

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

672-99

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **19. 08. 97**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **26.08.96, 27.08.96**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **96/703116, 96/703747**

(33) Země priority: **US, US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17. 11. 99**
(Věstník č. 11/99)

(86) PCT číslo: **PCT/EP97/04751**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 98/08601**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

B 01 J 13/00

(71) Přihlašovatel:

UNILEVER N. V., Rotterdam, NL;

(72) Původce:

Tsaur Liang Sheng, Norwood, NJ, US;

Shen Shiji, Norwood, NJ, US;

Jobling Margaret, Hersham, GB;

Aronson Michael Paul, County of Rockland,
NY, US;

(74) Zástupce:

Korejzová Zdenka JUDr., Spálená 29, Praha
1, 11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Vodný prostředek a způsob jeho výroby

(57) Anotace:

Vodný prostředek obsahuje : /a/ 40 až 95 %
hmotnostních vodného roztoku s obsahem 5
až 50 % povrchově aktivní látky a s viskozitou
větší než 0,3 Pas; a /b/ 5 až 60 %
hmotnostních hydrogelové soustavy obsahu-
jící: /i/ 0,1 až 30 % hmotnostních hydrogelo-
vé soustavy alespoň jednoho polymeru roz-
pustného ve vodě, /ii/ 0,2 až 30 %
hmotnostních hydrogelové soustavy polymeru
rozpustného ve vodě a /iii/ 1,0 až 60 % ve
vodě nerozpustného, pleti, vlasům nebo
zubům prospěšného činidla, kde částice
prospěšného činidla /iii/ mají velikost 0,2 až
200 .mi.m. Způsob spočívá v rozpuštění /a/ a
/b/ ve vodě, spojení roztoku prekukzou
hydrogelu a vodného roztoku vstříknutím
nebo koextruzí roztoku prekursoru hydrogelu
ve vodném roztoku za vytvoření nudlíček
hydrogelu a rozbití nudlíček na částice pomo-
cí míchadla nebo průtokového mixéru.

CZ 672-99 A3

Vodný prostředek a způsob jeho výroby

Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká nových velkých hydrogelových částic suspendovaných ve vodném prostředí a kontinuálního způsobu extrudování/míchání pro výrobu tohoto druhu hydrogelových částic. Hydrogelové částice obsahují dva různé polymery s vysokou molekulovou hmotností. Jeden je nerozpustný ve vodném médiu a používá se pro tvorbu sítě a integrity gelu. Druhý je ve vodném prostředí rozpustný a napomáhá řízení bobtnání gelu a pevnosti gelu. Uvnitř sítě vytvořené těmito dvěma polymery jsou zachycené nebo zapouzdřené nerozpustné materiály, které jsou tak dodávány z vodného prostředku (například kapalného prostředku pro čištění s obsahem hydrogelových částic) s vyšší účinností. Gelové částice s řízenou velikostí a řízenou pevností gelu se jednoduše připravují nejprve přidáním (například nastříknutím) vodného roztoku s obsahem polymerů a ve vodě nerozpustného materiálu do vodného prostředí za vytvoření protažených měkkých nudliček měkkého polymerového gelu, které se potom řežou/rozbíjejí (například mixováním nebo mechanickým mícháním) na požadovanou velikost částic gelu.

20

Dosavadní stav techniky

Kapalné prostředky pro čištění nebo jiné prostředky, které mohou dodávat na kůži prospěšné látky pro dosažení určitého druhu prospěšného působení na kůži jsou v oboru známy a stále žádané. Známé je například použití kapiček silikonového oleje pro poskytnutí zlepšeného zvlhčujícího účinku.

25

Jedním způsobem používaným pro zlepšení dodávky prospěšných látek (například silikonového a rostlinného oleje) do kůže

nebo vlasů je použití kationtových hydrofilních polymerů jako je Polymer JR® firmy Amerchol nebo Jaguar® firmy Rhone Poulenc. Tento způsob se popisuje například v EP 93,602; WO 94/03152; a WO 94/03151. V každém z těchto odkazů jsou polymery použité pro
5 ukládání a obecně malé silikonové částice stejnoměrně rozptýleny v celém objemu kapalného prostředku pro čištění (nejsou přítomny koncentrované „kapsy“ prospěšné látky).

V dalších odkazech se samotné hydrofilní polymery přidávají do vodných čisticích prostředků nebo vodných roztoků pro dosažení
10 různých prospěšných účinků. Například hydrofilní polymery jako je guarová guma, polyakrylamidy, kyselina polyakrylová a polymer JR® se popisují v US patentech No. 4,491,539; 4,556,510; 4,678,606; 5,002,680 a 4,917,823 jako zahušřovadla, prostředky modifikující mydlivost nebo pocit na kůži. Ve všech těchto případech jsou opět
15 polymery stejnoměrně rozptýleny nebo přidány v celém povrchově aktivním prostředku pro dosažení nárokovaných prospěšných účinků.

V žádném odkazu se neuvádí, že zlepšené ukládání ve vodě nerozpustných látek prospěšných kůži z čisticího prostředku nebo vodného prostředí nebo zlepšení uživatelských vlastností čisticího
20 prostředku způsobených hydrofilním polymerem může být dosaženo použitím oddělených částic hydrogelu nebo disperze působící jako typ struktury, která má obsahovat nebo zachytit prospěšná činidla v koncentrované formě.

