除非另有说明，术语 SCI 和 STCI 可互换使用。

25 烷基甘油醚磺酸钠是一种温和型起泡性合成表面活性剂。它由椰子油脂肪醇制备。十六/十八烷基硫酸钠是一种非污垢负载填料和加工助剂。镁皂是一种非污垢负载填料和加工助剂。钠皂是一种增泡剂和加工助剂。脂肪酸是一种增塑剂。石蜡是一种增塑剂。氯化钠提供皂的硬度并改善皂的油迹。硫酸钠提供皂的硬度并改善皂的油迹。羟乙磺酸钠提供硬度并改善皂的油迹。水是一种粘合剂。香料是一种粘合剂并改善气味。甘油是一种粘合剂。

30 优选的皂在 1 份水溶液中的 pH 为 4 - 10。优选的 pH 为 5 - 9，更优

选为 6 - 8。

本文中的百分率、比率、和份数除非另有说明均是基于组合物的总重量。本文中的含量和范围除非另有说明均为近似值。本文中的组分的含量除非另有说明均基于“固体”表示，所有非水组分加在一起。

- 5 应声明由细颗粒蜡改善了温和性的本发明的皮肤清洗组合物不限于条形。也可配制成含有所述细粒固体蜡颗粒的液体和膏。因此，本发明的应用适用于皮肤清洗液和膏。

细颗粒蜡

- 10 本发明的关键是细颗粒蜡。至少 85 % - 100 % 的蜡颗粒的尺寸小于 16 微米是重要的。此小尺寸可以各种不同的方法实现。优选的方法是：将蜡以熔化的形式乳化在水状表面活性剂环境中，然后迅速冷却以使蜡颗粒在特定的颗粒尺寸范围内结晶。

- 15 不受理论的约束，据推理细粒固体蜡通过给将分配其中的表面活性剂提供大量表面积而改善产品的温和性。此分配减少了沉积在皮肤上的表面活性剂的量和种类，从而产生比不存在细粒固体蜡较小的损害。还推理此细粒固体蜡加表面活性剂的系统通过增加泡膜的粘度改善泡沫。

估计蜡的颗粒尺寸的方法

- 20 蜡的颗粒尺寸用 Horiba LA - 900 衍射型分析仪测量。用三个分开的检测器测量颗粒侧面、前面、和后面的散射。这可用于 0.05 - 1000 微米范围内的颗粒尺寸的测量。Mie 散射理论用作散射光的响应函数。(1)颗粒在入射区中振荡并产生一散射区。颗粒的磁和电的多极力矩影响散射区。(2)

(1)Horiba LA - 900 Instruction Manual, Horiba Instruments Incorporated, Irvine. California. 1991, Appendix p.11.

- 25 (2)Becher, Paul. Editor. Encyclopedia of Emulsion Technology, Vol. 1, Marcel, Dekker, N. Y., 1984, pp. 458 - 459.

- 30 用 2.5 份产品皂材料和 97.5 份自来水制备皮肤清洗乳液。该乳液是在低于蜡颗粒的熔化温度的恒温下的搅拌的烧杯中制备的。制备乳液的温度典型地在 100 ° F 和 120 ° F (38 - 49 ° C) 之间，这取决于所选蜡的熔点。乳液在室温下储存至少 2 天(如果乳液分层并形成上层相(据分析技术如 X - 射线衍射测定上层相主要由蜡组成)，则再在试验之前通过搅拌使乳液的上层相再与乳液的连续相混合)。用 Horiba LA - 900 在透射率为 90 % 下定量地测量乳

液中固体蜡的颗粒尺寸。对试样进行声处理以分散任何聚集体，从而可测定各颗粒的尺寸。基于 Horiba Volume Method(平均体积的直径)评估颗粒的尺寸。

蜡和其它关键的增塑剂

5 本发明优选的增塑剂如下：(1)脂肪酸；(2)细粒蜡，优选石蜡。本发明的皂可含有 10 - 50 份；更优选 20 - 45 份；最优选 30 - 40 份选自以下组的塑性物质，所述组由游离脂肪酸、蜡、镁皂、其它增塑剂或其混合物组成。

本发明所用的理想的脂肪酸物质包括烃链长在 10 - 22 范围内的基本上饱和的物质。这些脂肪酸可以是高度纯化的单个链长和/或原油混合物如由脂肪和油衍生的。工业术语“三硬脂酸”包括 45 % 的硬脂酸和 55 % 的棕榈酸。因此，这是其在本文中使用的意思。

