



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103170003 B

(45) 授权公告日 2015.04.01

(21) 申请号 201310079066.X

(22) 申请日 2008.02.29

(30) 优先权数据

11/712,771 2007.03.01 US

12/036,490 2008.02.25 US

(62) 分案原申请数据

200880006816.8 2008.02.29

(73) 专利权人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄

(72) 发明人 T·A·斯卡沃内 M·J·勒布兰克

L·A·桑科尔 A·G·斯韦泽

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 张钦

(51) Int. Cl.

A61L 15/28(2006.01)

A61L 15/46(2006.01)

(56) 对比文件

WO 0076472 A1, 2000.12.21,

EP 0392607 A1, 1990.10.17,

CN 1054605 A, 1991.09.18,

崔福德. 包合技术. 《药剂学》. 人民卫生出版社, 2004, 354-355.

审查员 谢林

权利要求书1页 说明书13页

(54) 发明名称

包含环糊精作为芳香剂络合材料的个人护理产品

(57) 摘要

本发明提供了个人护理产品。一种示例性个人护理产品包括施用到身体或衣服上的组合物或紧贴身体施用的制品；与所述组合物或所述制品的组件缔合的多个颗粒，所述多个颗粒，所述多个颗粒中的至少一些包含环糊精络合材料和第一芳香剂材料，其中与所述环糊精络合的第一芳香剂材料的百分比大于约 90%，以便在释放所述第一芳香剂之前最小化其可感知性；以及未与所述环糊精络合并且与第一芳香剂材料不同的第二芳香剂材料，其中所述组合物或制品不包含止汗剂活性物质。

1. 一种个人护理产品,所述产品包括:
 - (a) 紧贴身体施用的制品;
 - (b) 与所述制品的组件缔合的多个颗粒,所述多个颗粒包含环糊精络合材料和第一芳香剂材料,其中所述第一芳香剂材料中有大于 75%与所述环糊精络合,和其中所述多个颗粒在与所述制品组件缔合之前具有按所述颗粒的重量计小于 20%的水分含量。
2. 如权利要求 1 所述的个人护理产品,其中所述多个颗粒在与所述制品组件缔合之前具有按所述多个颗粒的重量计小于 10%的水分含量。
3. 如权利要求 1 所述的个人护理产品,其中所述多个颗粒在与所述制品组件缔合之前具有按所述多个颗粒的重量计小于 6%的水分含量。
4. 如权利要求 1 所述的个人护理产品,其中所述制品是吸收制品。
5. 如权利要求 4 所述的个人护理产品,其中所述吸收制品选自由下列组成的组:尿布、妇女卫生产品、失禁产品、以及伤口敷料。
6. 如权利要求 1—5 任一项所述的个人护理产品,其中通过包括喷雾干燥步骤的方法形成所述多个颗粒。
7. 如权利要求 6 所述的个人护理产品,其中所述第一芳香剂材料中有大于 90%与所述环糊精络合。
8. 如权利要求 6 所述的个人护理产品,其中所述第一芳香剂材料中有大于 95%与所述环糊精络合。
9. 如权利要求 1—5 任一项所述的个人护理产品,其中所述个人护理产品还包含未与所述环糊精络合并且与所述第一芳香剂材料不同的第二芳香剂材料。
10. 如权利要求 1—5 任一项所述的个人护理产品,其中所述个人护理产品是基本上无香味的。

包含环糊精作为芳香剂络合材料的个人护理产品

[0001] 本申请是申请号为 200880006816.8 申请的分案申请。

发明领域

[0002] 本发明涉及包含环糊精络合材料和与所述环糊精络合材料络合的芳香剂材料的个人护理产品。

[0003] 发明概述

[0004] 本发明涉及一种个人护理产品,所述产品包括:(a) 紧贴身体施用的制品;(b) 与所述制品的组件缔合的多个颗粒,所述多个颗粒包含环糊精络合材料和第一芳香剂材料,它们中的至少一些与所述环糊精络合,其中所述多个颗粒在与所述制品组件缔合之前具有按所述颗粒的重量计小于约 20% 的水分含量;和(c) 未与所述环糊精络合并且与所述第一芳香剂材料不同的第二芳香剂材料。在一个实施方案中,所述多个颗粒在与所述制品组件缔合之前具有按所述多个颗粒的重量计小于约 10% 的水分含量。在一个实施方案中,所述多个颗粒在与所述制品组件缔合之前具有按所述多个颗粒的重量计小于约 6% 的水分含量。在一个实施方案中,所述制品是吸收制品。在一个实施方案中,所述吸收制品选自由下列组成的组:尿布、妇女卫生产品、失禁产品、以及伤口敷料。在一个实施方案中,与所述环糊精络合的第一芳香剂材料的百分比大于约 90%,以便在释放所述第一芳香剂之前最小化其可感知性。在一个实施方案中,与所述环糊精络合的芳香剂材料的百分比大于约 95%。在一个实施方案中,使用包括喷雾干燥步骤的方法来形成所述多个颗粒。

[0005] 具体地,本发明涉及个人护理产品,所述产品包括施用到身体或衣服上的组合物和紧贴身体穿着或施用的制品。所述组合物可包括但不限于身体喷剂、除臭剂产品(施用到身体和/或衣服上(例如经由干衣纸))、去污产品、织物软化剂、皮肤护理产品、毛发护理产品、剃刮组合物和个人清洁产品(例如清洁棒和沐浴剂)。所述制品可包括但不限于擦拭物、贴剂和吸收制品。示例性吸收制品包括尿布、妇女卫生产品、失禁产品和伤口敷料。所述组合物和制品包括多个颗粒,所述颗粒包含环糊精络合材料和与所述环糊精络合材料络合的芳香剂材料。可制造所述颗粒以提供高水平的络合效率。即,将大部分芳香剂结合到环糊精分子的内部,以便在释放芳香剂之前最小化其可感知性。所述颗粒也可具有较低含量的水分以帮助最小化组合物或制品中微生物生长的潜势。具有较低水分含量的颗粒也可具有减小的附聚趋势。附聚的颗粒可导致与组合物或制品有关的多粒或多沙感。由于本发明的个人护理产品包括施用到身体上的组合物和紧贴身体穿着/施用的制品,因此多粒或多沙感对于大量使用者来说很可能是不可取的。

