



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102361621 B

(45) 授权公告日 2014. 11. 05

(21) 申请号 200980148940. 2

A61K 8/81 (2006. 01)

(22) 申请日 2009. 12. 08

A61Q 5/02 (2006. 01)

(30) 优先权数据

A61Q 5/12 (2006. 01)

61/120, 786 2008. 12. 08 US

A61K 8/25 (2006. 01)

A61K 8/49 (2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

A61Q 13/00 (2006. 01)

2011. 06. 08

A61K 8/73 (2006. 01)

(86) PCT国际申请的申请数据

(56) 对比文件

PCT/US2009/067131 2009. 12. 08

CN 1054605 A, 1991. 09. 18,

(87) PCT国际申请的公布数据

CN 1188143 A, 1998. 07. 22,

W02010/077651 EN 2010. 07. 08

CN 1408004 A, 2003. 04. 02,

(73) 专利权人 宝洁公司

CN 1497009 A, 2004. 05. 19,

地址 美国俄亥俄州辛辛那提

CN 1867364 A, 2006. 11. 22,

(72) 发明人 小罗伯特. W. 格伦 凯西. M. 考夫曼

US 20030232183 A1, 2003. 12. 18,

弗吉尼亚. T-H. 哈特钦斯

US 20080215023 A1, 2008. 09. 04,

泽琳纳. G. 杜波伊斯

US 6106849 A, 2000. 08. 22,

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

WO 03037294 A2, 2003. 05. 08, 全文.

11105

CN 1914263 A, 2007. 02. 14,

代理人 封新琴

审查员 何梅孜

(51) Int. Cl.

A61K 8/02 (2006. 01)

A61K 8/04 (2006. 01)

A61K 8/34 (2006. 01)

A61K 8/41 (2006. 01)

A61K 8/46 (2006. 01)

权利要求书2页 说明书28页 附图3页

(54) 发明名称

可溶性多孔固体基质和表面驻留淀粉香料复合物

(57) 摘要

本发明涉及个人护理组合物, 尤其是为多孔可溶性固体基质的个人护理制品形式的那些个人护理组合物。所述可溶性多孔固体基质具有包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层, 所述复合物能够向消费者提供有益效果。

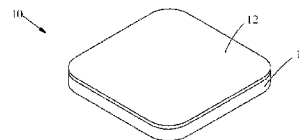


图 1

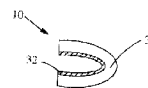


图 4

1. 一种个人护理制品,所述制品包含:

a.) 可溶性多孔固体基质,所述基质包含:

i. 按所述个人护理制品的重量计,10%至75%的表面活性剂;

ii. 按可溶性多孔固体基质的重量计,10%至50%的水溶性聚合物;

iii. 按可溶性多孔固体基质的重量计,1%至30%的增塑剂;和

b.) 表面驻留涂层,按所述个人护理制品的重量计,所述涂层包含10%至100%的一种或多种水可释放淀粉香料复合物;

其中,淀粉香料复合物是指复合于由颗粒形式的淀粉或改性淀粉构成的水可释放性基质中的香料;

其中所述复合物中所述淀粉与香料的重量比率为0.7:1至6:1,并且其中所述可溶性多孔固体基质与所述表面驻留涂层的重量比率为110:1至0.5:1,

其中所述淀粉为改性淀粉,选自由下列组成的组:酸改性淀粉、酶水解淀粉、辛烯基琥珀酸酐改性淀粉、糊精化的辛烯基琥珀酸酐改性淀粉、糊精、预胶凝蜡质玉米淀粉、以及它们的混合物。

2. 如权利要求1所述的个人护理制品,其中所述糊精为麦芽糖糊精。

3. 如权利要求1所述的个人护理制品,其中所述10%至75%的表面活性剂选自:

非离子表面活性剂(ii);

聚合物表面活性剂(iii);

(ii)和(iii)的组合;

阴离子表面活性剂(i)和(ii)的组合;

(i)和(iii)的组合;

(i)、(ii)和(iii)的组合;

其中,所述基质包含最高含量10%的所述阴离子表面活性剂。

4. 如权利要求1所述的个人护理制品,其中所述可溶性多孔固体基质与所述表面驻留涂层的重量比率为20:1至1:1。

5. 如权利要求4所述的个人护理制品,其中所述可溶性多孔固体基质与所述表面驻留涂层的重量比率为10:1至1.5:1。

6. 如权利要求5所述的个人护理制品,其中所述可溶性多孔固体基质与所述表面驻留涂层的重量比率为7:1至3:1。

7. 如权利要求1所述的个人护理制品,其中包含所述淀粉香料复合物的表面驻留涂层为粉末并且所述涂层位于基质的至少一部分表面上,其中包含所述淀粉香料复合物的表面驻留涂层为层或它们的组合的形式。

8. 如权利要求7所述的个人护理制品,其中包含所述淀粉香料复合物的表面驻留涂层为包衣的形式。

9. 如权利要求1所述的个人护理制品,其中包含所述淀粉香料复合物的表面驻留涂层粘附在所述可溶性多孔固体基质的至少一部分固/气界面上。

10. 如权利要求1所述的个人护理制品,其中包含所述淀粉香料复合物的表面驻留涂层覆盖所述可溶性多孔固体基质的外表面。

11. 如权利要求1所述的个人护理制品,其中所述可溶性个人护理制品包含两个可溶

性多孔固体基质,并且其中包含所述淀粉香料复合物的表面驻留涂层为位于所述两个可溶性多孔固体基质之间的层。

12. 如权利要求 1 所述的个人护理制品,其中所述复合物具有 1.1:1 至 3:1 的淀粉与香料重量比率。

13. 如权利要求 1 所述的个人护理制品,所述可溶性多孔固体基质具有 $125\text{g}/\text{m}^2$ 至 $3,000\text{g}/\text{m}^2$ 的基重,和 0.5mm 至 10mm 的厚度,并且其中所述可溶性多孔固体基质包含 $0.03\text{m}^2/\text{克}$ 至 $0.25\text{m}^2/\text{克}$ 的比表面积,并且其中所述可溶性多孔固体基质具有 80% 至 100.0% 的开孔百分含量,并且其中所述可溶性多孔固体基质具有 0.02mm 至 0.15mm 的泡孔壁厚度。

可溶性多孔固体基质和表面驻留淀粉香料复合物

发明领域

[0001] 本发明涉及个人护理组合物,尤其是以制品形式提供个人护理有益效果的那些个人护理组合物,所述制品包含可溶性多孔固体基质和表面驻留淀粉香料复合物。

[0002] 发明背景

[0003] 个人护理组合物已传统地作为液体产品被出售。这些液体个人护理产品通常在配方中包含大量的水。由于消费者通常期望芳香的个人护理产品,除了为液体外,许多个人护理产品还包含香料。然而,由于水存在于个人护理产品中,香料的包含受限于溶解度或在含水两亲聚集物(胶束,液晶等)内的乳化。因此,显著部分的香料分子被“收集”在这些含水的聚集物内,这会在产品使用期间限制香料递送至消费者鼻孔的效果(即降低香料浓郁度)和递送至目标角质基质(即皮肤和毛发)的效果。此外,香料的选择限于向消费者递送单一香味体验的那些(即,包装时产品的香味无变化,并且使用期间仅体验到一种香味),并且不包括使用期间由水激活的香料递送。

[0004] 因此,本发明的目标是提供在消费者使用期间能更有效递送香料的个人护理产品。本发明另一个目标是提供递送香料的个人护理产品,所述香料可被用水活化,即,在使用期间通过向产品添加水释放被最大触发的香味。本发明附加的目标是提供不仅能递送第一香料,而且递送第二香料的个人护理产品,导致在使用期间被水活化的香味的第二次喷发。例如,所述个人护理产品可在与水结合前具有一种香味,而在暴露于水后,所述个人护理产品可具有第二种香味和/或相同的初始香料的第二次香味喷发。

[0005] 发明概述

[0006] 本发明满足了前述需要。本发明以单位剂量个人护理制品的形式提供可溶性多孔固体基质,所述制品可方便并快捷地溶解在消费者手掌上以重构液体个人护理组合物,在易于施用至毛发上的同时,在使用之前和使用期间,提供消费者期望的香味。

[0007] 个人护理制品包含:(i)可溶性多孔固体基质,所述基质包含:约10%至约75%的表面活性剂;约10%至约50%的水溶性聚合物;约1%至约30%的增塑剂;和(ii)表面驻留涂层,所述涂层包含约10%至约100%的一种或多种淀粉香料复合物;其中复合物中淀粉与香料的比率为约0.5:1至约19:1,并且其中可溶性多孔固体基质与表面驻留涂层的比率为110:1至约0.5:1。

[0008] 用于制备个人护理制品的方法,所述方法包括将表面驻留涂层施用到可溶性多孔固体基质上,所述涂层包含粉末形式的淀粉香料复合物,所述基质包含约10%至约75%的表面活性剂,约10%至约50%的水溶性聚合物和约1%至约30%的增塑剂。

[0009] 用于制造个人护理制品的方法,所述方法包括:制备加工混合物,所述混合物包含约5%至约50%的表面活性剂,约5%至约35%的水溶性聚合物,和约0.5%至约20%的增塑剂;通过将气体引入到加工混合物中,将所述加工混合物充气以形成充过气的湿混合物;使充过气的所述湿混合物形成所期望的一种或多种形状;干燥所述充过气的湿混合物以形成可溶性多孔固体基质;并且将包含粉末形式的淀粉香料复合物的表面驻留涂层涂布到所述可溶性多孔固体基质上。

[0010] 附图概述

[0011] 虽然本说明书通过特别指出并清楚地要求保护本发明的权利要求作出结论,但据信由下列实施方案的说明并对照附图可更好地理解本发明,图中的相同参考数字代表相同的元件,其中

[0012] 图 1 是可溶性多孔固体基质与表面驻留淀粉香料复合物的示意图;

[0013] 图 2 是两个可溶性多孔固体基质与介于两个基质之间的表面驻留淀粉香料复合物层的示意图;

[0014] 图 3A 和 3B 是凹陷的可溶性多孔固体基质与凹坑内的表面驻留淀粉香料复合物的示意图;

[0015] 图 4 是折叠包封表面驻留淀粉香料复合物的可溶性多孔固体基质的示意图;

[0016] 图 5 是可溶性多孔固体基质的显微 -CT 3-D 图像;并且

[0017] 图 6 是可溶性多孔固体基质的顶部 - 中部 - 底部区域贴附横截面 SEM 图像。

[0018] 发明详述

[0019] 在本发明的所有实施方案中,除非另外特别说明,所有百分比均按所述总组合物的重量计。除非另外特别说明,所有比率均为重量比率。所有范围均包括端值在内并可合并。有效位数表示既不限制所指示的量也不限制测量精度。除非另外具体指明,所有用数字表示的量均被理解为被词“约”所修饰。除非另外指明,所有测量均被理解为是在 25°C 和环境条件下进行的,其中“环境条件”是指在约一大气压和约 50% 相对湿度下的条件。除非另外指明,所有与所列成分相关的上述重量均基于活性物质的含量,并且不包括可能包括在可商购获得的原料中的载体或副产物。

[0020] I. 定义

[0021] 如本文所用,术语“个人护理组合物”是指可施用到哺乳动物毛发和皮肤上而无不适当的不可取效应的组合物。

[0022] 如本文所用,术语“淀粉香料复合物”是指复合于由颗粒形式的淀粉或改性淀粉形成的水可释放性基质中的香料。

[0023] 如本文所用,术语“表面驻留淀粉香料复合物”是指包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层,所述复合物至少部分被吸收至可溶性多孔固体基质的固 / 气界面。所得表面驻留涂层在产品储存寿命期间,并且在消费者使用期间个人护理制品被置于与水接触之前,使介于淀粉香料复合物与可溶性多孔固体主体之间的物理相互作用最小化。

[0024] 如本文所用,“个人护理制品”是指包含表面活性剂、水溶性聚合物和增塑剂,连同淀粉香料复合物的表面驻留涂层的可溶性多孔固体基质。本文所述的个人护理制品可被称作“制品”。

[0025] 如本文所用,“可溶性”是指多孔可溶性固体基质具有符合本文所述的手动溶解方法测试的溶解率。

[0026] 如本文所用,“多孔可溶性固体基质”是指界定空间或泡孔网络的包含聚合物的固体连通基质,所述空间或泡孔包含周围大气中的气体,通常为空气。所述结构的互连性可由星体积、结构模型指数 (SMI) 或百分比开孔含量来描述。

[0027] II. 个人护理制品

[0028] 本发明所述的个人护理制品经由起泡 / 清洁产品通过在消费者使用期间使香料

能更有效地递送以及水活化的香料的释放,向消费者递送独特的香料体验。所述水活化的香料可包括二次香料,使得所述个人护理产品能在与水接触之前具有一种香味,并且在暴露于水后,所述个人护理产品可具有第二种香味和 / 或相同初始香料的第二次香味释放。

[0029] 这通过在可溶性多孔固体基质上掺入包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层而实现。任何适宜的应用方法可被用于将包含所述淀粉香料复合物的表面驻留涂层涂布至所述可溶性多孔固体基质上以形成表面驻留涂层,所述涂层至少部分吸附在所述可溶性多孔固体基质的固 / 气界面。在一个实施方案中,包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层为粉末涂覆的形式,所述涂层被涂布至可溶性多孔固体基质的表面。

