

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 163524 B

Patentdirektoratet

TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 3562/86

(51) Int.Cl.5 C 11 D 9/18

(22) Indleveringsdag: 25 jul 1986

(41) Alm. tilgængelig: 27 jan 1987

(44) Fremlagt: 09 mar 1992

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 26 jul 1985 GB 8518910

(71) Ansøger: THE *PROCTER & GAMBLE COMPANY; One Procter & Gamble Plaza; Cincinnati, Ohio 45202, US

(72) Opfinder: Gordon *Ridley; GB

(74) Fuldmægtig: Lehmann & Ree A/S

(54) Transparent eller gennemskinnet toilet sæbestykke af sæbe eller sæbe/syndeter

(56) Fremdragne publikationer

3562-86

(57) Sammendrag

Gennemsigtige eller gennemskinnete toiletsæbesammensætninger i stykkeform omfatter ler af smectittype. Sammensætningerne er fortrinsvis valsede toiletsæbestykker og udviser forbedret hudkomfortbefordrende virkning på fedtede hudtyper samt et fremragende stykkudseende.

DK 163524 B

Opfindelsen angår gennemsigtige eller gennemskinnelige toiletsæbe- eller toiletsæbe/syndetstykkessammensætninger.

5 Opfindelsen angår især sæbe- eller sæbe/syndetsammensætninger i form af stykker, tabletter, stænger eller lignende til toiletbrug, og som giver bedre hudkomfort og kosmetiske fordele, især til fedtet hud, tilligemed fremragende visuel æstetik.

10 Inden for området kendes der et stort antal forskellige sammensætninger for sæbestykker og fremgangsmåder til fremstilling heraf. Almindelige sæbestykkessammensætninger til toiletbrug er kernesæber med lavt fugtighedsindhold (fra 5% til 18% vand) og er baseret på en blanding af talg- og kokosnøddeolieråmaterialer. Stykker med kerne-
15 sæbeegenskaber kan også fremstilles ud fra sæbe med højt fugtighedsindhold, som det er beskrevet i f.eks. beskrivelserne til US patent nr. 2.686.761 og US patent nr. 2.970.116, ved mekanisk bearbejdning af sæbe ved en temperatur på fra 27⁰C til 52⁰C og under anvendelse af et passende fedtudgangsmateriale. En sådan fremgangsmåde har to
20 hovedfordele, for det første er den forholdvis energibesparende, idet der kræves mindre tørring af den rene kedelsæbe, og for det andet frembringes der sæbestykker med ønskelig gennemskinnelighed eller gennemsigtighed som resultat af dannelse af betafasesæbe.

25 Set ud fra et forbrugersynspunkt er en toiletsæbesammensætnings hudkomfortbefordrende evne og de kosmetiske egenskaber naturligvis af stor betydning, og der er fortsat behov for at forbedre disse funktionsaspekter. Et særligt område, inden for hvilket de traditionelle sæbestykkeformulationer har været mangelfulde, er rensning af hud af den typisk fedtede type, hvor mange mennesker, der tilhører
30 denne kategori, finder, at de traditionelle produkter ikke løser fedtethedsproblemet med det resultat, at huden får et overdrevent skinnende udseende. Dette betragtes igen som tegn på dårlig hudkomfort.

35 Selv om der er blevet fundet adskillige tilsætningsstoffer, som kan forbedre den fedtede huds tilstand, er en hovedbegrænsning på anvendelsen af disse materialer i gennemsigtige eller gennemskinnelige betafasesstykker den, at der ikke er nogen forringelse af stykkets fysiske funktion og æstetiske egenskaber.

Det er nu blevet opdaget, at tilsætning af visse lermaterialer af smectittype til toiletsæbestykker af den transparente eller gennemskinnelige art ikke blot har en gavnlig virkning på en fedtet (eller kombineret fedtet/tør hud) hudtilstand, men at forbedringen opnås uden forringelse af toiletsæbestykkets funktionalitet (skumnings-
5 evne, mildhed, uds್ಮoringsevne, etc.), fysiske egenskaber (betafasedannelse) og fremfor alt stykkets æstetik (gennemsigtighed eller gennemskinnelighed).

10 Omend brugen af lermaterialer i sæbestykker allerede er kendt inden for området (f.eks. fra patentskrifterne GB 2.083.490, GB 2.083.491 og GB 2.127.426), har der tilsyneladende ikke tidligere været beskrevet gennemsigtige eller gennemskinnelige stykker til personvask med indhold af de specificerede lermaterialer til forbedring af
15 en fedtet hudtilstand.