“不溶性”皂例如镁皂和锌皂不包括在组合物定义中“钠皂”的含量内。然而，不溶性皂可用作非起泡性、非污垢负载稀释剂和加工助剂。

15 所述蜡选自蜂蜡、鲸蜡、巴西棕榈蜡、月桂子蜡、小烛树蜡、褐煤蜡、地蜡、纯地蜡、石蜡、合成蜡如 Fisher - Tropsch 蜡、微晶蜡、和其混合物。

本发明最优选的组分是蜡，优选石蜡，其熔点(M.P.)为 105 ° F - 180 ° F (54 - 82 ° C)，优选 120 ° F - 170 ° F (60 - 74 ° C)，和最优选 130 ° F - 160 ° F (61 - 71 ° C)。“高熔点”石蜡是熔点为 150 - 160 ° F (66 - 71 ° C) 的石蜡。“低熔点”石蜡是熔点为 130 - 140 ° F (54 - 60 ° C) 的石蜡。优选的石蜡是无气味、无味道并满足作为用于食品的涂层和食品包装的 FDA 要求的完全精制的石油蜡。这种石蜡很易商购到。例如，一种非常适用的石蜡可从 The National Wax Co. 以商品名 6975 得到。

25 细粒蜡，优选石蜡，在皂中的含量在 5 份 - 50 份(重量)的范围内。该蜡成分用于产品中以赋予皮肤温和性、塑性、固性和加工性能。还为皂提供光泽的外观和平滑感。

定义的表面活性剂

本文所用和下文进一步限定的术语“起泡性表面活性剂”意指泡沫比长链 C16 - C18 烷基硫酸钠好的表面活性剂。

30 组合物可包括由长度约 10 - 22(包括羧基的碳)的烃链衍生的并优选被饱和的皂。所述皂优选为钠皂，但其它皂也可使用。认为钾、铵、三乙醇铵、和其混合物是可接受的。所述皂优选通过相应脂肪酸就地皂化或用卤盐离子

交换而制备，但它们也可作为预制的皂加入。一些或全部皂优选与阳离子聚合物或聚合物(当使用聚合物时)预复合。

5 羟乙基磺酸盐、肌氨酸盐、和甘油醚磺酸盐可以是纯链长的变体或从工业油如椰子油衍生的。此处，月桂基链长应优选占所给温和型表面活性剂的至少 20% - 100% (重)。

一般的表面活性剂的其它许多实例公开在本文引入作参考的专利中。它们包括有限量的阴离子酰基肌氨酸盐、甲基酰基牛磺酸盐、N-酰基谷氨酸盐、烷基磺基琥珀酸盐、烷基磷酸酯、乙氧基化烷基磷酸酯、十三烷基聚氧
10 乙烯醚硫酸盐(trideceth sulfates)、蛋白质缩合物、乙氧基化烷基硫酸盐和烷基氧化胺的混合物、甜菜碱、磺基甜菜碱、及其混合物。包括在此表面活性剂中的是有 1 - 12 个乙氧基的烷基醚硫酸盐，特别是月桂基醚硫酸铵和钠。用于这些表面活性剂的烷基链是 $C_8 - C_{22}$ ，优选 $C_{10} - C_{18}$ 。烷基葡糖苷和甲基葡糖苷酯是优选的非离子表面活性剂，其可与本发明组合物中的其它温和型阴离子或两性表面活性剂混合。

15 本发明的皂可有 0 - 10 份高起泡性、非温和的表面活性剂，而仍保持皂的优选的温和性要求。这些表面活性剂的例子包括直链烷基苯磺酸盐和短链或传统的(椰子)烷基硫酸盐。

一种优选的块状合成洗涤剂可含有拔顶蒸馏的 $C_{12} - C_{18}$ 椰子油酰基(cocoyl)羟乙基磺酸盐(STCI)和直链烷基苯磺酸钠的混合物，其比例为 35:1 至
20 15:1，优选 30:1 至 20:1。

粘合剂

本发明含有水并可含有液态水溶性脂族多元醇或聚乙二醇或聚丙二醇。多元醇可为饱和的或含有烯键；它必须有至少两个与链中不同的碳原子相连的醇基，且必须是水溶性的和在室温下为液态。如需要，该化合物可有
25 与链中每个碳原子相连的一个醇基。在这些化合物中，乙二醇、丙二醇和甘油是有效的。优选的多元醇是二丙二醇，其有效量为低至 0.1 至 0.25 份(重)，优选 0.5 至 5 份，更优选 0.5 至 2 份。