Přihlašovatelé nyní neočekávaně zjistili, že pokud se přidá
25 prospěšné činidlo do kapalného prostředku ve formě integrálního hydrogelového nosiče s obsahem prospěšného činidla (například diskrétní vodné fáze zachycující prospěšné činidlo), je míra ukládání prospěšného činidla na kůži nebo jiný substrát podstatně zvýšena ve srovnání buď s typickou kapalinou nebo s kapalným gelovým
30 prostředkem s obsahem polymerního činidla (typicky kationtového depozičního činidla jako je kationtový guar) pro zvýšení ukládání

prospěšného činidla. Míra ukládání je rovněž vyšší než pro prostředky, ve kterých jsou v objemu prostředku dispergovány kapičky oleje bez přítomnosti látek napomáhajících ukládání, zvláště při použití částic s malou velikostí. Kromě zvýšeného ukládání také přihlašovatelé
5 zjistili, že oddělené částice hydrogelu zlepšují senzorické vlastnosti čistícího prostředku při použití (například pocit hladkosti a krémovitosti), jestliže se čistící prostředek nebo obecně vodný prostředek roztírá na kůži.

V oboru byly prováděny pokusy s dodáváním určitých
10 prospěšných látek v částicích gelu, ale žádný z nich nebyl úspěšný jak z hlediska zadržování činidla v prostředku, tak snadného dodávání při konečném použití (například roztíráním).

US patent No. 5,089,269 (Noda a další) například popisuje kosmetický prostředek obsahující zlepšené želatinové kapsle
15 s obsahem hydrofobní složky potažené vodou nabobtnalým želatinovým filmem. Dosavadní kapsle potažené želatinovým gelem nebo jinými hydrogely jako je agar, alginát nebo karagenan vyžadovaly pro rozbití kapsle pro uvolnění zapouzdřených složek značné destrukční síly. V některých případech se kapsle při roztírání na kůži
20 pouze po kůži smýkaly. Tento patent nárokoval zlepšené želatinové kapsle, které předcházely těmto nežádoucím vlastnostem. Podobné problémy se však podle popisu v patentu vyskytovaly u zlepšených kapslí menších než 100 μm nebo větších než 1000 μm . Zlepšené gelem potažené kapsle buď byly příliš odolné aby mohly být rozbity,
25 nebo měly sklon unikat z prstů nebo dlaně při použití. Ani tento pramen ani další zdroje v oboru tedy nepopisují hydrogelové prostředky jako je prostředek podle vynálezu, které mohou zadržet prospěšné činidlo a podle potřeby je uvolnit. Dosavadní prameny také neuvádějí způsob vytváření takových vodných prostředků s obsahem
30 hydrogelu.

EP 0,355,908 A1 nárokuje způsob výroby částic polysacharidového gelu jako je agar, karagenan nebo gellanový gel s velikostí menší než 100 μm pro použití v potravinářství, v pleťových vodách nebo čisticích prostředcích. Tento dokument také uvádí, že ve vodě nerozpustné látky vhodné pro výrobky péče o tělo mohou být přítomny v gelových částicích. Tento druh gelových částic je však bez další modifikace opět příliš odolný, aby jej bylo možno snadno rozbít a vtírat při větší velikosti částic.

US patenty No. 4,777,089 a 4,908,233 (Takizawa) popisují mikrokapsle s obsahem vodných prostředků vyrobené jednoduchým postupem koacervace. Podle těchto patentů byla kapsle připravena s použitím dvou různých ve vodě rozpustných polymerů jednoduchým postupem koacervace. Po přidání organických nebo anorganických solí se oddělila první polymerní fáze, aniž by se oddělila fáze druhého polymeru. Bez druhého polymeru se prvnímu polymeru nepodařilo uzavřít materiál jádra kapsle nebo kapsle při svém vytváření aglomerovaly na hrubou hmotu.

V žádném pramenu se nepopisuje, že by mohly být hydrogelové částice vytvářeny kombinací dvou různých ve vodě rozpustných polymerů, ani se nepopisuje způsob výroby tohoto druhu hydrogelových částic.

Podstata vynálezu

Předkládaný vynález se týká vodných prostředků s obsahem nových hydrogelových částic tvořených dvěma rozdílnými ve vodě rozpustnými polymery. Hydrogelové částice „zachycují“ ve vodě nerozpustná prospěšná činidla v síti vytvořené těmito dvěma polymery. Síť polymeru, která pohltí prospěšná činidla, se hladce rozpadá při roztírání na substrátu jako je kůže a propůjčuje prostředku

požadované uživatelské vlastnosti (například hladkost, bohatý, krémovitý pocit). Vodný prostředek konkrétně obsahuje:

(a) 40 až 95 % hmotnostních vodného roztoku s viskozitou vyšší než 0,3 Pas (300 cps), s výhodou vyšší než 1,0 Pas, ještě výhodněji vyšší než 3 Pas, kde uvedené vodné roztoky obsahují 0 až 60 %, s výhodou 2 až 40 % povrchově aktivní látky, a kde uvedená povrchově aktivní látka, jestliže je přítomna, je zvolena ze skupiny aniontových, neiontových, kationtových, zwitteriontových a amfoterních povrchově aktivních látek a jejich směsí; a

(b) 5 až 60 % hmotnostních hydrogelové soustavy s obsahem:

(i) 0,1 až 30 % hmotnostních hydrogelové soustavy, s výhodou 0,3 až 15 %, alespoň jednoho polymeru, který je rozpustný ve vodě, ale který se stane při vnesení do uvedeného vodného roztoku nerozpustným, ideálně vytvořením gelu působením tepla; a

(ii) 0,2 až 30 %, s výhodou 0,5 až 10 % hmotnostních hydrogelové soustavy alespoň jednoho druhého polymeru, který je rozpustný ve vodě a buď rozpustný nebo dispergovatelný v uvedeném vodném roztoku; a

(iii) 1,0 až 60 % hmotnostních, s výhodou 5 až 40 % hmotnostních ve vodě nerozpustného prospěšného činidla, které je zachyceno v síti vytvořené polymery (i) a (ii); přičemž částice tohoto prospěšného činidla mají velikost s výhodou přibližně 0,2 až 200 μm ;

kde uvedený hydrogel má s výhodou velikost částic v rozmezí od přibližně větší než 25 μm , s výhodou menší než 100 μm , výhodněji větší než 200 μm až do přibližně několika centimetrů.