[0006] 根据优选实施方案中的一些,现已提供了一种个人护理产品,所述个人护理产品包括施用到身体或衣服上的组合物或紧贴身体施用的制品;与组合物或制品的组件缔合的多个颗粒,所述多个颗粒、所述多个颗粒中的至少一些包含环糊精络合材料和芳香剂材料,其中与环糊精络合的芳香剂材料的百分比大于约 90%,以便在释放芳香剂之前最小化其可感知性,并且其中所述组合物不包含止汗剂活性物质。

[0007] 根据另一个优选的实施方案,现已提供了一种个人护理产品,所述个人护理产品

包括施用到身体或衣服上的组合物或紧贴身体施用的制品；与组合物或制品的组件缔合的多个颗粒，所述多个颗粒中的至少一些包含环糊精络合材料和芳香剂材料，其中使用包括喷雾干燥步骤的方法来形成所述多个颗粒，并且其中所述组合物不包含止汗剂活性物质。

[0008] 根据另一个优选的实施方案，现已提供了一种个人护理产品，所述个人护理产品包括施用到身体或衣服上的组合物或紧贴身体施用的制品；与组合物或制品的组件缔合的多个颗粒，所述多个颗粒包含环糊精络合材料和芳香剂材料（它们中的至少一些与所述环糊精络合），其中所述多个颗粒在与组合物或制品组件缔合之前具有按所述颗粒的重量计小于约 20% 的水分含量，其中所述组合物不包含止汗剂活性物质。

[0009] 上述个人护理产品还可包括未与环糊精络合并且与络合的芳香剂不同的第二芳香剂材料。作为另外一种选择，这些个人护理产品可基本上不含其它芳香剂并且可以术语“无气味”、“无香味”、“低变应原”和“适合敏感肌肤”出售。

[0010] 上述优选的实施方案明确不包括止汗剂活性物质。然而，其它优选实施方案可包括这种活性物质。根据这些优选实施方案之一，现已提供了一种个人护理产品，所述个人护理产品包括含水载体材料和设置在含水载体材料中的多个颗粒，所述多个颗粒包含环糊精络合材料和芳香剂材料，其中与环糊精络合的芳香剂材料的百分比大于约 90%，以便在释放芳香剂之前最小化其可感知性，并且其中所述多个颗粒涂覆有疏水性涂覆材料以最小化因含水载体材料的存在而引起的过早释放。

[0011] 根据这些优选实施方案中的另一个，现已提供了一种个人护理产品，所述产品包括含水载体材料和设置在含水载体材料中的多个颗粒，所述多个颗粒包含环糊精络合材料和芳香剂材料，其中使用包括喷雾干燥步骤的方法来形成所述多个颗粒，并且其中所述多个颗粒涂覆有疏水性涂覆材料以最小化因含水载体材料的存在而引起的过早释放。

[0012] 根据另一个优选的实施方案，现已提供了一种个人护理产品，所述产品包括液体载体；分散在液体载体内的止汗剂活性物质；和分散在液体载体内的多个颗粒，所述多个颗粒包含环糊精络合材料和芳香剂材料，其中与环糊精络合的芳香剂材料的百分比大于约 90%，以便在释放芳香剂之前最小化其可感知性，其中所述个人护理产品为喷剂、滚涂剂或气溶胶的形式。

[0013] 根据另一个优选的实施方案，现已提供了一种个人护理产品，所述产品包括液体载体；分散在液体载体内的止汗剂活性物质；和分散在液体载体内的多个颗粒，所述多个颗粒包含环糊精络合材料和芳香剂材料，其中使用包括喷雾干燥步骤的方法形成所述多个颗粒，其中所述个人护理产品为喷剂、滚涂剂或气溶胶的形式。

[0014] 发明详述

[0015] 通过参考以下例证性和优选实施方案的详细描述可更容易理解本发明。应当理解，权利要求的范围不受本文所述的具体部件、方法、条件或参数的限制，并且本文所用的术语仅为了以举例的方式描述具体实施方案而不旨在限制受权利要求书保护的本发明。此外，如在包括所附权利要求书的说明书中所用，单数形式“一个”、“一种”和“所述”还包括复数，并且对特定数值的参考包括至少那个特定值，除非上下文另外明确指定。当表示值的范围时，另一个实施方案包括从一个特定值和 / 或至另一个特定值。同样，当通过使用先行词“约”将值表示为近似值时，应当理解，特定值形成另一个实施方案。所有范围是包括界限的并且可合并。

[0016] 本发明的个人护理产品包含环糊精络合材料和与所述环糊精络合材料络合的芳香剂材料。所述个人护理产品包括施用到身体或衣服上的组合物和紧贴身体穿着或施用的制品。本发明所设想的示例性组合物包括身体喷剂、除臭剂产品、去污产品、皮肤护理产品、毛发护理产品、剃刮组合物和个人清洁产品(例如个人清洁棒和沐浴剂)。当个人护理产品为组合物形式时,环糊精-芳香剂络合物作为成分之一简单添加。