本发明所用的水溶性聚乙二醇或水溶性聚丙二醇是通过缩合乙二醇分子或丙二醇分子形成有端羟基的高分子量的醚而生产的产品。聚乙二醇化合物可包括二乙二醇至分子量高至 800 的聚乙二醇。一般地，分子量最高至 800
30 的聚乙二醇为液体并完全溶于水。当聚乙二醇的分子量增加超过 800 时，它

们变为固体且几乎不水溶性。本发明所用的聚丙二醇化合物可包括二丙二醇至分子量为 2000 的聚丙二醇。这些化合物在室温下一般为液体且易溶于水。

其它成分

本发明优选的皂可包括其它清洗皂成分。例如，可含有 0 - 5 份，优选 5 0.3 - 1 份适合地快速水合的阳离子聚合物。优选聚合物的分子量为 1,000 - 5,000,000。

选择其它成分用于各种用途。例如，香料可用于配制皮肤清洗用品，其含量一般为组合物 0.1 - 1.5 份。可加入植物油如花生油和豆油，含量最多至 10 份，优选 2 - 6 份。醇，水溶助长剂，着色剂，和填料如滑石、粘土、碳酸钙、油和糊精也可以合适的量使用。防腐剂例如 trisodium etidronate 和乙二胺四乙酸(EDTA)钠可加入清洗用品中以防止颜色和气味退化，其含量一般低于组合物的 1 份。也可掺入抗菌剂，含量通常最多 1.5 份。可掺入有机和无机盐。实例包括氯化钠、羟乙基磺酸钠、硫酸钠、和它们的等同物。 10

组合物还可含有效量 - 即控制气味的量的各种附加的沸石和控制气味的非沸石材料，以进一步扩大它们控制气味的能力，及被控制气味类型的范围。这种材料包括例如十六烷基氯化吡啶、氯化锌、EDTA、etidronate、BHT 等。 15

以下专利公开或涉及可用于本发明皂的试验方法、制备方法、成分和配方，本文引入供参考：US5,204,014，4/10/93 授予 Dunbar 等； 20 US5,211,870，5/18/93 授予 Cox 等；US5,294,363，3/15/94 授予 Dunbar 等；US4,812,253，3/14/89 授予 Small 等；US4,820,447，4/11/89 授予 Medcalf 等；US4,954,282，9/4/90 授予 Rys 等；和 US5,154,849，10/13/92 授予 Visscher 等。

皂的制备方法

25 搅和(A、B 和 C 为可交替的步骤)