V jednom provedení se volí uvedený polymer tvořící gel ze skupiny polysacharidů tvořících gely jako je karagenan nebo agar, proteinů tvořících gely a syntetických polymerů tvořících gely působením tepla.

Polymerem tvořícím gel je s výhodou syntetický polymer zvolený ze skupiny N-akrylamidů a homo- nebo kopolymerů polyakrylátu nebo methakrylátu s obsahem polymerů, které obsahují ester kyseliny akrylové nebo metakrylové s alkoholem s dlouhým přímým nebo rozvětveným řetězcem.

V ideálním případě se polymer z (i) stane nerozpustným, když se uvede do styku s vodným roztokem podle odst. (a) srážením nebo koacervací, které obecně nastanou v důsledku změny pH. Typicky bude v takových případech polymerem (i) polyglukosamin. Alternativně je srážení nebo koacervace způsobeno změnou koncentrace elektrolytu. V těchto případech se polymer (i) volí ze skupiny polyvinylalkoholů s molekulovou hmotností větší než 13 000 a stupněm hydrolýzy od 78 do 100 % a hydroxyalkylcelulózy.

V ideálním případě se polymer (i) stane nerozpustným zesíťováním zesíťujícím činidlem přítomným ve vodném roztoku (a). Jestliže je tedy polymerem (i) karagenan, zesíťujícím prostředkem je iont draslíku. Podobně jestliže je polymerem (i) alginát, zesíťujícím činidlem je iont vápníku. Jestliže je potom polymerem (i) polyvinylalkohol, zesíťujícím činidlem je iont boraxu.

V dalším provedení vynálezu se polymer (ii) volí ze skupiny:

(a) akrylové polymery s obsahem karboxylové kyseliny;

(b) neiontové polymery zvolené ze skupiny polyvinylalkohol, polyvinylpyrrolidon, modifikovaný kukuřičný škrob a hydroxyalkylcelulóza nebo hydroxyalkylmethylelulóza; a

(c) kationtové polymery.

V dalším provedení vynálezu se vodný prostředek s obsahem nových hydrogelových částic připravuje nejprve přidavkem (například nastříkáním) roztoku polymeru s obsahem uvedených dvou polymerů a ve vodě nerozpustného materiálu do uvedeného vodného prostředí za vytvoření prodloužených (teoreticky není žádný limit pro velikost

nudličky, protože může být extrudována kontinuálně), měkkých (tj. dostatečně odolných, aby udržely prospěšné činidlo, ale dostatečně měkkých, aby se zpočátku rozbily do malých částic a potom dodávaly prospěšné činidlo do kůže) nudlíček polymerního gelu, které se potom
5 krájí na požadovanou velikost částic gelu. Konkrétněji se vodný prostředek připravuje následujícím způsobem:

(a) rozpustí se první a druhý polymer ve vodě za vytvoření roztoku polymeru a do připraveného roztoku polymeru se disperguje ve vodě nerozpustný materiál za vytvoření roztoku prekursoru
10 hydrogelu;

(b) vytvoří se vodný roztok takovým způsobem, aby první polymer nebyl v uvedeném vodném roztoku v důsledku chemické nebo fyzikální interakce rozpustný a druhý polymer byl buď rozpustný nebo dispergovatelný; a

15 (c) nastříkne se roztok prekursoru hydrogelu (a) do vodného roztoku (b) za vytvoření dlouhých měkkých hydrogelových nudlíček a dlouhé měkké nudličky se rozbijí za vytvoření hydrogelových částic míchacím zařízením s nízkými střižnými silami.

Druhý polymer nebo polymery (2) (b) tvořící hydrogelovou
20 soustavu je polymer modifikující vlastnosti, který je nutný (1) pro stabilizaci prospěšného činidla v polymerním hydrogelovém systému a (2) pro poskytnutí požadované pevnosti gelu celé hydrogelové soustavy.

Vynález se také týká použití vodného prostředku jak bylo
25 popsáno výše při čištění těla a zvláště pro krémy a produkty k péči o kůži.

V jednom provedení se předkládaný vynález týká hydrogelových soustav, které jsou stejnoměrně dispergované a stabilně suspendované ve vodných prostředcích určených pro čištění těla nebo
30 péči o kůži. Hydrogelová soustava existuje ve vodném roztoku jako

oddělená fáze polymerního gelu (vytvořeného, jestliže se alespoň jeden polymer tvořící síť stane nerozpustným při uvedení do vodného roztoku; je žádoucí také druhý polymer nebo polymery modifikující vlastnosti, který je rozpustný nebo dispergovatelný ve vodném prostředí) přítomná jako makroskopické domény (tj. s velikostí částic větší než 25 μm , s výhodou větší než 100 μm až do přibližně několika centimetrů). Tyto domény jsou navíc schopné zachycovat ve vodě nerozpustná činidla, dále označovaná jako „prospěšná činidla“, ve struktuře gelu, tj. v pavučině nebo síti vytvořené polymerem (polymery) tvořícími síť a polymerem (polymery) modifikujícími vlastnosti. Hydrogelová soustava musí mít dostatečnou pevnost gelu (obvykle poskytovanou prvním polymerem (polymery) tvořícími gel) pro zachování integrity oddělených domén a pro zachycení a udržení nerozpustného prospěšného činidla (činidel) při zpracování a skladování vodného prostředku. Hydrogel však také musí být dostatečně měkký a schopný hladkého rozpadu při nanesení a roztírání prostředku na požadovaný substrát jako je kůže, aniž by způsoboval nežádoucí pocit cizího materiálu nebo zrnitosti způsobený rozbíjením nebo složkami hydrogelových částic. Měkkost částic gelu může být upravována množstvím polymeru (polymerů) modifikujících vlastnosti a vytvářejících síť přítomných v gelovém prostředku.