Den foreliggende opfindelse tilvejebringer følgelig en toiletsæbestykkessammensætning, der omfatter en gennemsigtig eller gennemskinnelig toiletsæbe- eller toiletsæbe/syndet-toiletstykkessammensætning, hvori der er inkorporeret ler af smectit-typen.
20

Som det anvendes heri, omfatter betegnelsen "toiletsæbestykke" både sædvanlige sæbestykkessammensætninger og blandede sæbe/syndetstykkessammensætninger. Foretrukne sammensætninger indeholder fra 45% til
25 95% af en opløselig alkalimetalsæbe af C_8 - C_{24} , fortrinsvis C_{10} - C_{20} , fedtsyrer, og fra 0% til 45% af et syntetisk, anionisk overfladeaktivt middel (surfactant). I meget foretrukne sammensætninger udgør sæbekomponenten fra 55 til 88 vægtprocent og det syntetiske, anioniske overfladeaktive middel fra 0 til 35 vægtprocent af sammensætningen. Især foretrækkes valsede toiletstykkessammensætninger, som i
30 det væsentlige er ikke-buildede (dvs. indeholder mindre end 5% af en vandopløselig surfactantbuilder).

Medmindre andet er angivet, er alle procenter og andele heri på
35 vægtbasis.

Fedtsyresæber, der er egnet til anvendelse heri, kan opnås ud fra naturlige kilder, såsom f.eks. vegetabiliske eller animalske estere

(f.eks. palmeolie, kokosnøddeolie, babassuolie, sojabønneolie, ricinusolie, talg, hval- eller fiskeolier, spæk, svinefedt og blandinger heraf). Fedtsyresæberne kan også fremstilles syntetisk (f.eks. ved oxidation af jordolie eller ved hydrogenering af carbonmonoxid ved Fischer-Tropsch-processen). Harpikssyrer, såsom de, der forekommer i tallolie, kan anvendes. Naphtensyrer er også anvendelige.

Natrium- og kaliumsæber kan fremstilles ved direkte forsæbning af fedtstofferne og olierne eller ved neutralisering af de frie fedtsyrer, som fremstilles ved særskilte fremstillingsprocesser. Særligt anvendelige i forbindelse med den foreliggende opfindelse er natrium- og kaliumsalte af blandinger af fedtsyrer, der hidrører fra kokosnøddeolie og talg, dvs. natrium- og kaliumtalgs- og kokosnødde-sæber.

Talgedtsyrer kan fremstilles ud fra forskellige animalske kilder og omfatter almindeligvis fra 1 til 8% myristinsyre, 21 til 32% palmitinsyre, 14 til 31% stearinsyre, 0 til 4% palmitolsyre, 36 til 50% oliesyre og 0 til 5% linolsyre. En typisk fordeling er 2,5% myristinsyre, 29% palmitinsyre, 23% stearinsyre, 2% palmitolsyre, 41,5% oliesyre og 3% linolsyre.

Kokosnøddeolie referer til fedtsyreblandinger med en omtrentlig carbonkædelængdefordeling på: 8% C₈, 7% C₁₀, 48% C₁₂, 17% C₁₄, 8% C₁₆, 2% C₁₈, 7% oliesyre og 2% linolsyre (de første seks anførte fedtsyrer er mættede). Andre kilder med tilsvarende carbonkædelængdefordelinger, såsom palmekerneolie og babassukerneolie, er indbefattet i betegnelsen kokosnøddeolie. Kokosnøddeoliefedtsyrer har almindeligvis et tilstrækkeligt lavt indhold af umættede fedtsyrer til, at de har tilfredsstillende holdbarhedsegenskaber uden yderligere behandling. Almindeligvis hydrogeneres fedtsyrerne imidlertid til nedsættelse af omfanget af umættethed (især polyumættethed) i fedtsyreblandingen.

35

De heri omhandlede sammensætninger antager almindeligvis form af toiletsæbestykker, hvori sæben i det mindste delvis foreligger i betafaseform. Betafasesæbekrystaller har en mindre gitterdimension end delta- og omega-sæbefaser og er forbundet med en typisk 6,35 cm

røntgendiffraktionsring, idet den relative mængde betafase bestemmes ved sammenligning af ringens intensitet i forhold til den for kendte standardblandinger. I foretrukne udførelsesformer foreligger sæben derfor i betafaseform for mindst 20%, fortrinsvis mindst 50%, og især mindst 70%'s vedkommende. De heri omhandlede toiletsæbestykker er endvidere gennemsigtige eller gennemskinnelige, fortrinsvis med en gennemskinnelighedsspænding (se US patentskrift nr. 2.970.116 og EP patentskrift nr. 14.502) på mindre end 110, fortrinsvis mindre end 60, mere fortrinsvis mindre end 45. Det er et træk ved den foreliggende opfindelse, at de specificerede lermaterialer kan inkorporeres i sæbestykkerne uden væsentlig nedsættelse af gennemsigtigheden eller gennemskinneligheden. Særdeles foretrukne sammensætninger ifølge opfindelsen er valsede toiletsæbestykker.