A、1、如使用，加入熔化的十六烷基/十八烷基(cetearyl)硫酸盐，和/或 AGS(50 - 57 °C)；开始搅拌。

2、如使用，加入 NaCl，然后 TiO₂，然后 EDTA，然后 etidronate，然后沸石，在搅拌下使搅和机中的混合物达到 85 °C。

30 3、加入预先测量过的碱和 Mg(OH)₂(如使用)，继续充分混合。

4、在加入剩余成分之前蒸汽喷雾至 85 °C。

5、加入脂肪酸，在 85 °C 下混合 5 - 10 分钟。

6、加入石蜡、酰基羟乙基磺酸盐、SI，在保持混合物的温度在 85 °C 的同时，继续混合约 15 - 30 分钟。

7、如使用，在连续搅拌下加入甘油和/植物油。

5 B、1、加入石蜡、酰基羟乙基磺酸盐、SI，在保持混合物的温度在 85 °C 的同时开始搅拌。

2、如使用，加入熔化的十六烷基/十八烷基(cetearyl)硫酸盐，和/或 AGS(50 - 57 °C)，保持搅拌和回流。

10 3、如使用，加入 NaCl，然后 TiO₂，然后 EDTA，然后 etidronate，然后沸石，在搅拌和蒸汽喷射下在 85 °C 范围内增加温度。

4、加入预先测量过的碱和 Mg(OH)₂(如使用)，继续充分混合。

5、加入需要的脂肪酸并在 85 °C 下再混合 10 分钟。检验搅和机批料的均匀性。

6、如使用，在不断搅拌下加入甘油和/植物油。

15 C、1、如使用，将熔化的十六烷基/十八烷基(cetearyl)硫酸盐，AGS(50 - 57 °C)加入搅和机并开始搅拌。

2、加入石蜡、拔顶酰基羟乙基磺酸钠、羟乙基磺酸钠(SI)，继续搅拌混合并开始回流。

20 3、如使用，加入 NaCl，然后 TiO₂，然后 EDTA，然后 etidronate，然后沸石，在搅拌、回流和蒸汽喷射下使温度升至 85 °C。

4、加入预先测量过的碱和 Mg(OH)₂(如使用)，继续充分混合。

5、加入需要的脂肪酸并在 85 °C 下再混合 10 分钟。检验搅和机批料的均匀性并继续混合至没有流体和块。

6、如使用，在连续搅拌下缓慢地加入甘油和/植物油。

25 有助于制备细粒蜡(石蜡)的技术

蜡的乳化可在加工中任何适当的点使用。可使用高剪切的混合机、搅和机搅拌等。此外，也可采用有助于细粒蜡乳化的预混和添加次序。例如，蜡与脂肪酸和/或脂肪醇预混将有助于细粒蜡的乳化。

30 干燥: 搅和机中的混合物可用组合的闪蒸室和冷却辊或冷却带干燥和冷却。搅和机中的混合物首先通过换热器加热至约 265 - 275 ° F(130 - 135 °C)，然后在冷却辊或冷却带之上的室中闪蒸干燥。冷却辊或冷却带提供均匀

的、薄的冷(85 - 95°F, 29 - 35 °C)的薄片或碎片形式的产品。用于该薄片的典型水含量为 3 - 15 份, 优选 5 - 10 份。

拌和: 将所述薄片称重并加入间歇式拌和机中, 以得到均匀的薄片尺寸和可加入薄片混合物(合成洗涤剂或皂)的添加剂的一系列混合物。

5 研磨: 设置三辊研磨机, 其中第一辊在 120°F(49 °C)第二辊在 100°F (38 °C), 和最后一辊在 68°F (20 °C)。使物料通过该研磨机数次以提供香料与干燥的薄片的均匀混合物。研制物料的温度典型地在 44 - 54 °C。

10 压条和印模: 压条机的筒温设在 115°F (46 °C), 喷嘴温度设在 114 - 122°F (45-50 °C)。理想的压条机是二极压条机, 允许使用的真空度为 15 - 25 英寸 (38 - 64cm)Hg 柱。芯棒应切成 5 英寸(13cm)的段并使用压模液如乙醇(如适合)用冷模块印模。

15 皂的评估: 产品皂性能例如温和性和起泡性等的实验室评估技术在文献中有述。参见 US5,204,014, 4/10/93 授予 Dunbar 等; US5,211,870, 5/18/93 授予 Cox 等; US5,294,363, 3/15/94 授予 Dunbar 等; US4,812,253, 3/14/89 授予 Small 等; 和 US4,820,447, 4/11/89 授予 Medcalf 等。

实施例和配方

20 以下实施例和配方用于说明, 而不用于限制本发明的范围。制备皮肤清洗皂的方法公知的。除非另有说明, 本文所用的所有含量和范围、温度、结果等均是近似值。因此, 百分率不必须加至 100 份。所有组分的含量均是基于重量的百分率。

表 C

组分	C.E.1	Ex.7	E.E.3	Ex.4	Ex.5
酰基羟乙基磺酸钠	50	--	17	17	28
烷基甘油醚磺酸钠 1	--	34	17	17	16
25 直链烷基苯磺酸钠	2	--	--	--	--
钠皂	12	5	5	3	4
镁皂		17	17	17	10
游离脂肪酸	25	9	9	3	4
石蜡	--	17	17	17	17
30 羟乙基磺酸钠	6	1	1	5	3
甘油	--	4	4	4	8

	电解质 2	1	2	2	2	2
	香料	1	1	1	1	1
	水	5	5	5	6	6
	其它	余量	余量	余量	余量	余量
5	皂/脂肪酸链长(% C12)	25	30	30	30	29
	<u>皂的特性 - 泡沫</u>					
	快速污垢泡沫	3.0	1.0	2.0	3.0	3.0
	最终污垢泡沫	4.5	2.0	3.0	4.5	4.5
	耐磨度(g/rub)	0.17	0.13	0.13	0.15	0.18
10	蜡(石蜡)的百分率	0	0	42	3	10
	大于 16 μ m					
	<u>临床温和性</u>					
	与 C.E.1 之差(p - 值)					
	干度	-	-0.25	0.07	-0.28	-0.20
15			(0.05)	(0.63)	(0.01)	(0.05)
	红度	-	-0.07	0.05	-0.18	-0.05
			(0.65)	(0.66)	(0.10)	(0.64)