[0017] 当个人护理产品为制品形式时,环糊精-芳香剂络合物可松散地用在制品的两个或更多个层/组件之间,和/或用合适的粘合剂例如基于苯乙烯的嵌段共聚物粘附到制品的一个层或组件上。个人护理产品可包括擦拭物、贴剂等等。本发明的个人护理产品也可以包括吸收制品,例如尿布、妇女卫生产品、失禁产品和伤口敷料。吸收制品通常包括液体可透过的顶片或覆盖层、液体不可透过的底片或层、以及设置在顶片与底片之间的吸收芯。所述制品可包括诸如顶片下面的转移层等附加组件,该转移层既有利于流体从顶片上迅速转移至吸收芯又能防止流体在采集后离开吸收芯(即防止“回渗”或“挤出”)。示例性顶片和转移层可包括非织造材料、织造片和开孔薄膜。示例性吸收芯可包括木浆、水凝胶、吸收性聚合物等等。并且示例性底片可包括聚烯烃薄膜。如上文所述,络合物可松散地存在于这些吸收制品组件中的一个或多个之间,和/或可借助适当的粘合剂粘附到这些吸收制品组件中的一个或多个之上。

[0018] 在本发明的一些优选实施方案中,个人护理产品包括与环糊精络合的第一芳香剂材料和与第一芳香剂材料不同的未络合的第二芳香剂材料。这种设计产生初始香味表达,并且在第二芳香剂材料释放之后产生不同的后续表达或第二香味表达。

[0019] 在本发明的其它优选实施方案中,个人护理产品包括与环糊精络合的芳香剂材料,并且基本上不含任何其它芳香剂材料。在这些实施方案中,初始香味表达被限制,优选被限制到对消费者有效“隐藏”的程度。因此,这些个人护理产品可使用例如“无气味”、“无香味”、“低变应原”和/或“适合敏感肌肤”等术语出售。触发机制(例如体液的流动)或暴露于流体将会释放芳香剂以提供然后被消费者所感知的表达。

[0020] 下文论述了示例性环糊精络合材料、芳香剂材料和制造络合物的方法。本文提供了一个示例性实施方案。

[0021] 环糊精络合材料

[0022] 本发明的个人护理产品包含环糊精络合材料用于基本上“隐藏”芳香剂材料直到诸如出汗、排尿、行经等触发机制发生来“释放”芳香剂材料。如本文所用,术语“环糊精”包括已知环糊精中的任一种,如包含约六至约十二个葡萄糖单元的未取代环糊精,特别是 α -环糊精、 β -环糊精、 γ -环糊精和/或它们的衍生物和/或它们的混合物。例如,本发明可使用选自下列组成的组的环糊精: β -环糊精、羟丙基- α -环糊精、羟丙基- β -环糊精、甲基化- α -环糊精、甲基化- β -环糊精、以及它们的混合物。环糊精在个人护理产品内的含量按所述组合物或制品组件的重量计可为至少约 0.1%、至少约 1%、至少约 2%、至少约 3% 至约 25%、至约 20%、至约 15% 或至约 10%。

[0023] 可通过多种方法来形成包含芳香剂材料的环糊精颗粒和环糊精络合物。例如,可将溶剂(例如水)、未负载的环糊精颗粒和芳香剂材料放入容器中,然后混合一段时间以使芳香剂分子加载到环糊精分子的“腔”中。可进一步加工或不进一步加工混合物;例如通过胶体磨和/或匀化器加工。然后从所得混合物或浆液中基本上移除溶剂以生产环糊精络合

物颗粒。然而,不同的制造技术可赋予不同的颗粒 / 络合物特性,所述特性在个人护理产品中可能可取或不可取。根据本发明的一些优选实施方案,颗粒和 / 或络合物在被包括到个人护理产品中之前具有低水分含量。对于给定体积的环糊精颗粒(它们中的至少一些与芳香剂材料络合),在将颗粒的体积包括到组合物中之前,优选具有按所述颗粒的重量计小于约 20% 的水分含量,更优选具有按所述颗粒的重量计小于约 10% 的水分含量,甚至更优选具有按所述颗粒的重量计小于约 6% 的水分含量。其它水分含量可适用于本发明的个人护理产品;因此这些优选的含量不应被包括在不指定环糊精颗粒 / 络合物水分含量的权利要求书中。

[0024] 喷雾干燥环糊精 - 芳香剂络合物的浆液或混合物是一种能够生产具有上述优选水分含量的环糊精颗粒和环糊精络合物的制造技术。下表 I 提供了喷雾干燥的环糊精络合物与经由挤出机方法(捏和)形成的络合物的比较。

[0025] 表 I:环糊精络合物的水分含量

[0026]

样本	% 水分
喷雾干燥方法样本 A	4.4
喷雾干燥方法样本 B	3.7-4.5
喷雾干燥方法样本 C	5.3
挤出机方法样本 A	27.87
挤出机方法样本 B	27.97
挤出机方法样本 C	24.00

[0027] 水含量、USP (美国药典,2006 年 8 月 1 日版本)<921> 方法 I 是用于确定环糊精络合物水分含量的分析方法,如表 I 所示。

[0028] 如从表 1 可看出,由这两种方法直接显示的水分含量显著不同。应当理解,该比较不旨在要在未指定具体络合物形成方法的所附权利要求书中放弃捏和 / 挤出机方法。更确切地讲,捏和挤出方法、或形成具有比期望更高的水分含量的颗粒 / 络合物的其它方法,在颗粒 / 络合物最初形成之后将需要额外的加工。例如,挤出的络合物可能需要通过烘箱或烘干机加工,或暴露于可控的环境一段时间。

[0029] 不受理论的约束,据信具有较高水分含量的环糊精颗粒 / 络合物具有增大的附聚趋向。附聚的颗粒可达到一定的大小以变得被消费者可感知;即,消费者可描述组合物的特征为“多沙的”。并且对一些消费者来说,“多沙的”止汗剂组合物可能是不可取的,尤其是将产品往身体上揉擦作为应用止汗剂方式的固体产品形式。取决于组合物的其余成分和 / 或贮存参数,微生物生长是与在最终组合物中使用具有较高水分含量的环糊精颗粒 / 络合物有关的另一种潜在缺点。