Sæbefedtråmaterialet til fremstilling af stykker, som overvejende foreligger i betafase, er af nogen vigtighed, og fortrinsvis omfatter fedtråmaterialet ikke mere end 40% umættede fedtsyrer med mindre end 16 carbonatomer og mindst 20% mættede fedtsyrer med fra 16 til 22 carbonatomer. I foretrukne sammensætninger omfatter fedtråmaterialet ikke mere end 30% kortkædede, mættede fedtsyrer og mindst 70% langkædede, mættede fedtsyrer. Fugtighedsindholdet i det færdige betafasestykke ligger almindeligvis på fra 15 til 26 vægtprocent, fortrinsvis fra 20 til 24 vægtprocent.

En yderligere essentiel komponent i toiletsæbestykkensammensætningerne er ler af smectittype. Egnede lermaterialer til anvendelse heri kan udvælges på grundlag af det forhold, at smectitter har et sandt 14 Å røntgendiffraktionsmønster. Leret tilsættes generelt i et omfang på mindst 0,1 vægtprocent af sammensætningen og udgør fortrinsvis fra 0,5 til 10 vægtprocent, mere fortrinsvis fra 1 til 6 vægtprocent af sammensætningen. Foretrukne lermaterialer er natrium- og calciummontmorillonitter (natrium- og calcium betegner her den overvejende, uorganiske kation i leret), -saponitter og -hectoritter. Partikelstørrelsesfordelingen i leret er fortrinsvis en sådan, at mindst 95 vægtprocent af leret har en partikelstørrelse på mindre end 297 μm .

Selv om en hvilken som helst af ovennævnte smectitlertyper kan inkorporeres i sammensætningerne ifølge opfindelsen, har særligt

foretrukne smectitlertyper en ionbytningskapacitet på mindst 50 mækv./100 g ler, fortrinsvis mindst 70 mækv./100 g [målt f.eks. som beskrevet i "The Chemistry and Physics of Clays", side 264-265, Interscience (1979)]. Et særligt foretrukket materiale er natriummontmorillonitler med en ionbytningskapacitet på 85-90 mækv./100 g, hvilket ler leveres af Colin Stewart Minerals Ltd., Winsford, Cheshire, England. Andre egnede lermaterialer er følgende:

Natriummontmorillonit:

10 "Brock"
 "Volclay BC"
 "Gelwhite GP"
 "Mineral Colloid No. 101"
 "Ben-A-Gel"
 15 "Imvite"

Natriumhectorit:

"Veegum F"
 Laponite® SP
 20

Natriumsaponit:

"Barasym NAS 100"

Calciummontmorillonit:

25 "Soft Clark"
 "Gelwhite L"

Lithiumhectorit:

30 "Barasym LIH 200"

Ud over de ovenfor beskrevne komponenter kan detergentstykkerne ifølge den foreliggende opfindelse indeholde et stort antal forskellige eventuelle materialer. Disse eventuelle materialer omfatter f.eks. hudkomfortbefordrende komponenter, proceshjælpemidler, 35 antibakterielle midler og sanitetsmidler, farvestoffer, parfumer og farvende midler.

Materialer, der letter fremstillingen af de foreliggende sæbestykker, kan også være til stede. Således kan f.eks. glycerin