1、除 C.E.1 和 C.E.2 之外，所有实施例均含有拔顶椰子油羟基乙基磺酸钠。

20 2、Na₂SO₄ 和 NaCl。

对比例 1(C.E.1)

对比例 1(C.E.1)是市场上出售的皮肤清洗皂。它主要由酰基羟乙基磺酸钠、脂肪酸和皂组成。它不含有本发明的固体蜡。它有可接受的泡沫等级 3.0/4.5。所有温和性均以 C.E.1 为参考基准。C.E.1 和 C.E.9 是温和型皂的标准。它们的温和度相等。

25

实施例 2 与实验的实施例 3 比较

这些实施例说明具有固体蜡的较细尺寸分布温和性增强。这些实施例还表明烷基甘油醚磺酸钠比酰基羟乙基磺酸钠更有助于这些颗粒的形成。

30 实施例 2(Ex.2)是烷基甘油醚磺酸盐(AGS)基皮肤清洗皂。它含有高含量的 AGS(34 份)、镁皂(17 份)和石蜡(17 份)。至少 90 % 的蜡颗粒尺寸在 0.1 - 1.6 微米之间。没有蜡颗粒的尺寸大于 16 微米。在临床温和性试验中，其干

度比 C.E.1 小 0.25 单位, 红度比 C.E.1 小 0.07 单位。p - 值小于或等于 0.10 的干度结果是显著的。

实验的实施例 3(E.E. 3)组成与实施例 2 相似, 但有 17 份酰基羟乙基磺酸钠代替 17 份烷基甘油醚磺酸钠。多于 40 % 的蜡颗粒尺寸大于 16 微米。实验的实施例 3 中的蜡颗粒大于实施例 2。实验的实施例 3 的干度比 C.E.1 大 0.07 单位, 红度比 C.E.1 大 0.05 单位。p - 值小于 0.10 的这些结果不是显著的。E.E.3 有比 Ex.2 大的蜡颗粒, 和显著降低的温和性。

实施例 4 与实施例 5 比较

这些实施例也说明温和性随固体蜡尺寸的减小而增强。这些实施例还表明镁皂比酰基羟乙基磺酸钠更有助于形成这些较细的石蜡颗粒。

实施例 4 是烷基甘油醚磺酸盐(AGS)/酰基羟乙基磺酸盐基皮肤清洗皂。它含有高含量的 AGS(17 份)、酰基羟乙基磺酸钠(17 份)、镁皂(17 份)和石蜡(17 份)。其泡沫等级为 3.0/4.5。至少 90 % 的蜡颗粒尺寸在 0.2 - 7.3 微米之间。仅有 3 % 的蜡颗粒的尺寸大于 16 微米。在临床温和性试验中, 其干度比 C.E.1 小 0.28 单位, 红度比 C.E.1 小 0.18 单位。p - 值小于或等于 0.10 的两个结果是显著的。

实施例 5 组成与实施例 4 相似, 但有更多的酰基羟乙基磺酸钠(28 份对实施例 4 中的 17 份酰基羟乙基磺酸盐)和更少的镁皂(10 份对实施例 4 中的 17 份镁皂)。其泡沫等级为 3.0/4.5。至少 90 % 的蜡颗粒尺寸在 1.3 - 12.9 微米之间, 比实施例 4 中的颗粒大。仅有 10 % 的蜡颗粒的尺寸大于 16 微米。实施例 5 的干度比 C.E.1 小 0.20 单位, 红度比 C.E.1 小 0.05 单位。p - 值小于 0.10 的干度结果是显著的。

根据温和性和泡沫, 实施例 4 是所有皂中最好的。

表 D

组分	E.E.6	Ex.7	Ex.8	C.E.9
酰基羟乙基磺酸钠	23	23	18	53
烷基甘油醚磺酸钠	23	23	18	--
钠皂	10	10	2	5
镁皂	4	4	18	
游离脂肪酸	1	1	5	10
石蜡	28	28	18	9

	羟乙基磺酸钠	1	1	1	5
	甘油	4	4	4	
	电解质	2	2	2	1
	香料	1	1	1	1
5	水	6	6	7	6
	十六烷基/十八烷基硫酸钠	--	--	--	10
	其它	余量	余量	余量	余量
	皂/脂肪酸链长(% C12)	20	20	75	
	皂的特性 - 泡沫				
10	快速污垢泡沫	3.0	3.5	1.5	2.5
	最终污垢泡沫	5.0	5.0	1.5	3.0
	耐磨度(g/rub)	0.25	0.19	0.14	0.22
	蜡(石蜡)的百分率				
	大于 16 μ m	16	10	5	24
15	临床温和性				
	与 C.E.1 之差(p - 值)				
	干度	0.11	-0.18	-0.28	0.02
		(0.37)	(0.10)	(0.01)	(0.90)
	红度	0.02	-0.32	-0.12	0.02
20		(0.83)	(0.05)	(0.29)	(0.93)