[0030] 与芳香剂材料络合的效率或水平是可随所用的制造技术极大改变的环糊精络合物的另一个参数。换句话讲,与环糊精分子的内部缔合的芳香剂材料的百分比同与环糊精

络合物的外部缔合的芳香剂材料的百分比相比较。络合物外部区域上的芳香剂材料基本上自由表达,不需要诸如出汗等触发机制。当游离芳香剂的含量增加时,消费者在触发机制之前感知芳香剂材料的可能性增大。并且取决于同使用环糊精络合物有关的总组合物设计和目标有益效果,在触发机制之前感知芳香剂材料可能是不可取的。根据优选实施方案中的至少一些,与环糊精络合的芳香剂材料的百分比大于约 75%,在某些情况下大于约 90%,并且在其它情况下大于约 95%。应当理解,这些芳香剂络合的水平与络合物形成方法本身直接相关;百分比不表示制剂设计为借助环糊精络合物添加第一百分比的芳香剂材料和添加第二百分比的纯芳香剂材料。

[0031] 喷雾干燥环糊精-芳香剂络合物的浆液或混合物是一种能够生产具有上述芳香剂络合水平的环糊精络合物的制造技术。下表 II 提供了喷雾干燥的环糊精络合物与经由挤出机方法(捏和)形成的络合物的比较。

[0032] 表 II:加载到环糊精络合物中的芳香剂的百分比

[0033]

样本	络合效率
喷雾干燥方法样本 A	96.6
喷雾干燥方法样本 B	96.8
喷雾干燥方法样本 C	96.2
挤出机方法样本 A	60.77
挤出机方法样本 B	65.47
挤出机方法样本 C	67.07

[0034] 可从表 II 看出,与捏和/挤出机方法相比,喷雾干燥能够产生含有非常少的游离芳香剂的环糊精络合物。技术人员应当意识到,表 II 中提供的比较不旨在从未指定具体络合物形成方法的所附权利要求书中放弃捏和/挤出机方法。更确切地讲,可需要例如额外工序来消除在包括到组合物中之前与挤出的络合物缔合的游离芳香剂。

[0035] 用于确定所络合的芳香剂百分比的分析方法,如表 II 所示,通过将样本溶解在添加了内部标准的四氢呋喃(THF)中然后通过毛细管气相色谱(GC)分析来确定络合物中游离芳香剂的含量。通过在包含内部标准的丙酮中萃取同一样本然后通过 GC 分析来测定络合的芳香剂含量。

[0036] 络合效率 = % 络合的 / [% 络合的 + % 游离的]

[0037] 本发明的样本的制备

[0038] 内部标准储备液 (ISSS)

[0039] 称重 $0.625\text{g} \pm 0.05\text{g}$ 二苯醚到配衡的 100mL 容量瓶中,并且用丙酮(Baker HPLC 等级 9254-03)稀释至容量刻度。这是一种建议的内部标准。取决于待分析的具体芳香剂,如果需要,可由其它材料代替以避免色谱重叠。

[0040] 标准

[0041] 选择足够数目(通常 10 至 20 个)的芳香剂组分以占芳香剂色谱总面积的 80% 或更大。这些组分的合成共混物将是用于定量芳香剂含量的主要标准。一个芳香剂样本用作次要标准,其使能够修正以下事实:小于 100% 的组分被校准。

[0042] 主要标准校准溶液

[0043] 主要储备液:称重 0.1g(精确至 0.001g)待定量的单独芳香剂组分到配衡的 100mL 容量瓶中并且记录重量。用丙酮稀释至容量刻度。将 3.0mL 主要储备液吸移到一个 50mL 的容量瓶中,并且为络合的校准基准添加 0.50mL 的 ISSS,并且用丙酮稀释至容量刻度。将 3.0mL 主要储备液吸移到一个 50mL 的容量瓶中,并且为纯校准基准添加 0.50mL 的 ISSS,并且用 THF (Baker9450-03) 稀释至容量刻度。

[0044] 次要芳香剂标准校准溶液

[0045] 次要储备液:称重 0.5g ($\pm 0.1g$, 精确至 0.0001g) 芳香剂到配衡的 100mL 容量瓶中并且记录重量。对于全部芳香剂用萃取溶液(丙酮)稀释至容量刻度;充分混合。将 3.0mL 次要储备液吸移到一个 50mL 的容量瓶中,并且为络合的芳香剂基准添加 0.50mL 的 ISSS,并且用丙酮稀释至容量刻度。将 3.0mL 次要储备液吸移到一个 50mL 的容量瓶中,并且为纯芳香剂基准添加 0.50mL 的 ISSS,并且用 THF 稀释至容量刻度。

[0046] 样本的制备

[0047] 用在这些分析中的 ASE 溶剂提取器是 Dionex200。将纤维过滤器(Dionex#49458)插入一端上有端盖的 11mL 池体(Dionex 零件号 47004)中。推动过滤器以碰到端盖。在天平上量皮重。向池中小心加入 1.000g ($\pm 0.250g$) 样本并且记录实际重量。使用漏斗添加沙子(30 至 40 目, EM Science EM-SX0075-1 或可供选择的惰性材料)以填满池,将另一个纤维过滤器放在顶上并且用第二端盖关闭池。在应用该过滤器时要小心以便其不超出池的末端,而是轻微向下按以便过滤器进入到池的壁里面。这是为了避免过滤器颗粒堆积在端盖的螺纹内,这会导致在萃取期间渗漏。记录池的序号以与样本标识相一致。将池和它们的相应收集瓶(60mLDionex48784)装到 ASE 上。(注意:对于每种样本将需要两个收集瓶,一个用于 THF 萃取(纯芳香剂),一个用于丙酮萃取(络合的芳香剂)。为了萃取多个样本,建议在丙酮萃取之前完成所有的 THF 萃取,因为两种方法之间存在温度差。)