V druhém provedení vynálezu se hydrogelové disperze nebo struktury obecně připravují nejprve emulgací nebo dispergováním ve vodě nerozpustného prospěšného činidla ve vodném roztoku polymeru obsahujícím jak polymer vytvářející síť, tak i polymer modifikující vlastnosti, za vytvoření emulze nebo disperze. Tento vodný roztok polymeru, jestliže obsahuje dispergované prospěšné činidlo, bude dále označován jako „roztok prekurzoru hydrogelu“. Roztok prekurzoru hydrogelu obsahující dispergované prospěšné činidlo (a obsahující také jak první, tak i druhý polymer (polymery) definované jako (2) (a) a (2) (b) výše, se potom přidá nebo nastříkne do vhodného vodného roztoku za míchání za takových podmínek, že se prekurzor

hydrogelové disperze stane nerozpustným (působením složky (2) (a)) po kontaktu s vodným roztokem za vytvoření kulovitých, nudličkovitých nebo v některých případech nepravidelně tvarovaných hydrogelových domén stejnoměrně rozptýlených v uvedeném vodném roztoku.

- 5 Dispergace hydrogelu může být provedena buď vsádkovým způsobem nebo kontinuálním způsobem v závislosti na použitém způsobu mísení roztoku hydrogelového prekurzoru a vodného prostředku. Pro vytvoření hydrogelové disperze může být použit vsádkový způsob, jako například svrchní mixér nebo flotační zařízení
- 10 nebo kontinuální způsob, jako je dvoukapalinová koextruzní hlavice, průtokový injektor, průtokový mixér nebo průtokové síto. Velikost hydrogelové složky v hotovém prostředku může být upravena změnou rychlosti, doby a zařízení použitého pro mixování a viskozitou vodného roztoku. Obecně se hydrogelové soustavy větší velikosti vyrábějí
- 15 snížením rychlosti míchání, snížením doby míchání, snížením viskozity vodného roztoku nebo použitím mixéru vytvářejícího při míchání menší střižné síly. Velikost hydrogelových domén (například částic) by měla mít alespoň jeden rozměr (například průměr) větší než 25 μm a s výhodou větší než 100 μm pro umožnění optimálního přenosu
- 20 hydrogelu na substrát během roztírání. Průměr může být i několik centimetrů. Pro výrobu hydrogelových částic je výhodný způsob nastřikování/mixování s nízkými střižnými silami. Roztok hydrogelového prekurzoru se nastřikuje nebo koextruduje současně s vodným roztokem za vytvoření dlouhých měkkých nudliček
- 25 hydrogelu. Teoreticky nemají nudličky při extrudování žádný horní limit velikosti (jak bylo uvedeno, po mixování by měly mít částice hydrogelu velikost alespoň 25 μm). Předztužené měkké nudličky hydrogelu se potom rozbíjejí na nepravidelný tvar hydrogelových částic použitím mixérů s nízkou střižnou silou jako je nízkorychlostní flotační přístroj
- 30 nebo mechanický mixér u vsádkových způsobů nebo průtokový statický mixér (in-line static mixer) nebo průtokové síto (in-line screen) u kontinuálních způsobů. Průtokové způsoby mixování jsou výhodné

pro lepší zachycení nebo udržení ve vodě nerozpustných prospěšných činidel uvnitř částic gelu a lepší možnosti řídit velikost hydrogelových částic. Předztužené dlouhé hydrogelové nudličky by měly být dostatečně měkké, aby je bylo možno snadno rozbít za podmínek
5 mixování s nízkými střížnými silami. Jestliže je předztužená nudlička hydrogelu příliš odolná, má sklon ucpávat průtokový mixér nebo zachytit se na mechanickém mixéru, což způsobuje potíže při výrobě. Odolnost předztužené hydrogelové nudličky může být snadno upravena složením roztoku prekursoru hydrogelu nebo složením
10 vodného roztoku a dobou tuhnutí hydrogelových nudliček ve vodném roztoku. Obecně může být odolnost hydrogelových nudliček snížena zmenšením množství polymeru tvořícího síť (2(a)) nebo zvýšením množství polymeru modifikujícího vlastnosti (2(b)) v roztoku hydrogelového prekursoru; snížením doby tuhnutí hydrogelové
15 nudličky ve vodném roztoku; a snížením koncentrace zesíťujícího činidla ve vodném roztoku.

Hydrogel a vodný prostředek

Hydrogel a vodný prostředek s jeho obsahem obsahuje tři
20 základní složky: i) polymerní systém tvořící hydrogel (s obsahem prvního polymeru, který se stane nerozpustným po styku s vhodným vodným roztokem a vytvářejícího síť gelu; a druhého polymeru modifikujícího vlastnosti, který stabilizuje prospěšné činidlo a/nebo modifikuje pevnost gelu); ii) ve vodě nerozpustné prospěšné činidlo
25 (složky (i) a (ii) spolu tvoří „hydrogelovou“ soustavu, jestliže se zformují ve vodném roztoku (iii); a iii) vodný roztok schopný suspendovat hydrogel a udržovat jeho integritu v důsledku nerozpustnosti prvního polymeru. Každá z těchto složek se podrobněji popisuje dále.

Jak bylo uvedeno, hydrogelová struktura nebo soustava obsahuje (i) polymerní systém tvořící hydrogel (obsahující alespoň dva polymery) a (ii) ve vodě nerozpustné prospěšné činidlo.

5 (i) Polymerní systém tvořící hydrogel

Polymerní systémy použitelné pro vytváření hydrogelů (složka (i) výše) s požadovanými vlastnostmi obsahují (a) první polymer rozpustný ve vodě, který se stane nerozpustným, jestliže se přivede do vodného roztoku (složka (iii) výše); a (b) druhý polymer modifikující
10 vlastnosti, který zajišťuje, že konečná hydrogelová soustava není tak pevná, aby se hladce nerozpadala při nanesení hydrogelu na substrát, například kůži, ale má dostatečnou pevnost gelu pro zadržení prospěšného činidla v průběhu zpracování a skladování.