[0030] 通常,通过在稳定的含水两亲聚集物(如胶束、液晶等)内溶解或乳化香料,由含水液体消费品递送香料。这会导致香料在产品使用期间向消费者的鼻孔(即,较低的香料浓郁度)和向目标角质基质(即,皮肤和毛发)较低效率的递送。这可归因于所述香料分子在稳定的含水两亲聚集物中的“收集”,这在产品使用期间会妨碍疏水性香料分子通过水相向水 / 空气以及水 / 基质界面的扩散,因此减少香料分子向意欲达到的目标(消费者鼻孔和角质基质)的递送效率,甚至导致更大量的香料分子的浪费(“冲流到排水沟”)。尽管这仍会在本具有创造性的个人护理制品中发生,但当所述个人护理制品依照本发明制备和 / 或使用,由于它们在施用到毛发或皮肤之前即刻溶解于水中,该物理“收集”相互作用最小化了。

[0031] 本发明还确保被水活化的香料的递送,即,在使用期间通过向产品加入水,香料的释放被最大触发。该现象的发生归因于本发明的淀粉香料复合物是水可释放的,即,当所述个人护理制品溶解于水时,所述淀粉溶解,同时香料被物理释出或释放。

[0032] 在产品被消费者使用体验期间,本发明另外确保第一香料和第二香料单独且任选地递送。例如,所述个人护理产品可在与水结合前具有一种香味,而在暴露于水后,所述个人护理产品可具有第二种香味和 / 或相同的初始香料的更强烈的第二次香味喷发。这可通过将具有与第一香料不同香味的第二香料掺入到所述淀粉香料复合物中来实现。作为另外一种选择,可在淀粉香料复合物内使用相同的香料,但是使香料的浓郁度在个人护理制品溶解时能够更强烈。

[0033] A. 多孔可溶性固体基质

[0034] 多孔可溶性固体基质包含表面活性剂、水溶性聚合物和增塑剂。可制备多孔可溶性固体基质使得其能方便并迅速地溶解于消费者的手掌而得到液体个人护理组合物。一旦溶解,该个人护理组合物可以类似于常规液体个人护理组合物的方式使用,即施用到头皮和 / 或毛发上。多孔可溶性固体基质具有最大的孔壁厚度。所述多孔可溶性固体基质具有约 0.02mm 至约 0.15mm,在一个实施方案中约 0.025mm 至约 0.12mm,在另一个实施方案中约 0.03mm 至约 0.09mm,并且在另一个实施方案中约 0.035mm 至约 0.06mm 的孔壁厚度。所述多孔可溶性固体基质具有最小程度的泡孔间互连性,这由星体积、结构模型指数(SMI)和百分比开孔含量来量化。所述多孔可溶性固体基质具有约 1mm^3 至约 90mm^3 ,在一个实施方案中约 1.5mm^3 至约 60mm^3 ,在另一个实施方案中约 2mm^3 至约 30mm^3 ,并且另一个实施方案中约 2.5mm^3 至约 15mm^3 的星体积。所述多孔可溶性固体基质具有约 0.0 至约 3.0 的非负结构模型指数,在一个实施方案中,约 0.5 至约 2.75,并且在另一个实施方案中约 1.0 至约 2.50。所述多孔可溶性固体基质具有约 80% 至 100% 的百分比开孔含量,在一个实施方案中约 85%

至约 97.5%，并且在另一个实施方案中约 90% 至约 95%。所述多孔可溶性固体基质还具有最小的比表面积。所述多孔可溶性固体基质具有约 $0.03\text{m}^2/\text{g}$ 至约 $0.25\text{m}^2/\text{g}$ ，在一个实施方案中约 $0.035\text{m}^2/\text{g}$ 至约 $0.22\text{m}^2/\text{g}$ ，在另一个实施方案中约 $0.04\text{m}^2/\text{g}$ 至约 $0.19\text{m}^2/\text{g}$ ，并且在另一个实施方案中约 $0.045\text{m}^2/\text{g}$ 至约 $0.16\text{m}^2/\text{g}$ 的比表面积。所述可溶性多孔固体基质具有约 $125\text{g}/\text{m}^2$ 至约 $3,000\text{g}/\text{m}^2$ 的基重，在一个实施方案中约 $300\text{g}/\text{m}^2$ 至约 $2,500\text{g}/\text{m}^2$ ，在另一个实施方案中约 $400\text{g}/\text{m}^2$ 至约 $2,000\text{g}/\text{m}^2$ ，在另一个实施方案中约 $500\text{g}/\text{m}^2$ 至约 $1,500\text{g}/\text{m}^2$ ，并且在另一个实施方案中约 $600\text{g}/\text{m}^2$ 至约 $1,200\text{g}/\text{m}^2$ ，并且在另一个实施方案中约 700 至约 $1,000\text{g}/\text{m}^2$ 。所述可溶性多孔固体基质具有约 $0.03\text{g}/\text{cm}^3$ 至约 $0.40\text{g}/\text{cm}^3$ 的固体密度，在一个实施方案中约 $0.05\text{g}/\text{cm}^3$ 至约 $0.35\text{g}/\text{cm}^3$ ，在另一个实施方案中约 $0.08\text{g}/\text{cm}^3$ 至约 $0.30\text{g}/\text{cm}^3$ ，在另一个实施方案中约 $0.10\text{g}/\text{cm}^3$ 至约 $0.25\text{g}/\text{cm}^3$ ，并且在另一个实施方案中约 $0.12\text{g}/\text{cm}^3$ 至约 $0.20\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0035] 在一个实施方案中，本发明的可溶性多孔固体基质为垫片、条或带材形式的扁平柔性基质，并且根据下文方法测定，具有约 0.5mm 至约 10mm，在一个实施方案中约 1mm 至约 9mm，在另一个实施方案中约 2mm 至约 8mm，并且在另一个实施方案中约 3mm 至约 7mm 的厚度。

[0036] 1. 表面活性剂

[0037] 在与消费者相关的使用说明中，本发明的多孔可溶性固体基质可为起泡或不起泡的。所述多孔可溶性基质包括至少一种表面活性剂作为加工助剂以在干燥（固化）前产生稳定的泡沫固体，并且在起泡基质的情况下，表面活性剂还可担当双重功能作为起泡剂和/或清洁剂。

[0038] a. 起泡多孔可溶性固体基质

[0039] 为达到起泡和/或清洁的目的，可溶性发泡多孔固体基质包含按所述个人护理制品的重量计约 10% 至约 75%，在一个实施方案中约 30% 至约 70%，并且在另一个实施方案中约 40% 至约 65% 的表面活性剂；其中所述表面活性剂包含一种或多种第 I 类表面活性剂和任选的第一种或多种第 II 类表面活性剂，其中第 I 类包括适用于毛发护理或其它个人护理组合物中的阴离子表面活性剂，其中第 II 类包括选自由下列组成的组的表面活性剂：适用于毛发护理或其它个人护理组合物中两性表面活性剂、两性离子表面活性剂、以及它们的组合；其中第 I 类表面活性剂与第 II 类表面活性剂的比率为约 100 : 0 至约 30 : 70。在本发明的另一个实施方案中，第 I 类表面活性剂与第 II 类表面活性剂的比率为约 85 : 15 至约 40 : 60。在本发明的另一个实施方案中，第 I 类表面活性剂与第 II 类表面活性剂的比率为约 70 : 30 至约 55 : 45。

[0040] 阴离子表面活性剂的非限制性实例描述于美国专利 No. 2,486,921、2,486,922 和 2,396,278 中。所述阴离子表面活性剂可选自由下列组成的组：烷基和烷基醚硫酸盐、硫酸化的单酸甘油酯、磺化的烯烃、烷基芳基磺酸盐、伯或仲烷基磺酸盐、琥珀酸烷基酯磺酸盐、酸性牛磺酸盐、酸性羟乙基磺酸盐、烷基甘油基醚磺酸盐、磺化甲基酯、磺化脂肪酸、烷基磷酸盐、酰基谷氨酸盐、酰基肌氨酸盐、烷基乳酸盐、阴离子含氟表面活性剂、月桂酰谷氨酸钠、以及它们的组合。

[0041] 适宜的两性离子或两性表面活性剂的非限制性实例描述于美国专利 No. 5,104,646 (Bolich Jr. 等人)、5,106,609 (Bolich Jr. 等人) 中。

[0042] 其它适宜的第 I 类和第 II 类表面活性剂包括公开于美国专利申请 No. 61/120,765 中的那些和公开于 McCutcheon 的“Detergents and Emulsifiers”北美版(1986 年, Allured Publishing Corp.); McCutcheon 的“Functional Materials”北美版(1992 年, Allured Publishing Corp.); 和美国专利 3,929,678(Laughlin 等人)中的那些表面活性剂。适宜表面活性剂的其它非限制性实例包括于美国序列号 61/120,790 中。

[0043] b. 不起泡多孔可溶性固体基质

[0044] 可溶性不起泡多孔固体基质包含按所述个人护理制品的重量计约 10% 至约 75%, 在另一个实施方案中约 15% 至约 60%, 并且在另一个实施方案中约 20% 至约 50% 的表面活性剂; 其中所述表面活性剂包括一种或多种下述表面活性剂。

[0045] (i) 阴离子表面活性剂

[0046] 如果本发明所述多孔可溶性固体基质为不起泡的, 那么基质可包含最高含量 10% (或小于 10%) 的阴离子表面活性剂以在制备稳定的泡沫固体时主要用作加工助剂。

[0047] (ii) 非离子表面活性剂

[0048] 在一个实施方案中, 包含非离子表面活性剂作为在制备稳定的多孔可溶性固体基质中的加工助剂。适用于本发明中的非离子表面活性剂包括 McCutcheon 的“Detergents and Emulsifiers”北美版(1986 年, Allured Publishing Corp.) 和 McCutcheon 的“Functional Materials”北美版(1992) 中描述的那些。适用于本发明个人护理组合物中的非离子表面活性剂包括但不限于聚氧乙烯化烷基酚、聚氧乙烯化醇、聚氧乙烯化聚丙二醇、链烷酸甘油酯、链烷酸聚甘油酯、链烷酸丙二醇酯、链烷酸山梨醇酯、链烷酸聚氧乙烯化山梨醇酯、链烷酸聚氧乙二酯、聚氧乙烯化链烷酸、链烷醇酰胺、N-烷基吡咯烷酮、烷基糖苷、烷基多葡萄糖苷、烷基胺氧化物、和聚氧乙烯化硅氧烷。

[0049] (iii) 聚合物表面活性剂

[0050] 聚合物表面活性剂同样可以是在本发明可溶性多孔固体基质制备中, 单独或与离子和 / 或非离子表面活性剂组合用作加工助剂的表面活性剂。适用于本发明个人护理组合物中的聚合物表面活性剂包括但不限于环氧乙烷和脂肪烷基残基的嵌段共聚物、环氧乙烷与环氧丙烷的嵌段共聚物、疏水改性的聚丙烯酸酯、疏水改性的纤维素、硅氧烷聚醚、硅氧烷共聚多元醇酯、聚二甲基硅氧烷双季铵盐、和共改性的氨基 / 聚醚硅氧烷。

[0051] 2. 水溶性聚合物 (“聚合物结构剂”)

[0052] 所述多孔可溶性固体基质包含用作结构剂的水溶性聚合物。如本文所用, 术语“水溶性聚合物”足够广义, 包括水溶性和水分散性聚合物, 并且定义为, 在 25°C 下测定, 水中溶解度为至少约 0.1 克 / 升 (g/L) 的聚合物。在一些实施方案中, 在 25°C 下测定, 所述聚合物具有约 0.1 克 / 升 (g/L) 至约 500 克 / 升 (g/L) 的水中溶解度。(这表示获得宏观各向同性或透明的有色或无色溶液)。用于制备这些固体的聚合物可源自合成或天然, 并且可经由化学反应改性。它们可成膜或不可成膜。这些聚合物应是生理学上可接受的, 即它们应与皮肤、粘膜、毛发和头皮相容。

[0053] 按所述多孔可溶性固体基质重量计, 所述一种或多种水溶性聚合物可以约 10% 至约 50% 存在, 在一个实施方案中按所述多孔可溶性固体基质重量计, 约 15% 至约 40%, 并且在另一个实施方案中按所述多孔可溶性固体基质重量计, 约 20% 至约 30%。

[0054] 选择本发明的一种或多种水溶性聚合物, 使得它们的重均分子量为约 40,000 至

约 500,000, 在一个实施方案中为约 50,000 至约 400,000, 在另一个实施方案中为约 60,000 至约 300,000, 并且在另一个实施方案中为约 70,000 至约 200,000。通过将每种聚合物原料的平均分子量乘以它们各自的按多孔可溶性固体基质中所含聚合物总重量计的相对重量百分比, 加和计算出重均分子量。

[0055] 在一个实施方案中, 选择一种或多种水溶性聚合物中的至少一种, 使得约 2 重量%的水溶性聚合物溶液在 20℃下提供约 4 厘泊至约 80 厘泊的粘度; 在另一个实施方案中为约 5 厘泊至约 70 厘泊; 并且在另一个实施方案中为约 6 厘泊至约 60 厘泊的粘度。