[0048] ASE 方法

[0049]

THF- 纯芳香剂	萃取	丙酮- 络合的
0 分钟	预热	0 分钟
5 分钟	加热	6 分钟
4 分钟	静止	15 分钟
100%	冲洗	100%
60 秒	吹扫	60 秒

1	循环	3
500 磅 / 平方英寸	压力	2000 磅 / 平方英寸
40°C	温度	110°C
100%THF	溶剂	100% 丙酮

[0050] ASE 的制备

[0051] 通过核对用于溶剂瓶的压力为 10 磅 / 平方英寸, 体系空气的压力为 50 磅 / 平方英寸, 并且加压烘箱的压力为 130 磅 / 平方英寸来确保足够的氮气流。核对存在足够量的氮气以完成运转。通常使用 1000 磅 / 平方英寸的氮气来萃取 15 个样本。输入上文的 ASE 方法, 并且在不同的数字下保存各方法。例如: 可将 THF 方法保存为数字 1 并且将丙酮方法保存为数字 2。核对存在足够体积的 THF 和丙酮以完成运转。每个样本使用大约 30mL 的各种溶剂(注意: 用量可因体系而异)。在冲洗液收集瓶存在和足够体积的 THF 存在的情况下, 用 THF 冲洗体系几次以灌注管线并移除任何空气。在池和它们相应的贴标签收集瓶处于适当位置的情况下, ASE 方法准备好开始。

[0052] 用于络合的芳香剂的后 ASE 样本制备(在丙酮中)

[0053] 移除包含络合的芳香剂提取物的 ASE 收集瓶。旋下收集瓶上的顶盖。用容量吸移管向收集瓶中直接加入 0.50mL ISSS。加入大约 30mL 的丙酮。把顶盖放回收集瓶上旋紧。充分摇动大约 30 秒。

[0054] 用于纯芳香剂的后 ASE 样本制备(在 THF 中)

[0055] 移除包含纯芳香剂提取物的 ASE 收集瓶。旋下收集瓶上的顶盖。用容量吸移管向收集瓶中直接加入 0.50mL ISSS。加入大约 30mL 的四氢呋喃。把顶盖放回收集瓶上旋紧。充分摇动大约 30 秒。

[0056] 设备标准(建议的型号或来源)

[0057] 配有毛细管入口体系的气相色谱仪 HP5890 或等同物

[0058] 和具有峰值积分能力的火焰电离检测器

[0059] 具有 1.0 微米涂层的柱 DB-5 柱, 30m x0.32mm I.D., J&WScientific 目录号 123-5033

[0060] 气相色谱条件

[0061] 穿过干燥管和氧气洗涤器纯化的载气氮 UHP 等级或正规品级的氮。控制在 15 磅 / 平方英寸具有 30mL/min 分导流的气流压力。

[0062] 烘箱温度。50°C 至 250°C 以 6°C /min 上升; 250°C 至 315°C 以 70°C /min 上升; 保持在 315°C 五分钟

[0063] 进样口温度 250°C

[0064] 检测器温度 325°C

[0065] 为所用的气相色谱优化的氢和空气流

[0066] 积分阈值 2, 峰宽 0.04

[0067] 注射 1 微升: 无分流模式

[0068] 计算

[0069] % 分析物 = $[(AvRf) (A) (B) \times 100] / [Cx D]$ 其中：

[0070] AvRf= 用于标准样本的平均响应因子

[0071] A= 添加至样本溶液的内部标准的重量

[0072] B= 样本色谱中分析物峰的面积

[0073] C= 样本色谱中内部标准峰的面积

[0074] D= 以克表示的样本重量

[0075] 100= 用于转化率的因子

[0076] 样本中校正的 % 络合的或 % 游离的 = $[\text{样本中所有单独芳香剂组分的百分比的和} \times 100] / [\text{第二标准中所有单独芳香剂组分的百分比的和} \times 100]$

[0077] 可涂覆环糊精络合物以最小化过早释放 / 活化。一般来讲, 能够抵抗水渗透的任何材料均是合适的。涂覆材料可包括例如烃、蜡、凡士林、硅氧烷、硅氧烷衍生物、部分或完全酯化的蔗糖酯、以及聚甘油酯。用凡士林作为实例, 涂覆方法可包括以例如约 1:1 的比率组合环糊精络合物与凡士林, 然后混合直到络合物被令人满意地涂覆。

[0078] 如本文所设想的用于延迟络合的芳香剂释放或活化的另一种技术是在与环糊精络合之前组合芳香剂材料与诸如椰子油或凡士林等吸留成分。在某些情况下, 芳香剂材料和环糊精 - 芳香剂络合物均可被涂覆。

[0079] 可在个人护理产品中利用香味释放体系, 其中所述体系包含与技术人员已知的其它络合或包封材料结合的环糊精络合材料, 如上所述。例如, 可利用包含环糊精络合材料与一种或多种附加包封材料的组合的香味释放体系。示例性包封材料包括淀粉、低聚糖、聚乙烯、聚酰胺、聚苯乙烯、聚异戊二烯、聚碳酸酯、聚酯、聚丙烯酸酯、乙烯基聚合物、二氧化硅和硅铝酸盐。可商购获得的包封材料 N-Lok™ (由 National Starch 制造)、Narlex™ (ST 和 ST2) 和 Capsul E™ 可用于本发明。这些材料包含预先胶凝化的蜡质玉米淀粉和任选的葡萄糖。通过添加一官能的取代基如辛烯基琥珀酸酐来改性淀粉。因此, 本发明的组合物可包括纯芳香剂材料、环糊精 - 芳香剂络合物和用除了环糊精之外的材料胶囊包封的芳香剂材料, 如上文所述的那些。这种三组分香味释放体系的芳香剂可相同或不同。组合不同的香味释放技术容许定制香味表达特征。