Polymery (a) a (b) tvoří spolu pavučinu nebo síť, která zachycuje
15 prospěšné činidlo. Každý z polymerů (a) a (b) a mechanismus, kterým dojde k nerozpustnosti polymeru (a) ve směsi povrchově aktivní látky se diskutují podrobněji níže.

(a) První polymer

20 První polymer se v nejširším smyslu definuje jako ve vodě rozpustný polymer, který se stane nerozpustný, jestliže se vloží do vodného roztoku prostředku (iii). Tento přechod do nerozpustného stavu se dosáhne použitím jednoho z následujících mechanismů:

(1) Termální vytvoření gelu: Vhodné polymery, které mají
25 tento typ chování gelu (mohou se stát nerozpustnými termálním vytvořením gelu) jsou takové polymery, které jsou rozpustné ve vodě při teplotě vyšší než přibližně 40 až 50 °C, a které vytvoří gel po ochlazení roztoku polymeru na pokojovou teplotu. Příklady těchto polymerů jsou: i) polysacharidy vytvářející gel jako jsou karagenany
30 nebo agary. Zvláště výhodné polymery tohoto typu jsou karagenanové

polymery. Zvláště vhodné karagenany jsou látky vyráběné firmou FMC a dodávané pod obchodním názvem Gelcarin GP911 a Gelcarin 379; ii) proteiny vytvářející gel. Zvláště výhodné proteiny vytvářející gel jsou želatiny. Vhodnými želatinami jsou Gelatin G 9382™ a G 2625™
5 dodávané firmou Sigma Chemicals; a iii) termálně gelující syntetické polymery jako je poly(N-izopropylakrylamidové) homo- nebo kopolymery nebo polymery obsahující polyakrylát nebo metakrylát, které obsahují jako jednu z monomerních jednotek ester kyseliny akrylové nebo metakrylové s dlouhým řetězcem a s výhodou přímým
10 alkoholem. Příklady naposledy uvedené třídy polymerů jsou výrobky dodávané firmou Landec Labs Inc. pod obchodním názvem Inteliners.

(2) Srážení nebo koacervace: Vhodné polymery s tímto typem chování jsou polymery, které jsou při pokojové teplotě rozpustné ve vodě, ale mohou se stát v podstatě nerozpustnými změnou fyzikálních
15 nebo chemických vlastností vodného roztoku jako takového, například změnou pH nebo koncentrace elektrolytu. Příkladem zvláště vhodného polymeru citlivého na pH je Chitosan (polyglukosamin) nebo jeho různé chemicky modifikované varianty. Zvláště použitelnými chitosany jsou látky dodávané firmou Pronova Biopolymers pod obchodním
20 názvem Seacure 343, a Seacure 443. Tyto materiály mají molekulovou hmotnost v rozmezí od 10 000 do 100 000. Chitosan je zvláště užitečný polymer tvořící síť pro hydrogelové prostředky podle předkládaného vynálezu, protože se může rozpustit ve vodném roztoku s pH nižším než 4,5 za vytvoření stejnorodého roztoku
25 hydrogelového prekursoru. Po smísení tohoto roztoku s vodným roztokem jako je kapalný prostředek pro čištění, který má typické pH v rozmezí od 5,0 do 7,0, se snadno vytvoří nerozpustný polymer.

Další třídou polymerů, které tvoří vhodné hydrogelové síť srážením/koacervací jsou polymery citlivé na elektrolyty. Tyto
30 polymery se budou srážet za vytvoření nerozpustných sítí přidáním polymerního roztoku do kapalného prostředku pro čištění s obsahem vysokých koncentrací solí nebo iontových povrchově aktivních látek.

Mezi příklady takových polymerů patří: polyvinylalkohol s molekulovou hmotností větší než 13 000 Da a stupněm hydrolýzy v rozmezí 78 % až 100 %; a hydroxyethylcelulóza dodávaná například firmou Aqualon Corp. pod obchodním názvem Natrosol.

5 Je třeba rozumět, že stejný polymer může patřit buď do třídy (2)(a) (tj. rozpustný, ale po styku s vodným roztokem povrchově aktivní látky se stane nerozpustným); nebo do třídy (2)(b) (tj. rozpustný jak ve vodě, tak i ve vodných roztocích povrchově aktivních látek) v závislosti na tom, co se ještě nachází ve vodném roztoku. Tak polymer citlivý na
10 koncentraci elektrolytu by mohl být polymer třídy (2)(b) ve směsi bez elektrolytu, ale stane se polymerem třídy (2)(a) ve vodném roztoku povrchově aktivní látky s obsahem dostatečného množství elektrolytu pro převedení polymeru do nerozpustného stavu. Totéž platí, jestliže se některé polymery stanou nerozpustnými v přítomnosti určitých
15 zesítujících látek. Jestliže v základním prostředí není přítomna zesítující látka, polymer může patřit do třídy (2)(b), jestliže však je přítomna, polymer patří do třídy (2)(a).

(3) Zesítení: Vhodné ve vodě rozpustné polymery s tímto typem chování jsou polymery, které mohou tvořit ve vodě nerozpustné
20 komplexy s ve vodě rozpustným monomerním nebo polymerním zesítujícím činidlem (například soli polyakrylátů). Nerozpustná síť polymeru může být vytvořena reakcí vodného roztoku polymeru se zesítujícím činidlem před nebo po přidání vodného roztoku polymeru do vodného roztoku prostředí. Příklady snadno zesítujících polymerů
25 jsou: 6-karagenyny, které je možno zesítit ionty draslíku, algináty, které je možno zesítit ionty vápníku nebo polyvinylalkoholy, které mohou být zesíteny ionty boraxu.