[0056] 本发明的一种或多种水溶性聚合物可包括但不限于如美国序列号 61/120,786 中所述的合成聚合物, 包括衍生自丙烯酸单体的聚合物, 所述单体如烯键式不饱和羧酸单体和烯键式不饱和单体, 如 US 5,582,786 和 EP-A-397410 中所述。一种或多种适宜的水溶性聚合物还可选自天然源聚合物, 包括具有植物源的那些, 其实例描述于美国序列号 61/120,786 中。改性的天然聚合物在本发明中还可用作一种或多种水溶性聚合物, 并且包含于美国序列号 61/120,786 中。在一个实施方案中, 本发明的水溶性聚合物包括聚乙烯醇、聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、丙烯酸和丙烯酸甲酯的共聚物、聚乙烯基吡咯烷酮、聚环氧烷、淀粉和淀粉衍生物、普鲁兰、明胶、羟丙基甲基纤维素、甲基纤维素和羧甲基纤维素。在另一个实施方案中, 本发明水溶性聚合物包括聚乙烯醇和羟丙基甲基纤维素。适宜的聚乙烯醇包括以商品名 CELVOL[®] 得自 Celanese Corporation (Dallas, TX) 的那些。适宜的羟丙基甲基纤维素包括以商品名 METHOCEL[®] 得自 Dow Chemical Company (Midland, MI) 的那些。

[0057] 在特定实施方案中, 上述一种或多种水溶性聚合物可以一定的量与作为填充材料的任何单一淀粉或淀粉组合共混, 以降低所需的水溶性聚合物总含量, 只要这有助于提供具有所需结构和如本文所述物理 / 化学特性的个人护理制品。

[0058] 在此情况下, 相对于多孔可溶性固体基质总重量, 水溶性聚合物与淀粉基材料的合并重量百分比按重量计一般在约 10% 至约 50%, 在一个实施方案中约 15% 至约 40%, 并且在特定实施方案中约 20% 至约 30% 的范围内。一种或多种水溶性聚合物与淀粉基材料的重量比一般可在约 1 : 10 至约 10 : 1, 在一个实施方案中约 1 : 8 至约 8 : 1, 在另一个实施方案中约 1 : 7 至约 7 : 1, 并且在另一个实施方案中约 6 : 1 至约 1 : 6 范围内。

[0059] 淀粉基材料的典型来源可包括谷类食物、块茎、根、豆类和果实。天然来源可包括玉米、豌豆、马铃薯、香蕉、大麦、小麦、稻米、西米、苋属植物、木薯、竹芋、美人蕉、高粱、以及它们的蜡质或高淀粉酶品种。基于淀粉的材料还可包括采用本领域已知的任何改性方法改性的天然淀粉, 包括美国序列号 61/120,786 中描述的那些。

[0060] 3. 增塑剂

[0061] 本发明的多孔可溶性固体基质包含适用于个人护理组合物中的水溶性增塑剂。在一个实施方案中, 一种或多种增塑剂的含量按所述可溶性多孔固体基质的重量计可为约 1% 至约 30%; 在另一个实施方案中为约 3% 至约 25%; 在另一个实施方案中为约 5% 至约 20%, 并且在另一个实施方案中为约 8% 至约 15%。适宜增塑剂的非限制性实例包括多元醇、共聚多元醇、多元羧酸、聚酯和聚二甲基硅氧烷共聚多元醇。可用的多元醇实例包括但不限于, 甘油、双甘油、丙二醇、乙二醇、丁二醇、戊二醇、环己烷二甲醇、己二醇、聚乙二醇 (200-600)、糖醇 (如山梨醇、甘露醇、乳糖醇)、以及其它一元和多元低分子量醇 (例如

C2-C8 醇) ;单糖、二糖和低聚糖,如果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖,以及高果糖玉米糖浆固体和抗坏血酸。适用于本文的多元羧酸实例公开于美国序列号 61/120,786 中。

[0062] 在一个实施方案中,增塑剂包括甘油或丙二醇,以及它们的组合。欧洲专利号 EP283165B1 公开了其它适宜的增塑剂,包括甘油衍生物,如丙氧基化甘油。

[0063] 4. 任选成分

[0064] 多孔可溶性固体基质还可包含已知用于或可用于个人护理组合物中的其它任选成分,前提条件是此类任选物质与本文描述的所选基本物质相容,或不会不适当地削弱个人护理组合物的性能。

[0065] 适宜的任选成分最通常为允许用于化妆品中以及描述于参考书中的那些材料,所述参考书如“CTFA Cosmetic Ingredient Handbook”第二版(The Cosmetic, Toiletries, and perfume Association, Inc.,1988,1992)。此类任选成分的实例公开于 2003 年 3 月 18 日提交的美国序列号 12/361,634、10/392422 ;和日期为 2003 年 11 月 20 日美国公布 2003/0215522A1 中。

[0066] 其它任选成分包括有机溶剂,尤其是用作聚合物结构剂以及用作干燥促进剂的水可混溶性溶剂和共溶剂。适宜有机溶剂的实例公开于美国序列号 12/361,634 中。其它任选成分包括:胶乳或乳液聚合物、增稠剂如水溶性聚合物、粘土、二氧化硅、乙二醇二硬脂酸酯、沉积助剂(包括凝聚层形成组份)。附加任选成分包括去头皮屑活性物质,包括但不限于 1-氧-2-巯基吡啶锌、硫化硒和公开于美国公布 2003/0215522A1 中的那些活性物质。

[0067] B. 包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层

[0068] 在一个实施方案中,所述可溶性多孔固体基质为吸附或分布在其上的包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层提供连续并且易进入的高表面积“架台”(“支柱”3-D 网络),形成高表面积薄涂层。该位置将涂层置于在使用期间直接接触水的位置,从胶囊包封中释放香料。

[0069] 在一个实施方案中,表面驻留涂层包含约 10%至约 100%;在另一个实施方案中约 25%至约 100%,并且在另一个实施方案中约 40%至约 100%的一种或多种淀粉香料复合物。在一个实施方案中,可溶性多孔固体基质与包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层的比率为约 110 : 1 至约 0.5 : 1,在另一个实施方案中为约 20 : 1 至约 1 : 1,在另一个实施方案中为约 10 : 1 至约 1.5 : 1,并且在另一个实施方案中为约 7 : 1 至约 3 : 1。

[0070] 淀粉香料复合物

[0071] 淀粉香料复合物中淀粉与香料的比率在一个实施方案中为约 0.5 : 1 至约 19 : 1,在另一个实施方案中为约 0.7 : 1 至约 6 : 1,并且在另一个实施方案中为约 1 : 1 至约 3 : 1。

[0072] 适用于本文的香料包括任何适用于个人护理产品中的香料,包括如下文定义的第一和第二香料的使用。

[0073] 第一香料

[0074] 本发明的个人护理组合物包含第一香料,其在使用之前(即,在将制品与水接触之前)提供所述制品期望的香味或无香味的/中性芳香。有香味的第一香料可包括任何香料或化学上适于局部应用至皮肤和适用于个人护理组合物的香料。

[0075] 第一香料在所述个人护理组合物中的浓度应有效地提供所需的香味,包括但不限

于无香味的。一般来讲,有香味的主要香料的浓度按所述固体制品的重量计为约0.0%至约30.0%,在一个实施方案中为约1%至约20%,在另一个实施方案中为约2%至约10%,并且在另一个实施方案中为约3%至约8%。第一香料可被包含于本发明个人护理组合物中作为游离香料。

[0076] 第二香料

[0077] 为了提供第二香料转换(如从一种香料转变到另一种),本发明第二香料应显著不同并与第一香料的组成截然不同,以便克服香料习惯性效应,并使第二香料完全覆盖第一香料而凸显。作为另外一种选择,其中期望在整个制品使用过程中使用相同的香料,所述第二香料应基本上相同并与第一香料的组成难于区别,以便提供单一的、连续的、持久的香料体验。

[0078] 一般来讲,按所述固体制品的重量计,本发明个人护理组合物可包含约0.1%至约30.0%的第二香料,在特定实施方案中约1%至约20%,在另一个实施方案中约2%至约10%,并且仍在另一个实施方案中约3%至约8%。

[0079] 适于局部施用到皮肤以及适用于个人护理组合物中的任何香料或香料化合物均可用作第二香料,然而它不作为游离香料包含于所述组合物中。所述第二香料将包含于不含表面活性剂并且水可释放的基质中。第二香料可选自由下列组成的组:香料、具有沸点小于约250℃的高挥发性香料材料、以及它们的混合物。此类香料将被包含于水可释放的基质中,所述基质由以下物质形成:如本文所述的胶囊包封材料。

[0080] 在一个实施方案中,第二香料选自ClogP大于约2并且气味检测阈值小于或等于50份每十亿份(ppb)的高影响谐香香料成分。一种或多种第一和/或第二香料可复合于由颗粒形式的淀粉或改性淀粉组成的水可释放性基质中。复合物中淀粉与香料的比率在一个实施方案中为约0.5:1至约19:1,在另一个实施方案中为约0.7:1至约6:1,并且在另一个实施方案中为约1:1至约3:1。

[0081] 淀粉

[0082] 本发明的淀粉香料复合物可来源于多种基于淀粉的材料,包括来源于谷物、块茎、根、豆类和果实的淀粉。天然淀粉源可包括玉米、豌豆、马铃薯、香蕉、大麦、小麦、稻米、西米、苋属植物、木薯、竹芋、美人蕉、高粱、燕麦、树薯、胶淀粉、以及它们的蜡质或高淀粉酶品种。

[0083] 淀粉基材料可包括使用本领域已知的任何改性方法改性的天然淀粉,包括物理改性淀粉,其实例包括经剪切的淀粉或经热抑制的淀粉;化学改性淀粉,包括已被交联、乙酰化和有机酯化、羟乙基化和羟丙基化、磷酸化、以及无机酯化的那些,其阳离子、阴离子、非离子、两性离子和两性离子衍生物,以及其琥珀酸盐和取代的琥珀酸盐衍生物;由任何淀粉衍生的转化产品,包括通过氧化、酶转化、酸性水解、加热或酸性糊精化制得的流体淀粉或稀糊淀粉,经热处理和/或剪切的产品也可用于本文中;以及本领域已知的预胶凝淀粉。

[0084] 适用于本文的淀粉基材料包括其中淀粉被胶凝化并且包含疏水性基团的那些,所述疏水性基团包括包含至少五个碳原子的烷基或烯基,或包含至少六个碳原子的芳烷基或芳烯基。在一个实施方案中,用于本发明的淀粉是淀粉酯。这些将通常具有0.01%至10%范围内的取代度。改性酯的烃部分应为C5至C16碳链。在一个实施方案中,所述酯为辛烯基琥珀酸酯。在另一个实施方案中,还可用于本发明中的是多种类型的辛烯基琥珀酸酯

(OSAN) 取代的蜡质玉米淀粉如 1) 酸解并且 OSAN 取代的蜡质淀粉, (2) 玉米糖浆固体共混物: OSAN 取代并且糊精化的蜡质淀粉, 3) 蜡质淀粉: OSAN 取代并且糊精化, 4) 玉米糖浆固体或麦芽糖糊精与蜡质淀粉的共混物: 酸解, OSAN 取代, 然后熬煮并且喷雾干燥, 5) 蜡质淀粉: 酸解, OSAN 取代, 然后熬煮并且喷雾干燥; 和 6) 高粘度和低粘度的上述改性物(基于酸处理的程度)。还适宜的是这些的混合物, 尤其是高粘度和低粘度改性淀粉的混合物。

[0085] 在一个实施方案中, 改性淀粉包括包含疏水性基团或疏水性和亲水性基团的淀粉衍生物, 其已被至少一种酶降解, 所述酶能够使淀粉分子的 1,4- 键自非还原端裂解, 以制得短链糖, 提供高度的抗氧化性, 同时基本上保持淀粉底物的高分子量部分。此类淀粉描述于 EP-A-922 449 中。

[0086] 淀粉或改性淀粉香料复合物还可包含淀粉或改性淀粉的增塑剂。适宜的实例包括单糖、二糖、低聚糖和麦芽糖糊精, 如葡萄糖、蔗糖、山梨醇、阿拉伯树胶、瓜耳胶和麦芽糖糊精。

[0087] 适用于本文的淀粉基材料包括酸改性淀粉、酶水解淀粉、辛烯基琥珀酸酐改性淀粉(OSAN 淀粉)、糊精化的 OSAN 淀粉、糊精、麦芽糖糊精、预胶凝蜡质玉米淀粉、以及它们的混合物。此类淀粉基材料的适宜实例包括但不限于由 Akzo Nobel (Bridgewater, NJ) 生产的 CAPSUL™、CAPSUL TA™、HI-CAP 100™、CAPSUL E™、NARLEX™ (ST 和 ST2)、和 N-LOK™; 由 Cargill Inc. (Cedar Rapids, Iowa) 生产的 EmCap™ 系列, 包括 12633、12634、12635、12639、12635 和 12671; 以及由 Tate & Lyle (Decatur, IL) 生产的 STA-DEX® 90 和 MIRA-CAP® 淀粉。适用于本发明的改性淀粉的其它实例公开于例如 WO 99/55819、WO 01/40430、EP-A-858828、EP-A-1160311 和美国专利 No. 5, 955, 419 中。