[0080] 应当理解, 本发明的个人护理产品任选地可利用“未负载的”环糊精颗粒担当恶臭的清除剂。这些任选的环糊精颗粒可以与上文所述的络合物具有类似的性质(或使用同样的技术制造), 也可以不与上文所述的络合物具有类似的性质(或使用同样的技术制造)。

[0081] 芳香剂材料

[0082] 本发明的个人护理产品可利用至少一种与上文所论述的环糊精络合材料络合的芳香剂材料。如本文所用, 术语“芳香剂材料”包括芳香材料和气味控制材料。即, “芳香剂材料”不仅包括香料(具有掩盖或覆盖恶臭的令人愉快气味的物质), 而且也包括本身可以具有或不具有令人愉快的气味但是能够改善与它们关联的组合物或制品的气味感知的物质。此类气味控制材料可通过例如改变某些嗅觉感受器如何感觉恶臭来起作用, 或通过例如化学反应或络合或吸收 / 吸附来对恶臭物质起作用。因此, 根据本发明的吸收制品实施方案, 芳香材料或气味控制材料可在使用吸收制品之前、期间和 / 或之后改善所感知的吸收制品的气味。

[0083] 可与环糊精络合的芳香剂材料的代表性非限制性列表包括对丙烯基茴香醚、苯甲醛、癸醛、乙酸苄酯、苄醇、甲酸苄酯、丙酸苄酯、乙酸异冰片酯、茨烯、顺式柠檬醛(橙花醛)、香茅醛、香茅醇、香茅醇乙酸酯、对甲基异丙基苯、癸醛、二氢芳樟醇、二氢月桂烯醇、乙酸甲基苄基甲酯、乙酸二甲基苄基甲酯、二甲基苄基甲醇、桉叶油素、新洋茉莉醛、香叶醛、香叶醇、乙酸香叶酯、香叶基腈、顺式-3-乙酸己烯酯、二氢香茅醛、d-柠檬烯、里哪醇、氧化芳樟醇、四氢芳樟醇、 α -甲基紫罗兰酮、甲基壬基乙醛、乙酸甲基苄基甲酯、左旋乙酸薄荷酯、薄荷酮、异薄荷酮、月桂烯、乙酸月桂烯酯、月桂烯醇、橙花醇、橙花醇乙酸酯、乙酸壬酯、苯基乙醇、苯基乙醛、 α -蒎烯、 β -蒎烯、 γ -萜品烯、萜品醇、 α -萜品醇、 β -萜品醇、乙酸萜品酯、醋酸对叔丁基环己酯(乙酸对叔丁基环己酯)、 γ -甲基紫罗兰酮、十一烷酸内酯、十一碳烯醛、 α -二氢大马酮、 β -二氢大马酮、乙酸戊酯、柠檬油、橙油、以及它们的混合物。

[0084] 适用于本发明的实施方案的附加芳香材料或气味控制材料包括但不限于己基肉桂醛、 α -戊基肉桂醛、对-茴香醛、肉桂醛、桔萘醛、对叔丁基- α -甲基二氢肉桂醛、4-羟基-3-甲氧基肉桂醛、2-苯基-3-(2-呋喃基)丙烯-2-醛、异丁酸香兰素酯, 乙酰乙基香兰酯、乙酸香兰素酯、兔耳草醛、庚醛、月桂醛、壬醛、辛醛、苯丙醛、香草醛、水杨醛、柠檬醛、2,4-二羟基-3-甲基苯甲醛、2-羟基-4-甲基苯甲醛、5-甲基水杨醛、4-硝基苯甲醛、邻硝基苯甲醛、5-乙基-2-噻吩甲醛、5-甲基-2-噻吩甲醛、2-噻吩甲醛、细辛醛、5-(羟甲基)-2-糠醛、2-苯并呋喃醛、2-苯并呋喃醛、4-乙氧基-3-甲氧基苯甲醛、原儿茶醛、胡椒醛、2,3,4-三甲氧基苯甲醛、3,4,5-三甲氧基苯甲醛、2,8-二硫杂-4-壬烯-4-醛、山梨糖醛、2,4-庚二烯醛、2,4-癸二烯醛、2,4-壬二烯醛、(E,E)-2,4-辛二烯-1-醛、2,4-辛二烯醛、2,4-十二碳二烯醛、4-十一烷二烯醛、2,4-十三碳二烯-1-醛、2-反式-4-顺式-7-顺式-十三碳三烯醛、亚胡椒基丙醛、2-甲基-3-(2-呋喃基)丙烯醛、2,4-戊二烯醛、2-亚糠基丁醛、3-(2-呋喃基)丙烯醛、丙酮醛、乙二醛、薄荷醇、3-丁烯-2-酮、3-甲基-4-(2,6,6-三甲基-2-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-酮、4-(2,6,6-三甲基-1-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-酮、(E)-4-(2,6,6-三甲基-2-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-酮、乳酸薄荷基酯、乙酸异薄荷酯、丙酸异薄荷酯、异丁酸异薄荷酯、樟脑、对薄荷烷、甲酚、四氢月桂烯醇、香茅醇、香茅基衍生物、香叶基衍生物、乙酸里哪酯、新铃兰醇、丁子香酚、乙酸苄酯、蒎烷醇、雪松烯、 β -蒎烯、桉树脑、壬二烯醇、乙基己醛、乙酸辛醇酯、甲基糠醛、萜品烯、侧柏烯、乙酸戊酯、乙酸苄酯、二氢香豆素、乙酸二氢月桂烯酯、乙酸异戊酯、对甲基异丙基苯、三乙基乙酸酯、对甲酚、乙酸乙酯、苯甲酸苄酯、肉豆蔻酸异丙酯、松香酸甲酯、乙醇、异丙醇、癸二酸二乙酯、甘油、丙二醇、1,2-丁二醇、双丙二醇、2-甲基-2,4-戊二醇、二甘醇单乙醚、邻苯二甲酸二乙酯、水杨酸己酯、柠檬酸三乙酯、水杨酸苄酯、以及它们的混合物。