(b) Druhý polymer nebo polymer modifikující vlastnosti

30 Výše popisované polymery jsou nutné pro vytvoření hydrogelu, protože poskytnou kostru sítě, bez které hydrogelový prostředek

nemůže existovat. Tyto polymery samotné jsou však obvykle příliš odolné pro poskytnutí vlastností snadného roztírání a mají nedostatečnou povrchovou aktivitu v roztoku prekursoru hydrogelu, by účinně stabilizovaly emulze disperzí ve vodě nerozpustných
5 prospěšných látek typu užívaného v předkládaném vynálezu. Bylo zjištěno, že pro vytvoření takových disperzí s požadovanou stabilitou je nutný druhý ve vodě rozpustný polymer s vyšší povrchovou aktivitou.

Druhá funkce polymeru modifikujícího vlastnosti se týká vlivu na
10 pevnost gelu. Jak je uvedeno výše, je žádoucí, aby byl hydrogelový prostředek dostatečně pevný a dispergované domény/částice zůstaly oddělené pro účinné zachycení prospěšného činidla v jejich struktuře, ale aby byl dostatečně měkký (neměl vysokou odolnost), aby se domény/částice hydrogelu hladce vtíraly do pokožky při použití
15 produktu. Tato rovnováha může být dosažena optimalizací složení polymeru hydrogelu.

Bylo zjištěno, že určité ve vodě rozpustné polymery mohou při přidání do roztoku prekursoru hydrogelu spolu s prvním polymerem účinně modifikovat pevnost gelu hydrogelového prostředku pro
20 dosažení této rovnováhy. Pevnost gelu a pocit na kůži při použití mohou tak být snadno měněny řízením množství polymeru tvořícího síť (první polymer) a druhého polymeru modifikujícího vlastnosti v roztoku prekursoru hydrogelu.

Pro tyto účely může být použita řada hydrofilních aniontových,
25 kationtových, amfoterních a neiontových ve vodě rozpustných polymerů. Tyto druhé polymery mohou být rozpustné ve vodném roztoku prostředku (naopak proti prvním polymerům, které nemohou být rozpustné) a mají molekulovou hmotnost vyšší než 5000 Da, s výhodou vyšší než 10 000 Da a nejvýhodněji vyšší než 50 000 Da.

30 Příklady ve vodě rozpustných polymerů, které byly zjištěny jako vhodné pro modifikaci vlastností jsou: i) akrylové polymery s obsahem

karboxylových kyselin jako jsou v alkalickém prostředí rozpustné polyakrylové latexy dodávané pod obchodním názvem Acrysol nebo Aculyn firmou Rohm & Haas a zesíťené polyakrylové kyseliny a kopolymery dodávané firmou B. F. Goodrich pod obchodním názvem

5 Carbopol; ii) neiontové polymery jako polyvinylalkohol firmy Air Products dodávaný pod obchodním názvem Airvol, polyvinylpyrrolidon firmy ISP Technologies Inc., modifikovaný kukuřičný škrob například dodávaný pod obchodním názvem Capsule nebo Purity Gum Bee firmy National Starch & Chemicals, hydroxyethylcelulóza dodávaná firmou

10 Aqualon pod obchodním názvem Natrosol; hydroxypropylmethylcelulóza firmy Dow Chemical s názvem Methocel a iii) kationtové polymery jako jsou modifikované polysacharidy včetně kationtových guarů dostupných u firmy Rhone Poulenc pod obchodními názvy Jaguar C13S a Jaguar C14S, kationtově modifikovaná celulóza jako

15 Ucare Polymer JR 30 nebo JR 40 firmy Amerchol, syntetické kationtové polymery jako jsou polydimethyldialkylamoniumchloridové homo- nebo kopolymery dodávané pod obchodním názvem Merquat 100, Merquat 550 firmou Calgon, a kopolymer vinylpyrrolidon/dimethylaminoethylmethakrylát dodávaný pod

20 obchodním názvem Gafquat 755 firmou GAF Chemical.

Druhá složka „hydrogelové“ soustavy je prospěšné činidlo (složka (ii) výše). To se popisuje podrobněji dále.

(ii) Prospěšné činidlo

25 Prospěšná činidla jsou v souvislosti předkládaného vynálezu látky, které mají schopnost poskytnout pozitivní a často dlouhodobý efekt na čištěný substrát, například na kůži, vlasy nebo zuby. V případě kůže jsou prospěšná činidla vhodná pro předkládaný vynález ve vodě nerozpustné materiály, které mohou chránit, zvlhčovat

30 nebo upravovat kůži po svém uložení z vodného prostředí, jako je kapalný prostředek pro čištění.

Mezi výhodná prospěšná činidla patří:

- a) silikonové oleje, gumy a jejich modifikace jako jsou přímé a cyklické polydimethylsiloxany; amino, alkyl, alkylaryl a arylsilikonové oleje;
- 5 b) tuky a oleje včetně přírodních tuků a olejů jako je jojobový, sojový, slunečnicový olej, olej z rýžových otrub, avokáda, mandlí, oliv, sezamu, broskví, ricinový olej, kokosový olej, norkový olej; kakaový tuk, hovězí lůj, sádlo; ztužené oleje získané hydrogenací uvedených olejů; a syntetické mono-, di- a triglyceridy jako je glycerid kyseliny
10 myristové a glycerid kyseliny 2-ethylhexanové;
- c) vosky jako karnaubský, spermacetový, včelí, lanolinový a deriváty;
- d) hydrofobní rostlinné extrakty;
- e) uhlovodíky jako jsou kapalné parafiny, vazelína,
15 mikrokrystalický vosk, cerezin, skvalen, pristan a minerální olej;
- f) vyšší mastné kyseliny jako je kyselina laurová, myristová, palmitová, stearová, behenová, olejová, linolová, linolenová, lanolinová, izostearová a polynenasycené mastné kyseliny (PUFA);
- g) vyšší alkoholy jako je lauryl, cetyl, styrol, oleyl,
20 behenylalkohol, cholesterol a 2-hexadekanol;
- h) estery jako je cetyloktanoát, myristyllaktát, cetylaktát, izopropylmyristát, myristylmyristát, izopropylpalmitát, izopropyladipát, butylstearát, decylglyceroldistearát, glyceroltristearát, alkylaktát, alkylcitrát a alkyltartrát; estery sacharózy, sorbitolu apod.;
- 25 i) esenciální oleje jako jsou oleje rybí, mentolový, jasmínový, kafrový, olej bílého cedru, olej pomerančové dužiny, olej ryu, olej terpentínový, skořicový, bergamotový, citrusový unshiu, puškvorcový, piniový, levandulový, vavřínový, hřebíčkový, ibiškový, eukalyptový, citronový, hvězdnicový, thymový, pepermintový, růžový, ságový,
30 mentol, cineol, eugenol, citral, citronel, borneol, linalool, geraniol, olej