[0088] 如本发明所述的颗粒状淀粉香料复合物是无水的。然而, 因为工艺局限, 甚至在即刻制造完之后, 可能存在残余的水。通常发生水随后将再进入所述颗粒络合物, 例如在贮藏期间。水相不仅可包含水, 而且还可包含附加的水溶性组分, 如醇; 湿润剂, 包括多元醇(例如甘油和丙二醇); 活性物质如 d- 泛醇、维生素 B₃ 及其衍生物(如烟酰胺) 和植物提取物; 增稠剂和防腐剂。按所述胶囊包封重量计, 含水相相当于不超过 20%, 并且按所述粒状络合物重量计, 可含有约 0.001%, 但不超过约 20%, 不超过约 10%, 不超过约 5%, 或不超过约 2%。

[0089] 如本发明所述的颗粒状淀粉香料复合物可具有约 1 μm 至约 200 μm, 在另一个实施方案中约 2 μm 至约 100 μm, 并且在另一个实施方案中约 3 μm 至约 50 μm 的粒度。

[0090] 表面驻留涂层被应用到多孔可溶性固体基质上。在一个实施方案中, 所述表面驻留涂层为细粉形式。如图 1 所示, 在本发明的某些实施方案中, 所述个人护理制品 10 包含位于多孔可溶性固体基质 14 至少一部分表面上的表面驻留涂层 12。应当理解, 所述表面驻留涂层 12 不总是会邻近所述多孔可溶性固体基质 14。在某些实施方案中, 所述表面驻留涂层 12 会整个或部分渗透多孔可溶性固体基质 14。

[0091] 作为另外一种选择, 所述表面驻留涂层可被包含(如被包夹或包裹) 在所述个人护理制品或其部件内。此类表面驻留涂层可被喷雾、撒粉、喷撒、涂敷、表面印刷(如以期望的装饰品、装饰图案或图案的形状)、倾倒、注射到内部、浸或通过任何其它适宜的方法, 如通过使用沉淀器、筛或粉末床。在由图 3A、3B 和 4 所示的实施方案中, 所述个人护理制品 10 包含可位于所述多孔可溶性固体基质表面以下的表面驻留涂层。如图 3B 所示, 其为个人护

理制品 10 的剖面图,所述表面驻留涂层 24 位于所述多孔可溶性固体基质 26 的凹坑 22 内。

[0092] 现在参见图 2,在某些实施方案中,所述粉末被包夹在两个多孔可溶性固体基质之间,然后两个基质接合到一起(如通过用薄层的水和/或增塑剂密封相邻表面或边缘以便基本上不溶解所述多孔可溶性固体基质并应用压力以引起粘附力。在该实施方案中,所述个人护理制品 10 包含两个多孔可溶性固体基质 16、18,表面驻留涂层 20 位于其间。

[0093] 作为另外一种选择,在某些实施方案中,所述粉末可在一种折叠形成小袋的个人护理制品上,包住所述粉末。如图 4 所示,所述个人护理制品 10 包含包封在折叠的多孔可溶性固体基质 34 内的表面驻留涂层 32。

[0094] 本发明的表面驻留淀粉香料复合物涂层还可向个人护理制品赋予其它所期望的属性,包括但不限于改善的视觉外观。此外,本发明的表面驻留淀粉香料复合物涂层可提供附加有益效果,如赋予抗粘附特性以最大程度地降低制品对产品包装的黏粘,或在它们作为一堆制品递送的情况下最大程度地降低制品对其它制品的黏粘。

[0095] III. 个人护理制品的产品形式

[0096] 所述个人护理制品可以多种产品形式中的任一种形式制得,包括单独使用可溶性多孔固体基质与包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层,或与其它个人护理组分组合使用。无论何种产品形式,本文设想的产品形式实施方案包括选定和指定的个人护理制品,所述制品包含可溶性多孔固体基质和含淀粉香料复合物的表面驻留涂层的组合。

[0097] 在一个实施方案中,所述个人护理制品为一种或多种具有适当大小使消费者能容易处理的平纸片或垫块的形式。它可具有正方、长方或盘形形状,或任何其它适宜的形状。所述垫还可为连续条形式,包括在带状辊分配器上递送的条,其具有经由穿孔和/或切割机制提供的单独部分。作为另外一种选择,所述个人护理制品为一种或多种圆柱形物体、球形物体、管状物体或任何其它成型物体形式。

[0098] 所述个人护理制品可包含一种或多种纹理化、浅凹或形貌图案化的包括文字、标志或图案在内的表面。由于所述基底的最外表面包含相对于表面其它区域突起的部分,因此纹理化基底可由基底形状造成。凸起部分可由所形成的个人护理制品形状造成,例如所述个人护理制品起初可以浅凹状或网格状图案的形式形成。凸起部分还可以是由起绉加工、印花涂层、压花图案、层压到具有凸起部分的其它层上所产生的,或是由多孔可溶性固体基底自身物理形式所产生的。所述织纹状饰面还可为将一种多孔可溶性固体基质层压到有织纹的第二种多孔可溶性固体基质上的结果。在一个特定实施方案中,所述个人护理制品可用孔或槽刺入或贯穿所述多孔的固体。

[0099] IV. 制备方法

[0100] 个人护理制品可由下列方法制得,所述方法包括:(1) 制备加工混合物,所述预混合物包含一种或多种表面活性剂、可溶性聚合物结构剂和增塑剂;(2) 通过将气体引入到所述加工混合物中,将所述加工混合物充气,以形成充气的湿混合物;(3) 使充气的湿混合物形成所期望的一种或多种形状;(4) 干燥充过气的湿混合物以形成可溶性多孔固体基质;以及(5) 将包含粉末形式的淀粉香料复合物的表面驻留涂层施用到所述可溶性多孔固体基质上。

[0101] A. 加工混合物的制备

[0102] 一般通过在水、增塑剂、表面活性剂和其它任选成分的存在下,经由加热使聚合物

结构剂溶解,然后冷却来制备加工混合物。这可由任何适宜的热批料搅拌体系或经由任何适宜的连续体系实现,所述连续体系涉及单螺杆或双螺杆挤出,或同时具有高剪切或静态搅拌作用的换热器。可想像任何方法,使得所述聚合物最终在水、一种或多种表面活性剂、增塑剂以及其它任选成分的存在下溶解,包括通过将任何成分组合部分预混而进行的分步处理。

[0103] 本发明的加工混合物包含按干燥前所述加工混合物的重量计:约 15%至约 60%的固体,在一个实施方案中包含约 20%至约 55%的固体,在另一个实施方案中包含约 25%至约 50%的固体,并且在另一个实施方案中包含约 30%至约 45%的固体;并且具有约 2,500cps 至约 150,000cps,在一个实施方案中约 5,000cps 至约 100,000cps,在另一个实施方案中约 7,500cps 至约 75,000cps,并且在另一个实施方案约 10,000cps 至约 60,000cps 的粘度。

[0104] 固体%含量是所有固体、半固体和除水以及任何显著挥发性物质如低沸点醇以外的液体组分按总加工混合物重量计的重量百分比之和。所述加工混合物的粘度数值使用 TA Instruments AR500 Rheometer,在 1.0 秒的倒数的剪切速率下,在 23°C,用 4.0cm 直径的平行板和 1,200 微米间隙,30 秒的时间内测量。

[0105] B. 加工混合物的充气

[0106] 加工混合物的充气通过将气体引入到所述混合物实现。在一个实施方案中,这通过机械混合能量进行。在另一个实施方案中,这可通过化学方式实现。可通过任何适宜的机械加工方法来实现充气,所述方法包括但不限于:(i) 经由机械搅拌的间歇釜式充气,包括行星式搅拌器或其它适宜的搅拌容器,(ii) 用于食品工业的半连续或连续式充气(加压或不加压),或(iii) 喷雾干燥所述加工混合物以形成充过气的小珠或颗粒,所述小珠或颗粒能够被压缩,如在模具中加热压缩,以形成多孔固体。

[0107] 已发现在特定实施方案中,所述个人护理制品可在连续加压充气器中制得,所述充气器通常用于制备棉花糖的食品工业中。适宜的连续加压充气器包括 Morton 搅拌器(Morton Machine Co. (Motherwell, Scotland))、Oakes 连续自动搅拌器(E. T. Oakes Corporation(Hauppauge, New York))、Fedco 连续搅拌器(The Peerless Group(Sidney, Ohio))、和 Preswhip(Hosokawa Micron Group(Osaka, Japan))。

[0108] 充气还可使用化学发泡剂,通过泡腾剂体系,通过原位气体形成来实现(通过一种或多种成分的化学反应,包括形成二氧化碳(CO₂(g))。附加的可能是通过挥发性的发泡剂充气,如低沸点烃或醇,包括但不限于异戊烷、戊烷、异丁烯、乙醇等。

[0109] 在一个实施方案中,在高于环境温度但低于将导致任何组分不期望降解的任何温度下,将所述预混合物在充气工艺即将开始之前预加热。在一个实施方案中,所述混合物保持在高于约 40°C 且低于约 99°C,在另一个实施方案中高于约 50°C 且低于约 95°C,在另一个实施方案中高于约 60°C 且低于约 90°C。在一个实施方案中,当预混物在环境温度下粘度约 20,000cps 至约 150,000cps 时,应在充气步骤之前任选连续加热。在另一个实施方案中,在充气工艺期间应用附加的加热以在充气期间干燥并保持高温。这可通过由一种或多种表面传导性加热、注射蒸汽、用热水浴包围或其它加工方式实现。

[0110] 在一个实施方案中,充气的预混合物的润湿密度范围在约 0.12g/cm³ 至约 0.50g/cm³,范围内,在另一个实施方案中约 0.15g/cm³ 至约 0.45g/cm³,在另一个实施方案中约

0.20g/cm³ 至约 0.40g/cm³, 并且在另一个实施方案中约 0.25g/cm³ 至约 0.35g/cm³。

[0111] C. 形成充过气的湿加工混合物

[0112] 可由任何适宜的方法实现充过气的湿加工混合物的形成, 以形成具有一种或多种所期望形状的混合物, 所述方法包括但不限于 (i) 将充过气的混合物沉积到具有所需形状和尺寸的模具上, 所述模具具有不相互作用并且不胶粘的表面, 包括特铝、特氟隆、金属、HDPE、聚碳酸酯、氯丁橡胶、橡胶、LDPE、玻璃等; (ii) 将充过气的混合物沉积到泡孔中, 所述泡孔印迹在包含于浅盘内的干燥颗粒状淀粉内 (还被称为淀粉模制成型技术); 和 (iii) 将充过气的混合物沉积到连续束带或筛网上, 所述束带或筛网由任何不相互作用或不胶粘的材料构成, 如特氟隆、金属、HDPE、聚碳酸酯、氯丁橡胶、橡胶、LDPE、玻璃等等, 所述束带或筛网随后可被压印、切割、压花或存放在辊上。

[0113] D. 干燥所述充过气的润湿加工混合物成多孔可溶性固体基质

[0114] 可通过任何适宜的装置将形成的充过气的湿加工混合物干燥, 所述装置包括但不限于: (i) 烘干室, 包括具有可控温度和压力或大气条件的室; (ii) 干燥箱, 包括具有可控温度和任选湿度的非对流或对流式干燥箱; (iii) 卡车储罐干燥器 / 盘架干燥器; (iv) 多级嵌入式干燥器; (v) 冲击式干燥箱; (vi) 旋转式干燥箱 / 干燥器; (vii) 嵌入式烘烤器; (viii) 快速高传热干燥箱和干燥器; (ix) 双风箱烘烤器和 (x) 输送式干燥器, 以及它们的组合。可采用不包括冷冻干燥的任何适宜的干燥方法。

[0115] 所述干燥温度可在约 40°C 至约 200°C 范围内。在一个实施方案中, 所述干燥环境被加热至介于 100°C 和 150°C 之间的温度。在一个实施方案中, 干燥温度介于 105°C 和 145°C 之间。在另一个实施方案中, 所述干燥温度介于 110°C 和 140°C 之间。在另一个实施方案中, 所述干燥温度介于 115°C 和 135°C 之间。

[0116] 其它适宜的干燥环境包括“立体式加热”技术, 使用高频率电磁场, 如微波干燥和射频 (RF) 干燥。使用这些技术, 能量电磁地穿过充过气的润湿预混合物转移, 而不是通过传导或对流。

[0117] 可在上述四个加工步骤的任一个期间, 或甚至在干燥加工后, 加入任选成分。

[0118] E. 制备包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层

[0119] 包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层的制备可包括任何适宜的机械或物理方法, 以制得如本文所述的包含淀粉香料复合物的颗粒组合物。在一个实施方案中, 通过喷雾干燥制得本发明的淀粉香料复合物, 其中所述香料在高剪切下 (具有任选的乳化剂) 分散或乳化于包含溶解的淀粉基材料的含水组合物中, 然后喷雾干燥成细粉。所述任选乳化剂可包括阿拉伯树胶、特殊改性的淀粉、或其它在喷雾干燥领域所提出的表面活性剂 (参见 Flavor Encapsulation, Sara J. Risch 和 Gary A. Reineccius 编著, 第 9、45 至 54 页 (1988 年), 其以引用方式并入本文)。