实验的实施例 6 与实施例 7 比较

这些实施例说明通过在特定的范围内增加细粒固体蜡的量增强温和性。这些实施例表明搅和机的混合时间越长越有助于细颗粒的形成，因而改善产品皂的温和性。

25 实验实施例 6(E.E.6)的泡沫等级为 3.0/5.0。干燥和冷却之间搅和机的混合时间为 1 小时。太多的石蜡颗粒(16 %)在 16 微米以上。它定向地比 C.E.1 粗糙，在临床温和性试验中，其干度比 C.E.1 大 0.11 单位，红度比 C.E.1 大 0.02 单位。

30 E.E.6 和实施例 7(Ex.7)的组成相同；但实施例 7 混合 4 小时，而 E.E.6 混合仅 1 小时。实施例 7 的泡沫等级为 3.5/5.0。至少 90 % 的蜡颗粒尺寸在 0.1 - 14.7 微米之间。实施例 7 仅有 10 % 的蜡颗粒的尺寸大于 16 微米。实

施例 7 的干度比 C.E.1 小 0.18 单位, 红度比 C.E.1 小 0.32 单位。p - 值小于 0.10 的干度和红度结果是显著的。Ex.7 有比 E.E.6 更小的颗粒因而更温和。

实施例 8 与实施例 4 比较

实施例 8 是烷基甘油醚磺酸盐(AGS)/酰基羟乙基磺酸盐基皮肤清洗皂。

- 5 它含有高含量的 AGS(18 份)、酰基羟乙基磺酸钠(18 份)、镁皂(18 份)和石蜡(18 份)。实施例 8 含有 1 份羟乙基磺酸钠。其泡沫等级为 1.5/1.5。至少 90 % 的蜡颗粒尺寸在 0.6 和 13.1 微米之间。仅有 5 % 的蜡颗粒的尺寸大于 16 微米。实施例 8 的干度比 C.E.1 小 0.28 单位, 红度比 C.E.1 小 0.12 单位。p - 值小于或等于 0.10 的干度结果是显著的。实施例 4 组成与实施例 8 相似。
- 10 它含有高含量的 AGS(17 份)、酰基羟乙基磺酸钠(17 份)、镁皂(17 份)、羟乙基磺酸钠(5 份)和石蜡(17 份)。其泡沫等级为 3.0/4.5。至少 90 % 的蜡颗粒尺寸在 0.2 - 7.3 微米之间。仅有 3 % 的蜡颗粒的尺寸大于 16 微米。在临床温和性试验中, Ex.4 的干度比 C.E.1 小 0.28 单位, 红度比 C.E.1 小 0.18 单位。p - 值小于或等于 0.10 的两个结果是显著的。

- 15 这些实施例(4 和 8)表明含量高羟乙基磺酸钠比含量低羟乙基磺酸钠的更有助于细颗粒蜡的形成。Ex.4 中羟乙基磺酸钠的含量为 Ex.8 的五倍以上。这些实施例还说明即使在皂和脂肪酸组合物中 C12 链长含量较高的情况下, 仍能保持温和性。细节参见表 D

对比例 9

- 20 对比例 9(C.E.9)是市场上出售的皮肤清洗皂。它主要由椰油酰基羟乙基磺酸钠、十六烷基/十八烷基硫酸钠、石蜡和脂肪酸组成。约 24 % 的固体蜡颗粒尺寸大于 16 微米。它有可接受的泡沫等级 2.5/3.0。其温和性与 C.E.1 并不显著不同, 但有更好的油迹。对比例 1(C.E.1)和 C.E.9 是同行中温和性的标准皂。本发明的含有细粒蜡颗粒的皂有比这些类似的皂产品更温和的优点。
- 25 本发明的皂, 特别是实施例 4 优于 C.E.1 及 C.E.2。

实验的实施例 6 与实施例 7说明通过在特定范围内增加细粒固体蜡的量增强温和性。实施例 7 是一种优于实验的实施例 6 的皂, 虽然配方相同。这些实施例也表明搅和机的混合时间越长越有助于形成细颗粒, 因而改善产品皂的温和性。