pupalky dvouleté, olej kafrový, thymol, spirantol, pinen, limonen a terpenoidní oleje;

j) lipidy a lipidům podobné látky jako je cholesterol, esterové ceramidy cholesterolu, estery sacharózy a pseudoceramidy jak se
5 popisuje v evropské patentové přihlášce No. 556 957;

k) vitamíny jako je vitamín A a E a alkylestery vitamínů včetně alkylesterů vitamínu C;

l) ochranné látky proti slunečnímu záření jako je oktylmethoxylcinamát (Parsol MCX) a butylmethoxybenzoylmethan
10 (Parsol 1789);

m) fosfolipidy jako jsou lecitiny;

n) antimikrobiální látky jako 2-hydroxy-4,2',4'-trichlordifenyl-
ether (DP300) a 3,4,4'-trichlorkarbanilid (TCC); a

směsi jakýchkoliv z předcházejících složek.

15 Dalšími prospěšnými činidly mohou být také ve vodě rozpustné látky (například glycerol, enzymy, hydroxykyseliny) zachycené v jakémkoliv z výše zmíněných olejů.

Prospěšné činidlo se přidává do vodného roztoku prekursoru hydrogelu (roztok obsahující první polymer a druhý vlastnosti
20 modifikující polymer). To je možno jednoduše provést mícháním prospěšného činidla s vodným prekursorovým roztokem hydrogelu nebo předběžnou emulgací prospěšného činidla ve vodném roztoku, který se potom míchá s roztokem prekursoru hydrogelu. Při způsobu přímého míchání je možno přidat do roztoku prekursoru hydrogelu
25 malé množství povrchově aktivních látek pro zlepšení emulgace a zvýšení stability prospěšného činidla pro kůži. Prospěšné činidlo je přítomno ve vodném roztoku polymeru v množství 5 až 65 % hmotnostních, s výhodou 10 až 40 % hmotnostních z hydrogelové soustavy. V závislosti na podmínkách míchání, složení polymeru (tj.
30 složení polymerů tvořících hydrogel) a koncentraci může kolísat

velikost částic prospěšného činidla od 0,2 μm až do několika set mikrometrů. Pro lepší stabilitu a účinné ukládání je velikost částic prospěšného činidla s výhodou v rozmezí 5 až 150 μm .

Jak je uvedeno výše, vynález zahrnuje vodný roztok obsahující hydrogelovou soustavu podrobně popisovanou výše. Samotný kapalný prostředek se popisuje podrobněji níže.

iii) Vodný roztok

Jak je uvedeno výše, vynález se týká vodného roztoku, ve kterém je dispergován hydrogel obsahující prospěšné činidlo (tj. obsahující činidlo v síti vytvořené polymery (2)(a) a (2)(b)). V závislosti na použití může systém vodného roztoku obsahovat od přibližně 0 do přibližně 60 % hmotnostních, s výhodou 2 až 40 % hmotnostních povrchově aktivních látek zvolených z jakýchkoliv známých povrchově aktivních látek vhodných pro použití při péči o tělo nebo mytí. Obecně se používají pro čištění těla vyšší obsahy povrchově aktivních látek, typicky v rozmezí 5 až 50 % hmotnostních. Povrchově aktivní látky se volí ze skupiny aniontových, neiontových, kationtových, amfoterních a zwitteriontových povrchově aktivních látek a jejich směsí. Je třeba zdůraznit, že povrchově aktivní látky nejsou nezbytnou složkou prostředku a jsou možné také například prostředky pro čištění pokožky neobsahující povrchově aktivní látky.

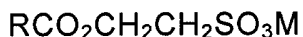
Vodný roztok by měl být formulován takovým způsobem, že se po styku s tímto vodným roztokem převede první ve vodě rozpustný polymer do nerozpustného stavu. Pro zpracování hydrogelu a vytvoření stabilní suspenze hydrogelu je také kritické, aby vodný roztok byl schopen suspendovat dispergovanou hydrogelovou fázi. Z toho důvodu je nutné, aby měly kapalně prostředky dostatečně vysokou viskozitu při nízkém střihu pro zabránění usazování (nebo krémovatění) hydrogelových prostředků působením gravitace během zpracování a skladování. To je možno dosáhnout použitím vodných

roztoků formulovaných tak, aby jejich viskozita byla alespoň 0,3 Pas a s výhodou 1 Pas, výhodněji 3 Pas při střížné rychlosti 10 s^{-1} a teplotě $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Tato viskozita je obecně dostačující pro stabilní suspendování velkých hydrogelových suspenzí podle předkládaného vynálezu bez zřetelné separace fází gravitační silou. Jak vzrůstá velikost částic hydrogelové disperze, pro dosažení příslušné stability je nutno použít kapaliny s vyšší viskozitou.