[0120] 制备本发明淀粉香料复合物的其它已知方法可包括但不限于流化床附聚、挤出、冷却 / 结晶方法、以及使用相转移催化剂来促进界面聚合。

[0121] 作为另外一种选择, 香料油可吸附或吸收于前面经由多种机械混合方法 (喷雾干燥、桨式搅拌器、碾磨、粉碎等) 制得的淀粉基粉末中, 或与所述粉末混合。在一个实施方案中, 粒料或颗粒或其它固体基形式 (并且包含由供应商提供的任何微量杂质, 包括残余的溶剂和增塑剂) 的淀粉基材料可在香料的存在下, 经由机械装置如在研磨机或锤磨机中被

碾磨或粉碎成细粉。

[0122] 在一个实施方案中,本发明表面驻留涂层可具有约 $1\ \mu\text{m}$ 至约 $200\ \mu\text{m}$ 的粒度,在另一个实施方案中约 $2\ \mu\text{m}$ 至约 $100\ \mu\text{m}$,并且在另一个实施方案中约 $3\ \mu\text{m}$ 至约 $50\ \mu\text{m}$ 。

[0123] 在一些实施方案中,惰性填充剂可以在粉末生产和处理期间足以改善粉末流动特性并足以减轻颗粒间粘性或附聚的量,被包括在粒状络合物形成工艺中,或在粒状络合物形成之后被包括,例如淀粉辛烯基琥珀酸铝,并且以商品名 DRY-FLO[®] PC 得自 Akzo Nobel。在粒状络合物形成工艺期间,如本文所述其它任选的赋形剂或美容活性物质可被掺入到所述粉末中。所得的粉末还可与其它粉末,如本文所述的惰性材料或其它粉末活性物质络合物共混。

[0124] F. 将包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层与可溶性多孔固体基质组合

[0125] 可使用任何适宜的施用方法,将包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层涂布到个人护理制品上,使得它形成个人护理制品的一部分。例如,通过在施加粉末前将可溶性多孔固体基质的表面干燥至指定的含水量以使可溶性多孔固体基质能够具有发粘的表面,以有利于包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层粘附所述多孔固体。在一个实施方案中,所述可溶性多孔固体基质干燥至约 0.1% 至约 25% 的含水量,在一个实施方案中约 3% 至约 25%,在另一个实施方案中约 5% 至约 20%,并且在另一个实施方案中约 7% 至约 15%。作为另外一种选择,预先干燥的可溶性多孔固体基质表面可被制成在受控的湿度环境下,在应用所述粉末之前,可逆地吸收期望含量的空气中的水分特定的一段时间直至达到平衡。在一个实施方案中,将环境湿度控制在约 20% 至约 85% 相对湿度;在另一个实施方案中控制在约 30% 至约 75% 相对湿度;并且在另一个实施方案中控制在约 40% 至约 60% 相对湿度。

[0126] 在另一个实施方案中,所述多孔可溶性固体基质被置于包含或换句话讲暴露于所述粉末的袋、盘、带或转筒中并搅拌、滚动、刷、震动或摇动以施用和分布所述粉末,以批量或连续生产的方式。其它粉末施涂方法可包括粉末筛、静电涂层、摩擦起电、流化床、粉末涂覆枪、电晕枪、转筒机、静电流化床、电磁刷和 / 或喷粉橱。包含淀粉香料复合物的表面驻留涂层可被施加到可溶性多孔固体基质外表面的部分或整个区域上,并且可以以一定的方式施用以修饰、装饰、形成徽标、绘样等。

[0127] V. 测试方法

[0128] A. 溶解速率

[0129] 本发明所述个人护理制品具有使所述个人护理制品在用水应用的使用期间快速破裂的溶解率。所述个人护理制品的溶解率根据下述的一套方法确定。

[0130] 手动溶解方法:将 0.5 至 1.5g (如果为 3 至 10mm 厚的片材 / 垫子形式,大约 10 至 20 平方厘米) 所述的个人护理制品 (如本文实施例所述) 置于佩戴腈手套的手掌上。将 7.5cm^3 的温自来水 (约 30°C 至约 35°C) 通过注射器迅速地应用到所述个人护理组合物上。采用圆周运动,手掌在一起每次揉擦 2 个行程,直至发生溶解 (至多 30 个行程)。将手动溶解值记录为完全溶解所用的行程数,或记录为最大 30 个行程。就后一种情况而言,还记录未溶解材料的重量。

[0131] 本发明的个人护理制品具有约 1 至约 30 个行程,在一个实施方案中约 2 至约 25 个行程,在另一个实施方案中约 3 至约 20 个行程,并且在另一个实施方案中约 4 至约 15 个行程的手掌溶解值。

[0132] B. 厚度

[0133] 使用测微计或厚度计如 Mitutoyo Corporation 型号 IDS-1012E 的盘架式数字测微计 (Mitutoyo Corporation, 965 Corporate Blvd, Aurora, IL, USA 60504), 获得所述个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质的厚度。所述测微计具有 1 英寸直径的重约 32 克的台板, 其在约 40.7 phi (6.32 gm/cm²) 的施压下测定厚度。

[0134] 通过将台板升起, 将一部分样本放置在台板下的底座上, 小心地降低台板以接触所述样本, 释放台板, 并且根据数字读出, 测出以毫米为单位的样本基质的厚度, 来测定个人护理制品和 / 或多孔可溶性固体基质的厚度。所述样本应完全延伸至所述台板的整个边缘, 以确保在最低的可能表面压力下测定厚度, 除非是在不扁平的更刚性样本情况下。就不完全扁平的更刚性样本而言, 仅使用与样本扁平部分接触的一部分台板, 测定样本的扁平边缘。在相对于垫或条, 大多具有第三维度的圆柱形物体、球形物体或其它物体情况下, 所述厚度被认为是最短维度的最大距离, 即例如球形或圆柱形的直径, 并且厚度范围与上文所述相同。

[0135] C. 基重

[0136] 所述个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质的基重用所述个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质的重量每面积的选定的个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质来计算 (g/m²)。所述面积用所述个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质在平坦表面垂直于外边缘的投影面积来计算。由此就扁平物体而言, 所述面积根据样本外周边内包围的面积计算。由此就球形物体而言, 所述面积根据平均直径计算, 为 $3.14 \times (\text{直径} / 2)^2$ 。由此就圆柱形物体而言, 所述面积根据平均直径和平均长度计算, 为直径 x 长度。就不规则形状的三维物体而言, 所述面积根据投影到与具有最大外型尺寸的边垂直定向的平坦表面上的此边计算。

[0137] D. 固体密度

[0138] 本文所述的个人护理组合物的多孔可溶性固体基质可根据固体密度测定来表征。

[0139] 多孔可溶性固体基质的固体密度可通过所述固体的重量除以所述固体的已知体积确定。固体的体积可通过许多技术确定, 包括在已知 x-y 尺寸的模具内生产所述固体, 并测量所得的厚度以考虑在干燥工艺期间任何收缩或膨胀。所述固体还可被切割成已知 x-y 尺寸, 即通过使用已知直径或尺寸的圆型冲模或方型切割冲模, 然后通过测量厚度。作为另外一种选择, 在没有任何显著厚度变化的情况下, 可由下式计算密度: 计算出的密度 = 多孔固体基重 / (多孔固体平均厚度 × 1,000)。

[0140] E. 泡孔互连度

[0141] 本发明的个人护理制品和 / 或多孔可溶性固体基质具有高度的泡孔互连度, 即主要是开孔固体泡沫, 而不是主要为闭孔固体泡沫。泡孔互连度可由光学显微镜法、扫描电子显微镜法、显微计算机断层扫描成像参数 (星体积和 SMI 指数)、气体测比重参数 (开孔%)、或其它适宜的方法来评定。

[0142] 测定泡孔互连度的定量方法是经由光学显微镜法。这可通过使用剪刀或锐刀片, 在所述个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质 x-y 最大正交表面上测出的 z- 方向上切割 2-3mm 宽的长条, 并且将所得长条转 90 度以露出刚切割的横截面区域的内部泡孔结构来进行。可通过近距离目视观测, 或更精确的, 通过在立体显微镜如得自 Olympus

Olympus America Inc. (Center Valley, PA) 的 SZX12 立体显微镜下运用放大, 来评定此横截面区域。本发明开孔个人护理制品和 / 或多孔可溶性固体基质易于通过检查横截面区域的内部部分来识别, 所述横截面区域将包括主要为三维的支柱网络, 包括沿着横截面深度的第三维, 所述支柱周围具有彼此互连的敞开空隙空间。相反, 通过用于形成暴露的横截面区域的切割处理, 闭孔泡沫的内部横截面将呈现为被切开的离散泡沫, 并且仅在两维的横截面表面上互连。

[0143] 测定泡孔互连度的另一种方法是经由星体积和结构模型指数。使用显微计算机断层扫描体系 (μ CT80, SN 06071200, Scanco Medical AG), 扫描直径约 4cm 并且高 3 至 7mm 的盘状样本。使每个样本在平放在圆柱形管底部时成像。图像采集参数为 45kVp, 177 μ A, 51.2mm 视场, 800ms 整合时间, 1000 投影。调节薄片数目以覆盖样本高度。重建数据组包括大量图像, 每个的像素为 2048 \times 2048, 各向同性分辨率为 25 μ m。就数据分析而言, 选择完全位于样本内的受关注体积, 避免表面区域。典型的受关注体积为 1028 \times 772 \times 98 立体像素。

[0144] 采用阈值为 17 的 Scanco Medical 的骨小梁形态测量评定法来测定结构模型指数 (SMI)。使用该指数来量化骨小梁的结构外观 (参见 T. Hildebrand, P. Rüegsegger 的 “Quantification of bone microarchitecture with the structure model index”, Comp Meth Biomech Biomed Eng, 1997 ;1 :15-23)。在正交方向上将三角化表面伸展极少量, 并且计算新生骨的表面和体积。由此, 可确定骨表面的微商 (dBS/dr)。然后由下列公式表示 SMI :

$$[0145] \quad SMI = 6 \frac{BV \cdot \frac{dBS}{dr}}{BS^2}$$

[0146] SMI 涉及结构对模型类型的凸率。理想 (扁平) 的板具有的 SMI 为 0 (板伸展下表面无变化), 而理想的圆柱状杆具有的 SMI 为 3 (杆伸展下表面线性增加)。圆球具有的 SMI 为 4。凹面结构具有负的 dBS/dr, 获得负的 SMI 值。受关注体积边缘处的人为边界不包括在计算中, 因此将其消除。

[0147] 除了 Scanco Medical 分析以外, 还进行星体积测量。星体积是两相结构中空隙空间开放度的量度。通过在所关注相中 (在我们的情形下, 它是背景) 选择无规均匀分布的一系列点, 我们能够以随机方向自这些点中的每一个延伸出直线。所述直线延伸, 直至它们接触前景相。然后记录这些直线中每一个的长度。在每个方向上 (x/y/z) 取 10 个无规点样本, 并且在每个点处选择 10 个无规的角度。如果直线延伸至受关注 ROI 的边界, 则弃去所述直线 (我们仅希望接受与前景相实际相交的直线)。最终的公式基于 “Star volume in bone research” 中公布的研究成果, “A histomorphometric analysis of trabecular bone structure using vertical sections”; Vesterby, A. ; Anat Rec. ; 1993 年 2 月 ; 235(2) : 325-334 :

[0148]

$$\text{星体积} = \frac{4}{3} \pi \cdot \frac{\sum \text{dist}^3}{N}$$

[0149] 其中 “dist” 为个体间距, 并且 N 为所研究的直线数。

[0150] 经由气体测比重法测定百分比开孔含量。气体测比重法是使用气体置换方法精确测定体积的常见分析技术。使用惰性气体如氦气或氮气作为置换介质。将样本密封于已知

体积的装置隔室中,导入适当的惰性气体,然后膨胀至另一个精确的内部体积。测定膨胀前后的压力,并且用于计算样本体积。将该体积除以样本重量,得出气体置换密度。

[0151] ASTM 标准测试方法 D2856 采用较老的空气对比比重仪模型,提供了测定开孔百分比的方法。该装置不再生产。然而,通过实施采用 Micromeritics 的 AccuPyc 比重计的测试,你能够方便并且精确地测定开孔百分比。ASTM 方法 D2856 描述了用于测定泡沫材料开孔百分比的 5 种方法 (A、B、C、D 和 E)。

[0152] 就这些实验而言,可通过使用氮气和 ASTM foampyc 软件,采用 Accupyc1340 来分析样本。ASTM 方法中的方法 C 用于计算开孔百分比。该方法简单地将采用厚度和标准体积计算测得的几何体积与由 Accupyc 测得的真实体积进行比较。推荐由 Micromeritics Analytical Services, Inc. (One Micromeritics Dr, Suite 200, Norcross, GA 30093) 实施这些测定。与此技术相关的更多信息可见于 Micromeritics Analytical Services 网站 (www.particletesting.com 或 www.micromeritics.com), 或公布于 Clyde Orr 和 Paul Webb 的书籍“Analytical Methods in Fine particle Technology”中。