- tilsættes til "crutcher"- eller amalgameringsapparatet for at lette bearbejdningen. Almindeligvis udgør glycerinen, når den er til stede, fra 0,2 til 10 vægtprocent af det færdige stykke. Yderligere kan der til stykkerne sættes emulgeringsmidler, såsom polyglycerol-
5 estre (f.eks. polyglycerolmonostearat), propylenglycolestre og andre kemisk stabile ikke-ioniske materialer til fremme af opløsning af de forskellige komponenter, især hudkomfortbefordrende midler, såsom sorbitanestre.
- 10 Sædvanlige antibakterielle midler og hygiejnemidler kan tilsættes stykkerne ifølge den foreliggende opfindelse. Typiske, antibakterielle hygiejnemidler omfatter 3,4-di- og 3',4',5-tribromsalicylanilider, 4,4'-dichlor-3-(trifluormethyl)carbanalid, 3,4,4'-trichlorcarbanalid og blandinger af disse stoffer. Anvendelsen af disse
15 stoffer i sæbestykker er beskrevet mere detaljeret i beskrivelsen til US patent nr. 3.256.200. Antibakterielle midler og hygiejnemidler udgør almindeligvis, når de er til stede, fra 0,5 til 4 vægtprocent af det færdige stykke.
- 20 Stykkerne ifølge den foreliggende opfindelse kan eventuelt indeholde forskellige blødgøringsmidler og hudkomfortbefordrende midler. Stoffer af denne type omfatter f.eks. sorbitanestre, såsom de, der er beskrevet i beskrivelsen til US patent nr. 3.988.255, lanolin, koldcreme, mineralolie, isopropylmyristat og lignende stoffer. Disse
25 blødgøringsmidler og hudkomfortbefordrende midler udgør almindeligvis, når de er til stede, fra 0,5 til 5 vægtprocent af stykket.
- De heri omhandlede detergentstykker kan også indeholde en elektrolyt, som beskrevet i beskrivelserne til US patent nr. 2.686.761 og
30 EP patent nr. 14.502. Egnede elektrolytter omfatter natriumchlorid, kaliumchlorid, kaliumcarbonat, dikaliummonohydrogenorthophosphat, tetranatriumpyrophosphat, tetrakaliumpyrophosphat, natriumtripolyphosphat, kaliumtripolyphosphat, trinatriumorthophosphat, trikaliumorthophosphat og natrium- og/eller kaliumformiater, -citrat, -acetater og -tartrater samt blandinger af ovennævnte. Elektrolyt-
35 omfanget kan være på fra 0,2 til 4,5%.

Toiletsæbestykkerne ifølge opfindelsen kan også indeholde frie fedtsyrer ud over de neutraliserede fedtsyrer, som udgør den aktuelle

sæbekomponent. Frie fedtsyrer er særligt værdifulde som plastificeringsmidler. Uden indhold af frie fedtsyrer har nogle stykker en større tendens til dannelse af våd-revner. Indholdet af frie fedtsyrer bør dog begrænses til mindre end 1-2 vægtprocent.

5

Sure stoffer kan tilsættes stykket til regulering af fri alkalinitet. Et passende eksempel er citronsyre tilsat i et omfang på 0,1 til 3%.

- 10 En anden ønskelig bestanddel i sammensætningerne ifølge opfindelsen er et perlemorsglinsende materiale, såsom glimmer, titandioxidbelagt glimmer, naturligt fiskesølv eller tungmetalsalte, såsom bismuthoxychlorid. Det er et træk ved opfindelsen, at det heri beskrevne ler kan inkorporeres i sådanne sammensætninger uden forringelse af
- 15 frembringelse af perlemorsglans.

- Sæbestykkerne kan også indeholde en hvilken som helst af de sædvanlige parfumer, farvestoffer og indfarvningsmidler, som almindeligvis anvendes i de kommercielt markedsførte stykker til forbedring af
- 20 disse produkters karakteristika. Når de er til stede, udgør sådanne parfumer, farvestoffer og indfarvningsmidler fra 0,2 til 5 vægtprocent af stykket.

- Sammensætningerne ifølge opfindelsen fremstilles på konventionel
- 25 måde, enten ud fra ren kedelsæbe eller ud fra forsæbede kontakt-hærdnede fedtsyreblandinger. Ved en typisk fremgangsmåde tørres den rene kedelsæbe, der indeholder fra 28 til 34%, fortrinsvis fra 30 til 32% fugt, fortrinsvis ved Mazzoni-spraytørring, til et fugtighedsindhold på fra 15 til 26%, fortrinsvis fra 19 til 25%, mere
- 30 fortrinsvis fra 21 til 23%, af sæbeblandingens vægt, og den tørrede sæbe bearbejdes mekanisk ved forhøjet temperatur, f.eks. i et amalgameringsapparat eller over formalingsvalser, indtil temperaturen er blevet hævet til området fra 37⁰C til 51⁰C, fortrinsvis fra 37⁰C til 43⁰C, mere fortrinsvis fra 39⁰C til 41⁰C. Derefter forarbejdes sæbemassen til stykform. Lerkomponenten og eventuelle andre
- 35 komponenter i stykket end parfume, farvestof og perlemorsmiddel iblandes fortrinsvis den rene kedelsæbe inden tørringstrinnet. Hvis leret tilsættes efter tørringstrinnet, tilsættes det fortrinsvis som en vandig opløsning.