[0085] 可取的是,在个人护理产品中仅包括单一芳香剂材料(可包括香料或其它芳族材料的组合)并且那种芳香剂材料与环糊精络合。对于这些实施方案,意图是让消费者最初感知(或仅最低程度地感知)芳香剂材料。此类个人护理产品可以如下术语出售:无气味、无香味、适合敏感肌肤和/或低变应原。在使用期间,出汗或其它体液将释放芳香剂材料使其被消费者感知。

[0086] 另一方面,可取的是在个人护理产品中包括两种或更多种芳香剂材料,其中至少一种芳香剂材料与环糊精络合材料络合,并且至少一种其它芳香剂材料作为纯芳香剂添加到个人护理产品中。在这些实施方案中,优选络合的与纯的芳香剂彼此不同。所述差异可

包括用于单独芳香剂材料中的香料或其它芳族材料的类型(包括例如化学组成)和数目、浓度含量,或两者。

[0087] 纯的或未络合的芳香剂材料可包括上文所述的材料,或可包括生产芳香剂领域的普通技术人员已知的其它香料/芳族材料。典型的芳香剂描述于 Arctander, Perfume and Flavour Chemicals(Aroma Chemicals), 第 I 和 II 卷(1969 年)和 Arctander, Perfume and Flavour Materials of Natural Origin (1960 年)。1982 年 3 月 30 日授予 Hooper 等人的美国专利 4,322,308 和 1981 年 12 月 8 日授予 Hooper 等人的美国专利 4,304,679 公开了合适的芳香剂材料,包括但不限于挥发性的酚醛物质(如水杨酸异戊酯、水杨酸苄酯和百里香油红)、精油(如老鹳草油、绿叶油和小谷粒油)、柑橘类油、提取物和树脂(如泰国安息香树脂和放风根树脂)、“合成”油(如 BergamotTM37 和 BergamotTM430、Geranium TM76 和 Pomeransol TM314);醛和酮(如 B-甲基萘基酮、对叔丁基-A-甲基氢化肉桂醛和对叔戊基环己酮)、多环化合物(如香豆素和 β-萘基甲基醚)、酯(如邻苯二甲酸二乙酯、苯乙基乙酸苯酯、非-内酯 1:4)。

实施例

[0088] 以下实施例进一步描述和证明了本发明范围内的实施方案。这些实施例仅为了例证的目的而给出,不可将其理解为是对本发明的限制,因为在不脱离本发明的实质和范围的条件下可能有许多变型。

[0089] 实施例 1:除臭剂棒

[0090]

成分	实施例 1, 重量 %
双丙甘醇	足量
丙二醇	17.80
水	21.70
硬脂酸钠	5.50
涂凡士林的喷雾干燥的环糊精芳香剂络合物	1.25
乙二胺四乙酸四钠	0.50
PPG-3 十四烷基醚	0.04
纯香料	3.00

[0091] 实施例 1 可如下制备:通过在 Hamilton Beach 定制的磨咖啡豆的磨具(型号 80365)中以 1:1 的比率组合喷雾干燥的络合物颗粒与凡士林(例如由 Witco 制造的超白 protopet)来制备涂凡士林的环糊精芳香剂络合物。使磨具达到最高速度并且混合直到凡士林完全覆盖喷雾干燥的环糊精芳香剂络合物颗粒。混合物可具有似糊剂的稠度。在一个

合适的容器中,组合所有溶剂(丙二醇、双丙二醇、水)、胶凝剂(硬脂酸钠、Witconol APM)和乙二胺四乙酸四钠,然后边混合边加热至 80°C。然后添加涂凡士林的络合物糊剂并且混合。将混合物冷却至 70°C,然后添加纯香料。将混合物冷却至 65°C 然后倒入除臭剂罐中。

[0092] 实施例 2 和 3:个人清洁棒

[0093]

成分	实施例 2, 重量 %	实施例 3, 重量 %
皂	80.15	63.26
游离脂肪酸	5.00	4.29
水	10.69	7.50
氯化钠	1.11	0.90
二氧化钛	0.25	0.25
喷雾干燥的环糊精芳香剂络合物	2.00	2.00
纯香料	0.80	0.80
烷基硫酸钾		10.00
月桂基聚氧乙烯醚-3-硫酸钠		3.00
硅酸镁		7.50
杂项		0.50

[0094] 实施例 2 和 3 可制备如下:在拌和机中将络合的芳香剂和纯香料混合到干皂条中。通过例如 3 辊研皂机研磨来加工材料以获得香料和皂片的均一化混合物。然后,在压条机上加工材料,并模压成条皂。

[0095] 实施例 4:气溶胶止汗剂

[0096]

成分	实施例 4, 重量 %
水合氯化铝	12.00
环戊硅氧烷	17.45
聚二甲基硅氧烷	2.01
喷雾干燥的环糊精芳香剂络合物	3.00
肉豆蔻酸异丙酯	4.00