[0153] F. 泡孔壁厚度

[0154] 所述个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质的孔壁厚度由如本文所述的显微计算机断层摄影术系统 (μ CT80, SN 06071200, Scanco Medical AG) 从扫描图像计算出。根据采用 Scanco Medical 的骨小梁形态测量评定法测定骨小梁厚度所确定的方法,来测定泡孔壁厚度。取自 Scanco 使用手册中的骨小梁厚度定义:骨小梁厚度采用欧氏距离变换 (EDM),其计算前景中任何点距最近背景点的欧氏距离。骨小梁厚度量度代表与 EDM 局部最大值相关联的中线值的两倍,EDM 局部最大值代表距物体中央的距离 (该距离的两倍将获得厚度)。

[0155] G. 比表面积

[0156] 所述个人护理制品和 / 或所述多孔可溶性固体基质的比表面积通过气体吸附技术测量。表面积是分子级的固体样本暴露表面的量度。BET (Brunauer, Emmet 和 Teller) 理论是用于测定表面积的最流行模型,并且它基于气体吸附等温线。气体吸附采用物理吸附和毛细管冷凝来测定气体吸附等温线。所述技术由下列步骤概述:将样本放置于样本管中,并且在真空或流动的气体下加热以移除样本表面上的污物。通过从脱气样本 + 样本管重量中减去空样本管的重量,获得样本重量。然后将样本管放置在分析端口,并且开始分析。分析方法中的第一步是将样本管排空,然后在液氮温度下使用氦气,测定样本管的自由空间体积。然后将样本第二次排空,以去除氦气。然后仪器通过以使用者指定的间隔定量加入氦气体,直至达到所需的压力量度,开始采集吸附等温线。

[0157] 样本制备 (脱气):没有充分清除所吸附污染物的样本将在分析期间脱气,并且一部分表面将不被用于测定。脱气的目的是在分析前从样本表面上移除这些吸附的分子。吸附分子必须到达所述表面的所有部分,以展现真实的表面积。通过加热所述样本,同时将样本管排空,来制备样本。

[0158] 就这些实验而言,将样本在室温下排空脱气过夜。然后可使用 ASAP2420 和氦气吸附,分析样本。氦气比氮气优选,因为在液氮温度下它的饱和压力是氮气的约 1/300 (氦气:2.5 托;氮气:760 托)。因此,与氮气相比,同一相对压力下样本上方自由空间中存在约氦气分子数 1/300 的氮气分子。由于需要大致相同数目的氦气和氮气分子来形成单层,

因此该数表示所加入量的比例比氮气情况下大的多。可通过 Micromeritics Analytical Services, Inc. (One Micromeritics Dr, Suite 200, Norcross, GA 30093) 实施这些测定。与此技术相关的更多信息可见于 Micromeritics Analytical Services 网站 (www.particletesting.com 或 www.micromeritics.com), 或公布于 Clyde Orr 和 Paul Webb 的书籍“Analytical Methods in Fine particle Technology”中。

[0159] H. 表面驻留涂层的评价

[0160] 本发明包含淀粉-香料复合物的表面驻留涂层的存在可通过许多技术确定。为了检测颗粒或粉末涂层, 多孔可溶性固体基质涂敷的表面以及垂直于更大表面的横截面可通过微观技术检查。这些微观技术可包括光学显微镜法和扫描电子显微镜法 (SEM)。所述光学显微镜法可包括但不必须限制于明亮域、黑暗域或共焦的显微镜法技术。其它用于在横截面表面上标测单独元素如硅或特征性官能团如季铵基团的技术包括: 飞行时间次级离子质谱分析法 (ToF-SIMS) 或红外显微镜法。

[0161] 在不切割样本情况下, 观察颗粒自可溶性多孔固体基质表面至内部分布的可行方法包括: 显微计算机断层摄影术 (显微-CT)、磁共振成像法 (MRI)、声成像法、共焦荧光显微镜法、共焦拉曼光谱法、和共焦红外反射光谱法。

[0162] 在多孔可溶性固体基质横截面上表面驻留涂层颗粒的确定可通过比较颗粒横越所述多孔固体切割的横截面的分布来进行。具体地讲, 通过分析刚切割的固体暴露的横截面内部, 可以确定表面驻留涂层颗粒应存在于原固/气界面上 (涂层), 而不是在固体泡孔壁的暴露横截面内部。应当指出的是, 由于多孔固体的切割方法, 可能出现刚切割的固体泡孔壁横截面内部的某些污染。然而, 所述表面驻留涂层优势颗粒 (在一个实施方案中约 50% 至约 100%) 分布将发生在原固/气界面上而不是在泡孔壁暴露的切割横截面内部。

[0163] 还应当指出的是, 本发明的表面驻留涂层颗粒一般不均匀分布在所有暴露的固/气界面处。相反, 已发现, 本发明的表面驻留涂层通常根据重力, 从涂层施加点向孔腔内散布至约 0.5 至约 3.0mm。因此, 应在多孔固体的多个不同顶部至底部横截面和边缘至边缘横截面上, 实施本发明美容活性物质表面驻留颗粒的测定 (如上所述)。如果存在, 所述表面驻留美容活性物质颗粒一般位于首先施加涂层的表面区域附近 (距所述表面约 0.5 至约 3.0mm 内)。

[0164] I. 香料专家小组

[0165] 香料感觉专家小组在标准的洗发剂规程方案内实施定量所述香料性能, 如下文所述, 用三个专家香料师以 1 至 100 标度评价气味特征和气味强度 (无气味至可能最强烈的气味)。将零售的液体洗发剂产品包括在每个小组内作为对照的一项 (草本精华洗发剂, 由 Procter & Gamble 分销)。

[0166] 所述香料专家小组的评价在 15g/10" 平直的东方人原始头发簇上进行。使用淋浴喷嘴, 采用 100° F 自来水以 1.5 至 2.0 加仑/分钟速率将所述发簇冲洗 20 秒。为了测试所述液体对照产品, 所述液体首先在一个开口的玻璃广口瓶中被闻纯产品的气味。然后将 5cm³ 的液体产品施用到预先润湿的手掌上用于评价在手上的初始香料浓郁度。接下来, 用手掌将液体施用到所述发簇的中央并通过用两手向下运动反复摩擦和挤压所述发簇起泡 40 秒, 用于在发簇上泡沫气味评价。然后将所述发簇彻底冲洗 45 秒并评价润湿毛发的的气味。附加的评价包括 4 小时潮湿毛发气味, 24 小时干燥毛发气味和 24 小时再润湿气味。

[0167] 当测试本发明可溶性多孔固体时,用垫片形式的基质(大约 1.0 至 1.1 克)替代 5cm³ 的液体。为了测量多孔可溶性固体,所述垫块首先在新近开口的封套中被闻,用于纯产品的气味。然后将所述垫块施用到预先润湿的手掌上,并用 7.5ml 100° F 的自来水稀释,随着手掌摩擦(4 至 8 个行程)直至所述固体完全溶解,用于在手上初始香料浓郁度评价。接下来,用手掌将所得的液体混合物施用到所述发簇的中央并通过用两手向下运动反复摩擦和挤压所述发簇起泡 40 秒,用于在发簇上泡沫气味评价。然后如上所述,将所述发簇彻底冲洗 45 秒并评价润湿毛发气味,4 小时潮湿毛发气味,24 小时干燥毛发气味和 24 小时再润湿气味。

[0168] IV. 使用方法

[0169] 本发明的组合物可用于处理哺乳动物角质组织如毛发和 / 或头皮,并且提供可快速冲洗性能。调理毛发的方法可包括下列步骤:a) 向手掌施用有效量的个人护理产品,b) 用水润湿所述个人护理产品并且摩擦以溶解所述固体,c) 将溶解的物质施用到毛发或头皮上,以例如处理,和 d) 用水将稀释的处理物从毛发或头皮上冲洗去。这些步骤可按需要重复许多次,以达到所期望的处理有益效果。

[0170] V. 实施例

[0171] 以下实施例进一步描述和例证了本发明保护范围内的实施方案。所给出的这些实施例仅仅是说明性的,不可理解为是对本发明的限制,因为在不背离本发明精神和范围的条件可以进行许多更改。除非另外指明,所有示例的量均为按总组合物的重量计的浓度,即,wt/wt 百分比。

[0172] 实施例 1:可溶性多孔固体洗发剂基质的制备

[0173] 下列表面活性剂 / 聚合物液体加工组合物以标明的重量百分比制备,如下表 1 中所述。

[0174] 表 1

| | |
|-------------------------------|------|
| 甘油 | 3.2 |
| 聚乙烯醇 ¹ | 8.1 |
| 月桂酰两性基乙酸钠(26%活性) ² | 31.8 |
| 月桂基聚氧乙烯醚-3 硫酸铵(25%活性) | 4.9 |
| 十一烷基硫酸铵(24%活性) | 19.9 |
| 月桂基聚氧乙烯醚-1 硫酸铵(70%活性) | 8.0 |
| 阳离子纤维素 ³ | 0.5 |
| 柠檬酸 | 1.6 |

[0175]

[0176]

| | |
|---------|--------|
| 蒸馏水 | 22.0 |
| 总计 | 100.0 |
| pH | 5.8 |
| 粘度 (cp) | 35,400 |

[0177] ¹Sigma-Aldrich 目录号 363081, MW 85,000-124,000, 87-89% 水解

[0178] ²McIntyre Group Ltd (University Park, IL), Mackam HPL-28ULS

[0179] ³UCARE™ Polymer LR-400, 得自 Amerchol Corporation (Plaquemine, Louisiana)

[0180] 通过使用常规的塔顶搅拌器 (IKA® RW20DZM Stirrer, 得自 IKA® Works, Inc., Wilmington, DE) 和热板 (Corning Incorporated Life Sciences, Lowell, MA) 制备 300 克目标重量的上述组合物。向适宜大小的洁净容器中加入蒸馏水和甘油, 同时以 100-150rpm 速率搅拌。然后当存在时, 将阳离子聚合物在恒定搅拌下缓慢加入, 直至均匀。称量聚乙烯醇入适宜的容器中, 并且使用药匙以小增量缓慢加入到主混合物中, 同时持续搅拌, 以避免形成明显的团块。调节搅拌速度以使泡沫形成最小化。将混合物缓慢加热至 80°C 之后, 加入表面活性剂。然后将所述混合物加热至 85°C, 同时持续搅拌, 然后使其冷却至室温。添加附加的蒸馏水以补偿蒸发损失的水 (基于容器初始的皮重)。最终 pH 介于 5.2 至 6.6 期间, 如果需要, 并用柠檬酸或稀氢氧化钠调节。测定所得加工混合物的粘度。

[0181] 如下表 2 所述, 可溶性多孔固体基质 (在本文实施例中可称作“基质”) 由上述液体加工混合物制备。

[0182] 表 2

[0183]

| | |
|-------------------------------|------|
| 充气时间 (秒) | 62 |
| 湿密度 (g/cm ³) | 0.26 |
| 烤箱温度 (°C) | 130 |
| 干燥时间 (分钟) | 38 |
| 干燥基质平均重量 (g) | 1.10 |
| 干燥基质平均厚度 (cm) | 0.62 |
| 基质平均收缩 (%) | 4.6% |
| 干燥基质平均密度 (g/cm ³) | 0.11 |
| 平均基重 (g/m ²) | 650 |

[0184] 在 70°C 下将 300 克的加工混合物 (得自实施例 1) 储藏在对流炉内超过两小时以预加热所述加工混合物。然后将所述混合物转移至预加热 KITCHENAID® Mixer Model K5SS (得自 Hobart Corporation, Troy, OH) 5 夸脱的不锈钢碗 (通过置于 70°C 炉子超过 15

分钟),所述碗配备平板式打夯机连接件和包含 70 至 75°C 自来水的水浴连接件。将所述混合物以设置为 10 的最大速率剧烈充气,直至获得大约 0.26 克/cm³ 的润湿密度(时间记录在表中)通过称量已知体积并且用刮刀将杯顶刮平的填充杯的重量,测得密度。然后用刮刀将充过气的所得混合物铺展到 160mm×160mm 并且深 6.5mm 的正方形铝模中,用以 45° 角握持并且在模具表面上均匀缓慢移动的金属大刮刀的直刀刃移除过量的湿泡沫。然后将所述铝模具置于 130°C 的对流炉中大约 35 至 45 分钟。使模具冷却至室温,在薄刮刀和镊子的辅助下从模具中取出基本上干燥的多孔固体。

[0185] 使用切割冲模和 Samco SB20 切割机将每个所得的 160mm×160mm 正方形基质切割成九个 43mm×43mm 正方形(具有圆形边缘)(每个正方形具有大约 16.9cm² 的表面积)。然后将所得的较小的基质在敞开于室内空气的大自封袋内,在保持在 70° F 和 50% 相对湿度恒定环境室内平衡过夜(14 小时)。然后称重每个基质并将初始模具一侧面面向下放置于独立的称量皿中。记录平均基质重量和基质收缩度(基于最初 6.5mm 模具深度)。并且通过将基质平均重量除以 0.00169 平方米计算基重。所得的基质厚度用数字测径器测量并记录。所述自封袋在 50% 相对湿度环境内密封。