Eksemplerne I-VI

Sæbestykkensammensætninger ifølge den foreliggende opfindelse fremstilles som beskrevet nedenfor. I disse blandes natrium-talg/kokosnødde-(80/20)-kedelsæbe med alle øvrige ingredienser, bortset fra parfume, farvestof, TiO_2 og glimmer, blandingen tørres i en Mazzonispraytørrer, den tørrede sæbeblending sammenblandes med de øvrige komponenter i et amalgameringsapparat, vales derpå ved $40^{\circ}C$ til optimering af betafasesæbedannelsen og forarbejdes til slut til stykform. Sammensætningerne er som følger:

	I	II	III	IV	V	VI
Natrium-talg/kokosnødde-(80/20)-sæbe (vandfri)	60	70,3	66,6	68,5	69,8	61,5
15 Kalium-kokoatsæbe	4	-	-	3	-	4
Trikaliumcitratmonohydrat	2,5	2	2,5	1,5	-	3
Natriumchlorid	0,4	0,8	0,4	0,3	0,6	0,5
Glycerin	4	7	4	-	5	5
EDTA	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2	0,1
20 Laurinsyre	0,8	0,2	0,8	0,5	0,6	1
TiO_2 -belagt glimmer	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	-
TiO_2	-	-	-	-	0,2	-
Parfume og farvestof	2	1,3	1,4	1	2,2	1,9
Ler (1)	4	1	2	3,5	5	3
25 Fugtighed	22	17	22	21,5	23	20

(1) Natriummontmorillonit med en ionbytningskapacitet på fra 85 til 90 mækv./100 g, leveret af Colin Stewart Minerals Ltd., Winsford, Cheshire, England.

30

Ovenstående sammensætninger er gennemskinnelige betafasetoiletsæber, som tilvejebringer forbedrede hudkomfortkarakteristika på hud af såvel den fedtede som den kombinerede fedtede/tørre hudtype, tilligemed fremragende stykudseende (gennemskinnelighed), udsmerings- og skumningsegenskaber.

35

Eksemplerne gentages med ler, der tilsættes som en 50% vandig opløsning efter tørringsoperationen. Der opnås i alt væsentligt ækvivalente resultater.

P a t e n t k r a v

1. Gennemsigtig eller gennemskinnelig toiletsæbe- eller
toiletsæbe/syndetstykkensammensætning, k e n d e t e g n e t ved, at
5 den indeholder ler af smectittype.
2. Sammensætning ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at
smectittypeleret er udvalgt blandt natrium- og calciummontmorillo-
nitter, -hectoritter, -saponitter.
- 10 3. Sammensætning ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved,
at smectittypeleret har et 14 Å røtgendiffraktionsmønster.
4. Sammensætning ifølge et hvilket som helst af kravene 1-3,
15 k e n d e t e g n e t ved, at det omfatter fra 45 til 95% opløselig
alkalimetalsæbe af C_8-C_{24} fedtsyrer og fra 0 til 45% af en syntetisk,
anionisk surfactant.
5. Sammensætning ifølge et hvilket som helst af kravene 1-4,
20 k e n d e t e g n e t ved, at mindst 20 vægtprocent, fortrinsvis
mindst 70 vægtprocent, af sæben foreligger i betafase.
6. Sammensætning ifølge et hvilket som helst af kravene i 1-5,
25 k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter sæbe af et fedtrå-
materiale, hvoraf ikke mere end 40% udgøres af mættede fedtsyrer med
mindre end 16 carbonatomer, og mindst 20% udgøres af mættede fedtsyrer
med fra 16 til 22 carbonatomer.
7. Sammensætning ifølge et hvilket som helst af kravene 1-6,
30 k e n d e t e g n e t ved, at den har et vandindhold på fra 15 til 26
vægtprocent.
8. Sammensætning ifølge et hvilket som helst af kravene 1-7,
35 k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter fra 0,5% til 10%,
fortrinsvis fra 1% til 6%, ler.
9. Gennemsigtig eller gennemskinnelig valset toiletsæbestykke-
sammensætning ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den
omfatter fra 55% til 88% opløselig alkalimetalsæbe med C_8-C_{24}

fedtsyrer, fra 0% til 35% syntetisk, anionisk surfactant og mindst 0,1% ler af smectittype, der er udvalgt blandt natrium- og calciummontmorillonitter, -hectoritter og -saponitter, hvorhos mindst 20 vægtprocent, fortrinsvis mindst 70%, af sæben foreligger i betafase.

5

10

15

20

25

30

35