季铵-18 锂蒙脱石	1.00
碳酸丙烯酯	0.33
正丁烷 A-17	足量
氢氟碳化合物	20.29
纯香料	0.50

[0097] 本发明包括止汗剂和 / 或除臭剂组合物, 如由上文的实施例 1 所示。现在提供根据本发明的止汗剂 / 除臭剂组合物的更详细论述。这些组合物通常包含液体载体材料。合适的液体载体包括但不限于任何安全有效外用的有机的、含硅氧烷或含氟的、挥发性或非挥发性的、极性或非极性的液体载体。液体载体在环境条件下优选为液体, 并且可包括一种或多种液体载体材料, 前提条件是什么此类材料的组合在环境条件下呈液体形式。取决于期望产品形式的类型, 组合物中液体载体的浓度通常将在按所述组合物的重量计约 10% 或约 30% 至约 90% 或至约 75% 的范围内。止汗剂 / 除臭剂组合物可配制为含水或无水的组合物。含水组合物可包含按所述组合物的重量计约 10% 或约 15% 的水至按所述组合物的重量计约 75%、至约 60%、或至约 50% 的水。无水组合物可包含按所述组合物的重量计小于约 10%, 小于约 3%, 小于约 1% 的水, 或零百分比的水。

[0098] 止汗剂 / 除臭剂组合物通常也包括活性物质。仅作为实例, 止汗剂活性物质可包括收敛剂金属盐, 特别是铝、镉和锌的无机和有机盐、以及它们的混合物。合适除臭剂活性物质的一个代表性非限制性列表包括乙二胺四乙酸、十六烷基三甲基溴化铵、氯化十六烷基吡啶、苄基二甲基 [2-[2-[4-(1, 1, 3, 3-四甲基丁基) 苯氧基] 乙氧基] 乙基] 氯化铵、二异丁基苯氧基乙氧基乙基二甲基苄基氯化铵、N-十二烷基肌氨酸钠、N-棕榈烷基肌氨酸钠、月桂酰肌氨酸、N-肉豆蔻酰甘氨酸、N-十二烷基肌氨酸钾、三甲基氯化铵、氯代羟基乳酸铝钠、柠檬酸三乙酯、三鲸蜡基甲基氯化铵、2, 4, 4'-三氯-2'-羟基二苯醚(三氯生)、3, 4, 4'-三氯碳酰苯胺(三氯卡班)、L-赖氨酸十六烷基酰胺、巯基吡啶氧化锌、苯酚硫酸锌、金合欢醇、以及它们的混合物。

[0099] 示例性止汗剂 / 除臭剂组合物也包含增稠剂以帮助向组合物提供期望的粘度、流变学、纹理和 / 或产品硬度, 或换句话说讲帮助在组合物内悬浮任何散布的固体或液体。术语“增稠剂”可包括在向组合物提供悬浮、胶凝、增粘、固化或增厚性质方面已知的或换句话说讲有效的任何材料, 或换句话说讲向最终产品形式提供结构的任何材料。这些增稠剂可包括胶凝剂、聚合或非聚合的试剂、无机增稠剂、或增粘剂。增稠剂可包括有机固体、硅氧烷固体、结晶体或其它胶凝剂、诸如粘土或二氧化硅等无机颗粒、或它们的组合。选择用于止汗剂 / 除臭剂组合物的增稠剂的浓度和类型将随期望的产品形式、粘度和硬度而变化。适用于本文的增稠剂可具有按所述组合物的重量计在至少约 0.1%、至少约 3%、或至少约 5% 但不超过约 35%、不超过约 20%、或不超过约 10% 范围内的浓度。合适胶凝剂的非限制性实例包括脂肪酸胶凝剂、脂肪酸的盐、羧酸、羧酸胶凝剂、脂肪酸的酯和酰胺或羟基脂肪酸胶凝剂、胆固醇材料、二亚苄基糖醇、羊毛脂醇材料、脂肪醇、甘油三酯、蔗糖酯, 如 SEFA 二十二烷酸

酯、诸如粘土或二氧化硅等无机材料、其它酰胺或聚酰胺胶凝剂、以及它们的混合物。

[0100] 止汗剂 / 除臭剂组合物还可以包含一种或多种任选组分,它们可改变组合物的物理或化学特性,或在沉积到皮肤上时用作附加“活性”组分。当然,此类任选组分可被包括的前提条件是它们是物理和化学上相容的并且不会不适当地削弱产品的稳定性、美观或性能。此类任选材料的非限制性实例包括但不限于 pH 缓冲剂、恶臭控制剂、芳香剂材料、润肤剂、湿润剂、抚慰剂、染料和颜料、药物、发酵粉及相关材料、防腐剂、抚慰剂,如芦荟、尿囊素、D-泛醇、泛酸衍生物(例如美国专利 6,495,149 中公开的那些)、鳄梨油和其它植物油、以及地衣提取物。

[0101] 可以多种形式制成止汗剂 / 除臭剂组合物,包括例如固体、软膏、喷剂、滚涂剂和气溶胶。气溶胶产品在组合物中利用一种推进剂。示例性推进剂包括二甲基醚、二氧化碳、一氧化二氮、1,1-二氟乙烷、1,1,1,2-四氟乙烷、丁烷、异丁烷、戊烷、异戊烷、丙烷、以及它们的混合物。

[0102] 本文所公开的量纲和值应当被理解为严格地限于所述的精确值。相反,除非另外指明,每个这样的量纲旨在表示所引用的数值和围绕该数值的功能上等同的范围。例如,公开为“40mm”的量纲旨在表示“约 40mm”。

[0103] 在发明详述中引用的所有文件均在相关部分中以引用方式并入本文。对于任何文件的引用不应当解释为承认其是有关本发明的现有技术。当本发明中术语的任何含义或定义与以引入方式并入的文件中术语的任何含义或定义矛盾时,应当服从在本发明中赋予该术语的含义或定义。

[0104] 虽然已经举例说明和描述了本发明的具体实施方案,但是对于本领域的技术人员来说显而易见的是,在不背离本发明的实质和范围的情况下可以做出多个其它改变和变型。因此,权利要求书意欲包括在本发明范围内的所有这样的改变和变型。