[0186] 实施例 2:可溶性多孔固体洗发剂基质的结构表征下表 3 总结了对实施例 1 中的可溶性多孔洗发剂固体进行的结构测量和定性物理完整性评定。还拍摄了 SEM 和显微-CT 图像,参见于附图中。由本文所述方法收集所述数据。

[0187] 表 3

[0188]

| 实施例 | Kr BET 表面积 | 比重 开孔% | 显微-CT 泡孔壁厚 | 显微 -CT 星 | 微 -CT SMI 指 | SEM 图像 | MCT 图像 |
|-----|---------------|-----------|---------------|-------------|-------------------|-----------|-----------|
|-----|---------------|-----------|---------------|-------------|-------------------|-----------|-----------|

[0189]

| | (m ² /g) | | 度 (mm) | 体 积 (mm ³) | 数 | | |
|-------|---------------------|-------|--------|---------------------------|-----|-----|-----|
| 实施例 1 | 0.036 | 89.1% | 0.074 | 5.1 | 1.5 | 图 5 | 图 6 |

[0190] 上述数据和参考图像展示,实施例 1 中的可溶性多孔固体洗发剂主要是开孔的,并且具有优良的物理完整性。相应地,主要为开孔的可溶性多孔洗发剂固体还在如本文所述的模拟手掌溶解方案中表现出快速溶解性能(6 至 8 个行程)。

[0191] 实施例 3:表面涂布包含 50.1% 香料 1a 的淀粉香料复合物的可溶性多孔固体洗发剂基质

[0192] 香料 1a 的淀粉香料复合物以编号 EXP 5594 得自 Akzo Nobel (10 Funderne Ave., Bridgewater NJ, 07080)。据供应商报导,香料 1a 经由喷雾干燥方法,以按所述复合物的重量计约 50.1% 的量与改性淀粉复合,并且所得复合物为自由流动的细粉形式。

[0193] 将得自实施例 1 的可溶性多孔固体洗发剂基质(和相应的称量皿)从密封的塑料袋中取出,并且在 4 位重量天平上配衡。然后将香料 1a 的淀粉香料复合物施用到每个基质

的表面上。通过在包含过量淀粉香料复合物的盘子（或其它适宜的容器）上轻轻地将所述基质以左右摇摆的方式摇动十次（对另一面重复所述过程），用淀粉香料复合物粉末涂布所述基质。然后将所得的粉末涂敷的基质拿起来（用带手套的手）并轻轻地摇动并轻打若干次以移除任何过量的没有充分粘附到所述基质上的粉末。将施加的香料 1a 改性淀粉香料复合物的所得重量报导于下表中。然后将其称量舟皿内的基质放回到自封袋中并密封隔绝空气。对余下的基质重复该粉末施加过程。

[0194] 获得的最终重量示于下表 4 中：

[0195] 表 4

| 基质序号 | 初始基质重量 | 施加的香料 1a 淀粉香料复合物的重量 |
|----------|--------|---------------------|
| [0196] 1 | 1.091 | 0.191 |
| 2 | 1.060 | 0.181 |
| 3 | 1.141 | 0.147 |
| 4 | 1.073 | 0.139 |
| 5 | 1.227 | 0.197 |
| [0197] 6 | 1.225 | 0.197 |
| 7 | 1.156 | 0.150 |
| 平均 | 1.139 | 0.172 |
| 标准偏差 | 0.069 | 0.025 |

[0198] 实施例 4：表面涂布包含 53.9% 香料 1a 的淀粉香料复合物的可溶性多孔固体洗发剂基质

[0199] 香料 1a 的淀粉香料复合物以编号 EXP 5595 得自 Akzo Nobel (10 Funderne Ave., Bridgewater NJ, 07080)。据供应商报导，香料 1a 经由喷雾干燥方法，以按所述复合物的重量计约 53.9% 的量与改性淀粉复合，并且所得复合物为自由流动的细粉形式。

[0200] 依照如实施例 3 中所述的相同配方和方法，制备可溶性多孔基质，但是用包含 53.9% 香料 1a 的不同淀粉香料复合物替代包含 50.1% 香料 1a 的淀粉香料复合物。

[0201] 获得的最终重量示于下表 5 中：

[0202] 表 5

[0203]

| 基质序号 | 初始基质重量 | 施加的香料 1a 淀粉香料复合物的重量 |
|------|--------|---------------------|
| 1 | 1.229 | 0.187 |
| 2 | 1.230 | 0.165 |
| 3 | 1.043 | 0.130 |
| 4 | 1.182 | 0.175 |
| 5 | 1.184 | 0.125 |
| 6 | 1.189 | 0.162 |
| 7 | 1.101 | 0.144 |
| 平均 | 1.165 | 0.155 |
| 标准偏差 | 0.069 | 0.023 |

[0204] 实施例 5: 表面涂布包含 51.9% 香料 1b 的淀粉香料复合物的可溶性多孔固体洗发剂基质

[0205] 香料 1b 的淀粉香料复合物以编号 EXP 5596 得自 Akzo Nobel (10 Finderne Ave., Bridgewater NJ, 07080)。据供应商报导, 香料 1b 经由喷雾干燥方法, 以按所述复合物的重量计约 51.9% 的量与淀粉复合, 并且所得复合物为自由流动的细粉形式。

[0206] 依照如实施例 3 中所述的相同配方和方法, 制备可溶性多孔基质, 但是用包含 51.9% 香料 1b 的不同淀粉香料复合物替代包含 50.1% 香料 1a 的淀粉香料复合物。所得最终重量示于下表 6 中:

[0207] 表 6

[0208]

| 基质序号 | 初始可溶性多孔固体基质重量 | 施加的香料 1b 淀粉香料复合物的重量 |
|------|---------------|---------------------|
| 1 | 1.176 | 0.130 |
| 2 | 1.214 | 0.145 |
| 3 | 1.095 | 0.155 |
| 4 | 1.128 | 0.145 |
| 5 | 1.079 | 0.156 |
| 6 | 1.197 | 0.155 |
| 7 | 1.208 | 0.187 |
| 平均 | 1.157 | 0.153 |
| 标准偏差 | 0.056 | 0.018 |

[0209] 实施例 6:表面涂布包含 56.6% 香料 1b 的淀粉香料复合物的可溶性多孔固体洗发剂基质

[0210] 香料 1b 的淀粉香料复合物以编号 EXP 5597 得自 Akzo Nobel (10Finderne Ave., Bridgewater NJ, 07080)。据供应商报导, 香料 1b 经由喷雾干燥方法, 以按所述复合物的重量计约 56.6% 的量与淀粉复合, 并且所得复合物为自由流动的细粉形式。

[0211] 依照如实施例 3 中所述的相同配方和方法, 制备可溶性多孔固体洗发剂基质, 但是涂层包含的含 50.1% 香料 1a 的淀粉香料复合物替换为含 56.6% 香料 1b 的不同淀粉香料复合物。

[0212] 所得最终重量示于下表 7 中:

[0213] 表 7

[0214]

| 基质序号 | 初始可溶性多孔固体基质重量 | 施加的香料 1b 淀粉香料复合物的重量 |
|------|---------------|---------------------|
| 1 | 1.161 | 0.171 |
| 2 | 1.110 | 0.148 |
| 3 | 1.068 | 0.136 |
| 4 | 1.166 | 0.139 |
| 5 | 1.102 | 0.155 |
| 6 | 1.983 | 0.156 |
| 7 | 1.168 | 0.157 |
| 平均 | 1.251142857 | 0.151714286 |
| 标准偏差 | 0.324963808 | 0.011912379 |

[0215] 实施例 7:具有氨基硅氧烷表面涂层、香料 1c 表面涂层、表面涂覆的第二香料 2a 淀粉香料复合物、和表面涂覆的第二香料 2a 硅酸钙复合物的可溶性多孔固体洗发剂基质

[0216] 将得自实施例 1 的可溶性多孔固体洗发剂基质 (和相应的称量舟皿) 从密封的塑料袋中取出, 并且在 4 位重量天平上配衡。用具有玻璃管和柱塞的正压可调微量分注器, 将 65 微升氨基硅氧烷流体 (得自 Momentive, Performance Materials, Albany, NY, 产品编号 65850 Y-14945, 25°C 下的粘度为 14, 500cps, 并且胺含量为 0.050meq/g) 涂布到基质顶部表面上 (干燥过程期间暴露于大气的一面, 并且与生产期间接触铝模具的面相对)。通过将五滴 (每滴约占总体积的 1/5) 氨基硅氧烷流体放置在五个位点处 (基质中央和四角), 来分配氨基硅氧烷流体。使用玻璃管的一端, 将氨基硅氧烷流体尽可能均匀地分布在基质顶部表面上。将称量舟皿放回到天平上, 并且记录加入的氨基硅氧烷流体重量。施加在该研究中所用的 14 种不同基质上的氨基硅氧烷流体的平均重量为 0.060 克, 标准偏差为 0.003 克。

[0217] 稍后 (几小时后) 将其称量舟皿内的第一基质从自封袋中移出, 并且在 4 位重量

天平上再次配衡。在通风柜内,将可溶性多孔固体洗发剂基质安装在以约 60 度的角度放置不锈钢架上,所述架子具有凹痕支撑基质防止下滑,并且在板上具有一个孔,以便通过从架子背面推动,易于将所述基质从底座上取出。重要的是,所述基质的顶部表面(在干燥炉中暴露于空气的那一侧且与在干燥工艺期间直接接触所述铝模具的那一侧相反的)远离所述架子。用香料油 1c(与实施例 1 中提及的香料 1c 相同的香料油)填充具有泵式喷雾器的小玻璃瓶,然后自相距 2 至 3 英寸处,喷雾到固体表面上。然后将固体从架子上取下,并且放回到天平上的称量舟皿内,顶面朝上。记录涂敷的香料的重量,并且在目标重量没有达到的情况下,要么涂敷另一次喷射量,要么用 Kim 擦拭物从所述基质上吸收掉过量的香料。重复该迭代工艺直至达到所述目标重量范围。所施加的香料 1c 的目标量为 0.06 克。靠在小称量皿上所得的基质被储存在自封袋内并密封隔绝空气。对实施例 1 的后续基质,重复上述方法。

[0218] 使用 Flacktek Speemixer™ DAC400FV(得自 HAUSCHILD, Waterkamp 1, 509075 Hamm, Germany) 和四位重量天平,制备第二香料 2a 的硅酸钙复合物。将 5 克硅酸钙(Hubersorb 600,由 Huber Engineered Materials(Havre de Grace, MD) 提供,并且据供应商报导,具有 oil absorption of 475cc/100g 的吸油率,和 6 微米的平均粒度,300m²/g 的 BET 表面积,和 81lb/CFT 的堆积密度)称量至 Flacktek Speedmixer 60max 广口瓶中。然后使用移液管将 5 克第二香料油 2a 称量至同一 60max 广口瓶中。然后用相应的封盖将所述广口瓶密封,并且以 2750rpm 的速率快速混合约 60 秒。因此,所述高影响香料谐香剂 2a 以按所述复合物的重量计约 50% 的量复合,并且所得复合物为自由流动的细粉形式。

[0219] 第二香料 2a 的淀粉香料复合物以编号 EXP 5676 得自 Akzo Nobel(10 Funderne Ave., Bridgewater NJ 07080)。据供应商报导,香料 1a 经由喷雾干燥方法,以按所述复合物的重量计约 41.3% 的量与淀粉复合,并且所得复合物为自由流动的细粉形式。

[0220] 使用 Flacktek Speemixer™ DAC400FV,将第二香料 2a 的硅酸钙复合物与第二香料 2a 的淀粉香料复合物以前者相对于后者 30 比 70 的重量比共混在一起。将 0.6 克硅酸钙香料复合物和 1.4 克淀粉香料复合物称量至 Flacktek Speedmixer 60max 广口瓶中。然后用相应的封盖将所述广口瓶密封,并且以 2750rpm 的速率快速混合约 35 秒。所得共混粉末中高影响香料谐香剂 2a 的重量百分比按混合粉末的重量计为约 43.9%,并且所得粉末共混物为自由流动的细粉形式。

[0221] 依照如实施例 3 中所述的相同方法,将粉末共混物施加到基质上,但是用上述第二香料 2a 硅酸钙复合物与第二香料 2a 淀粉香料复合物的粉末共混物,替代包含 53.9% 香料 1a 的淀粉香料复合物。使基质加载 0.151 克粉末共混物,已进行香料感觉专家小组评价。

[0222] 香料感觉专家小组评价

[0223] 表 8 总结了通过将得自实施例 3、4、5 和 6 的具有不同第一香料 1a 和 1b 淀粉香料复合物的表面驻留涂层的可溶性多孔固体基质与零售的 Herbal Essences Drama Clean 液体洗发剂产品对照物进行比较,得出的香料感觉专家小组评价数据。由本文所述方法收集所述数据。

[0224] 表 8

[0225] 强度标度 1 至 100(无气味至可能最强烈的)

[0226]

| 产品 | 纯产 品气 味 | 浓郁度 (在手 上) | 起泡 (在发 簇上) | 润湿 | 4小时 (潮 湿) | 24小 时 | 24小时 (再润 湿/梳理) |
|--|---------------------|-----------------------|-----------------------|----------------|-----------------|----------|----------------------|
| 草本精华清洁 洗发剂参考 产品编号 (L)71525395TA) | 桃香 果香 柑橘 香 | 75 桃香果 香柑橘 香 | 80 桃香果 香柑橘 香 | 40 桃香 麝香 | 30 | 15/20 | 15 |
| 实施例 3: 表面 涂覆包含 50.1% 香料 1a 的淀粉 香料复合物的 可溶性多孔固 体洗发剂 | 桃香 清香 醛香 | 80 好 | 80 | 55 桃香 | 40/45 | 20/25 | 15/20 |
| 实施例 4: 表面 | “ | 75 | 70/75 | 50 | 40 | 20 | 15/20 |

[0227]

| | | | | | | | |
|--|-----------------------------|-------|----|----------------|----|----------------------|-------|
| 涂覆包含 53.9% 香料 1a 的淀粉 香料复合物的 可溶性多孔固 体洗发剂 | | | | 醛香 | | | |
| 实施例 5: 表面 涂覆包含 51.9% 香料 1b 的淀粉 香料复合物的 可溶性多孔固 体洗发剂 | 果香 清香 柑 橘 香 醛 香 | 75/80 | 80 | 50 柑 橘 香 | 40 | 25 浓郁 芒 果 香 | 15/20 |
| 实施例 6: 表面 涂覆包含 56.6% 香料 1b 的淀粉 香料复合物的 可溶性多孔固 体洗发剂 | “ | 80 | 80 | 50 柑 橘 香 | 40 | 20/25 | 15/20 |

[0228] 上述数据示出,与零售的 Herbal Essences Drama Clean 液体洗发剂对照物产品相比,具有包含本发明淀粉香料复合物的表面驻留涂层的可溶性多孔固体基质在润湿、4 小时和 24 小时时间点处毛发上香味持久性方面提供改善的专家小组感觉。

[0229] 表 9 总结了通过将得自实施例 7 的具有氨基硅氧烷表面涂层、香料 1c 表面涂层、表面涂覆的第二香料 2a 淀粉香料复合物、和表面涂覆的第二香料 2a 硅酸钙复合物的可溶性多孔固体洗发剂基质与零售的 Herbal Essences Drama Clean 液体洗发剂产品对照物进行比较,得出的香料感觉专家小组评价数据。由本文所述方法收集所述数据。

[0230] 表 9

[0231] 强度标度 1 至 100 (无气味至可能最强烈的)

[0232]

| 产品 | 纯产浓郁 品气度 味 (在 手上) | 75/80 | 75/80 | 45/50 | 30 | 10 | 5 | 5 |
|---|----------------------------|-----------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|---------------------|-----------|------------------------------|
| | | | 起 泡 (在 发 簇 上) | 润 湿 (稍 微 潮 湿) | 7 小 时 (稍 潮 湿) | 24 小 时 | 48 小 时 | 48 小 时 (再 润 湿 / 梳 理) |
| 草本精华清洁 洗发剂基准 | 桃香 柑 橘 香 | 75/80 | 75/80 | 45/50 桃香 | 30 | 10 | 5 | 5 |
| 实施例 7: 具有 氨基硅氧烷表 面涂层、香料 1c 表面涂层、表面 涂覆的第二香 料 2a 淀粉香料 复合物、和表面 涂覆的第二香 料 2a 硅酸钙复 合物的可溶性 多孔固体洗发 剂 | 清香 花香 | 80 玫 瑰 香 清 香 | 80 | 65/70 玫 瑰 香 | 60/65 | 20/25 清 香 花 香 | 5/10 | 25/30 清 香 花 香 |

[0233] 上述数据示出,与零售的 Herbal Essences Drama Clean 液体洗发剂对照物产品相比,本发明具有氨基硅氧烷表面涂层、香料 1c 表面涂层、表面涂覆的第二香料 2a 淀粉香料复合物、和表面涂覆的第二香料 2a 硅酸钙复合物的可溶性多孔固体基质在润湿、7 小时、24 小时和 48 小时时间点处毛发上香味持久性方面提供改善的专家小组感觉。

[0234] 注意到,本文所公开的任何活性物质和 / 或组合物能够用于制品中和 / 或与制品一起使用,并且具体地讲是下列美国专利申请中 (包括对其要求优先权的任何公布) 公开的家庭护理制品:US 61/229981;US 61/229986;US61/229990;US 61/229996;US 61/230000;和 US 61/230004。此类制品可包含一种或多种下列物质:去污表面活性剂;增塑剂;酶;抑泡剂;促泡剂;漂白剂;漂白稳定剂;螯合剂;清洁溶剂;水溶助长剂;二价离子;织物软化剂添加剂 (例如季铵化合物);非离子表面活性剂;香料;和 / 或香料递送体系。此类制品可用于方法中,所述方法包括但不限于:定量加入到洗衣机中以清洁和 / 或处理织物;定量加入到洗碗碟机中以清洁和 / 或处理餐具;以及定量加入到水中以清洁和 / 或处理织物和 / 或硬质表面。

[0235] 所有引用文献的相关部分均引入本文以供参考;任何文献的引用都不可解释为是对其作为本发明的现有技术的认可。

[0236] 尽管已用具体实施方案来说明和描述了本发明,但对于本领域的技术人员显而易见的是,在不背离本发明的精神和保护范围的情况下可作出许多其它的变化和修改。因此,有意识地在附加的权利要求书中包括本发明范围内的所有这些变化和修改。

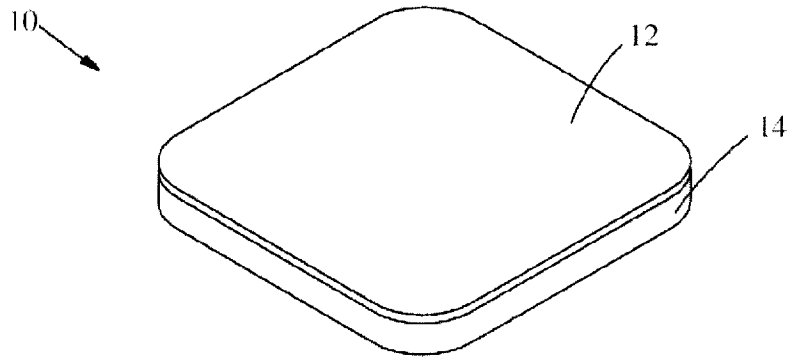


图 1

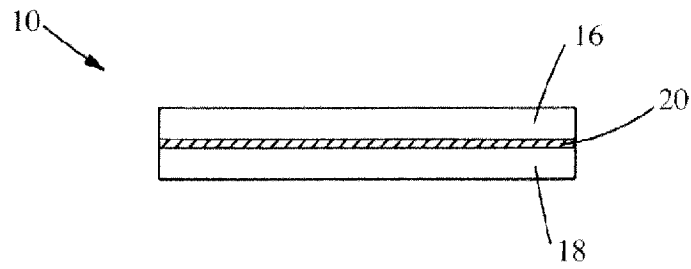


图 2

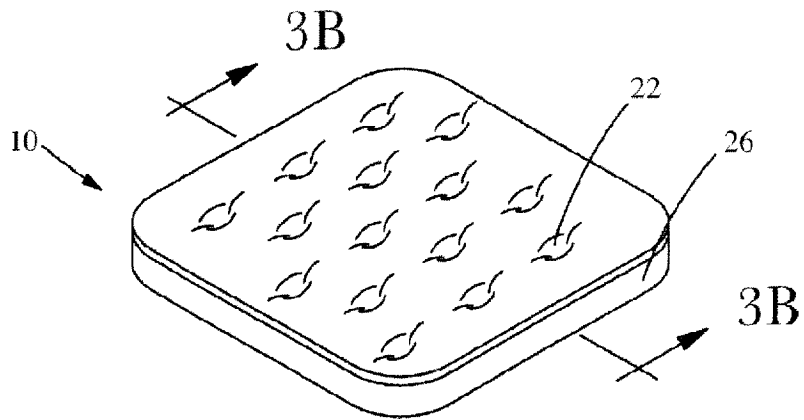


图 3A

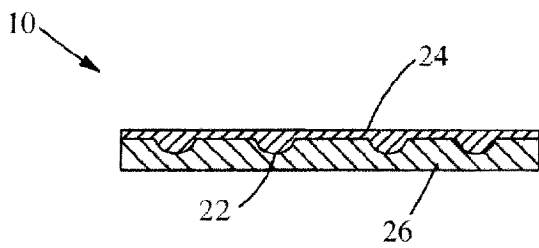


图 3B

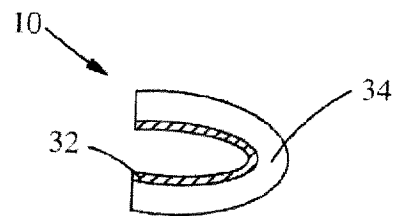


图 4

可溶性多孔洗发剂固体的微-CT 3-D图像

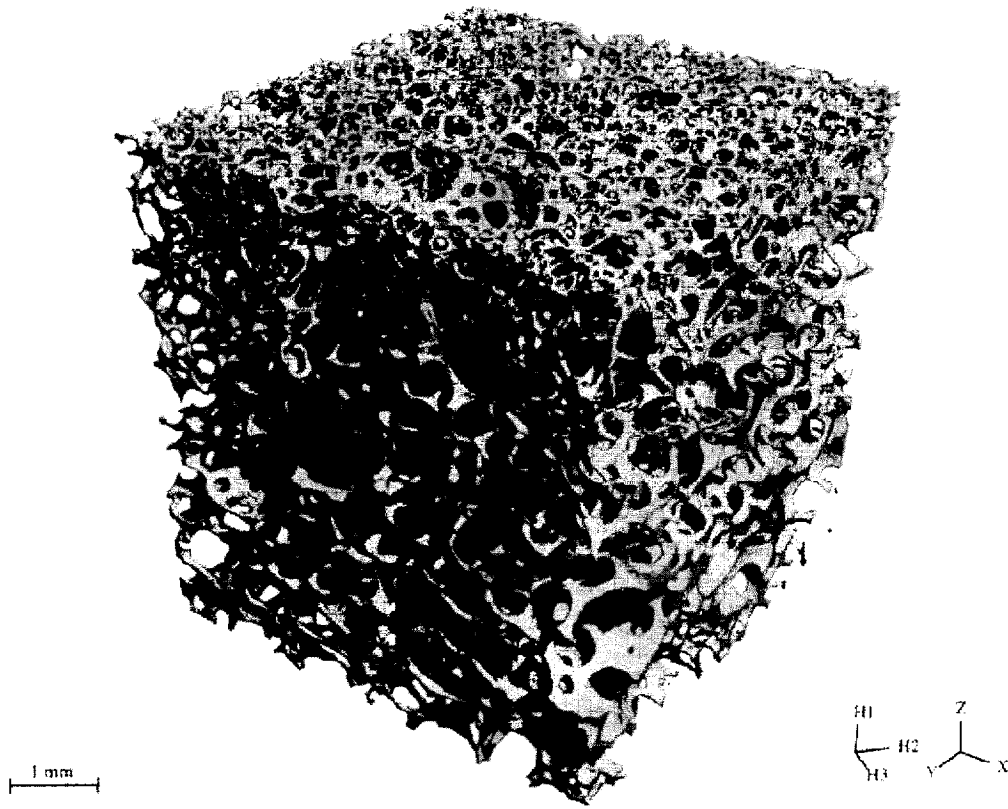


图 5

可溶性多孔洗发剂固体的顶部-中部-底部区域的层叠横截面SEM图像

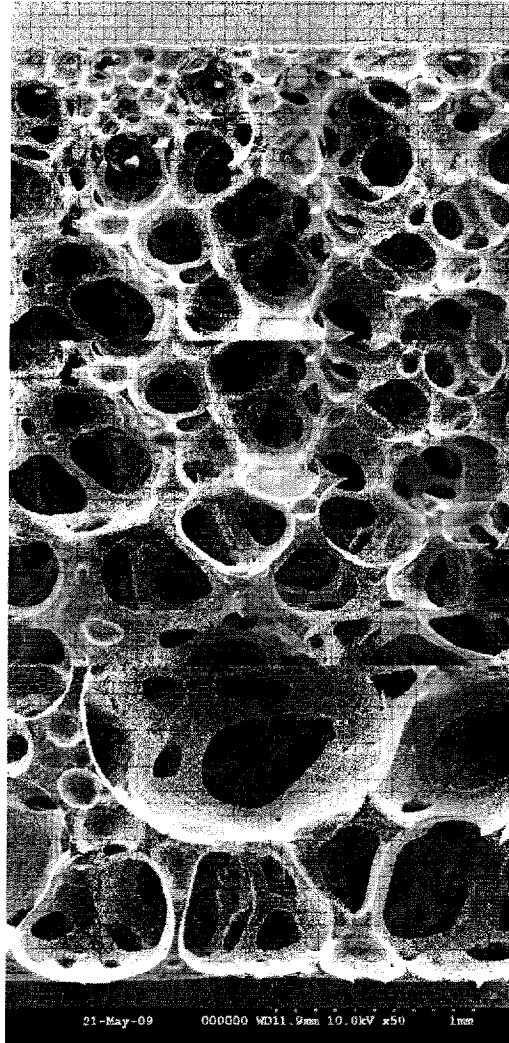


图 6