Viskozita vodného roztoku může být zvýšena buď přidáním polymerních, organických nebo anorganických zahušťujících látek do soustavy nebo opatrnou volbou a kombinací povrchově aktivních látek. Oba způsoby jsou v oboru dobře známy. Například US patenty 4,917,823, 4,491,539, 4,556,510, 4,678,606 a 5,002,680 uvádějí použití polymerních zahušťovadel pro zvýšení viskozity kapalného prostředku pro čištění, zatímco US patenty 5,236,619, 5,132,037, 5,284,603, 5,296,158 a 5,158,699 popisují způsoby formulace stabilního viskózního kapalného prostředku použitím vhodné kombinace povrchově aktivních látek.

Povrchově aktivní látka, jestliže je použita, může být zvolena z jakékoliv známé povrchově aktivní látky vhodné pro místní použití na lidské tělo.

Výhodným aniontovým detergentem je mastný acylisethionát vzorce



kde R je alkylová nebo alkenylová skupiny se 7 až 21 atomy uhlíku a M je solubilizační kationt jako je sodík, draslík, amonium nebo substituované amonium. Výhodně mohou alespoň tři čtvrtiny skupin RCO obsahovat 12 až 18 atomů uhlíku a mohou být odvozeny z kokosového, palmového tuku nebo směsí kokosový/palmový tuk.

Další výhodný aniontový detergent je alkylethersulfát vzorce:



kde R je alkylová skupiny s 8 až 22 atomy uhlíku, n je v rozmezí od 0,5 do 10, zvláště 1,5 až 8 a M je solubilizační kationt jako dříve.

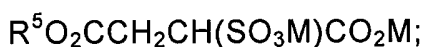
Je třeba rozumět, že aniontová povrchově aktivní látka může také být mýdlo mastné kyseliny.

5 Mýdla mastných kyselin jsou typicky soli s alkalickými kovy nebo alkanolamoniové soli alifatických alkan- nebo alkenmonokarboxylových kyselin. Pro použití v rámci vynálezu jsou vhodné sodné, draselné, mono-, di- a triethanolamoniové kationty nebo jejich kombinace. Mýdla jsou dobře známé soli přírodních nebo syntetických alifatických
10 (alkanových nebo alkenových) kyselin s přibližně 8 až 22 atomy uhlíku, s výhodou 12 až přibližně 18 atomy uhlíku s alkalickými kovy. Mohou být také popsány jako karboxyláty alkalických kovů akrylových uhlovodíků s přibližně 12 až 22 atomy uhlíku.

Příklady použitelných mýdel je možno nalézt v US patentu No. 4,695,395 (Caswell a další) a US patentu No. 4,260,507 (Barrett),
15 které jsou oba zařazeny odkazem.

Mezi další možné aniontové detergenty patří alkylglycerylethersulfát, sulfosukcináty, tauráty, sarkosináty, sulfoacetáty, alkylfosfáty, estery alkylfosfátů a acyllaktáty,
20 alkylglutamáty a jejich směsi.

Sulfosukcináty mohou být monoalkylsulfosukcináty vzorce

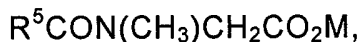


a amido-MEA sulfosukcináty vzorce:



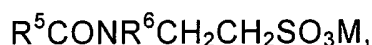
25 kde R^5 znamená C_8 - C_{20} alkyl, s výhodou C_{12} - C_{16} alkyl a M je solubilizační kationt.

Sarkosináty se obecně popisují vzorcem:



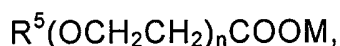
kde R^5 znamená C_8 - C_{20} alkyl, s výhodou C_{12} - C_{16} alkyl.

Tauráty se obecně označují vzorcem:



kde R^5 je C_8 - C_{20} alkyl, s výhodou C_{12} - C_{15} alkyl, R^6 znamená
5 C_1 - C_4 alkyl, a M je solubilizační kationt.

Další užitečná povrchově aktivní látka je alkylethoxykarboxylát
následujícího vzorce:

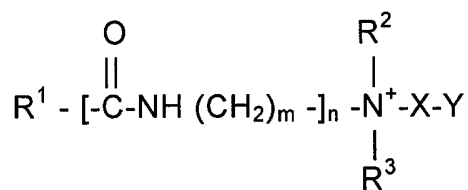


kde R^5 znamená C_8 - C_{20} alkyl, s výhodou C_{12} - C_{16} a M je
10 solubilizační kationt.

Hrubé povrchově aktivní látky jako jsou primární alkansulfonáty
nebo alkylbenzensulfonáty se obecně nebudou používat.

Mezi vhodné neiontové povrchově aktivní prostředky patří
alkylpolysacharidy, aldobionamidy (například laktobionamidy uváděné
15 v US No. 981,737 Au a další, který se zde zařazuje odkazem), estery
ethylenglykolu, glycerolové monoethery, polyhydroxyamidy (glukamid)
včetně amidů mastné kyseliny jak se uvádějí v US patentu No.
5,312,934, Letton, který se zde zařazuje odkazem, primární a
sekundární ethoxyláty alkoholů, zvláště C_{8-20} alifatické alkoholy
20 ethoxylované v průměru 1 až 20 mol ethylenoxidu na mol alkoholu.

Povrchově aktivní činidlo je s výhodou přítomno v koncentraci 1
až 35 % hmotnostních, s výhodou 3 až 30 % hmotnostních. Je také
výhodné, když prostředek obsahuje od 0,5 do 15 % hmotnostních
pomocné povrchově aktivní látky, která se vyznačuje jemnými účinky
25 na kůži. Vhodnými látkami jsou zwitteriontové detergenty obsahující
alkylovou nebo alkenylovou skupinu se 7 až 18 atomy uhlíku
souhrnného strukturního vzorce



5

kde R^1 je alkyl nebo alkenyl obsahující 7 až 18 atomů uhlíku,

R^2 a R^3 znamenají vždy nezávisle alkyl, hydroxyalkyl nebo karboxyalkyl s 1 až 3 atomy uhlíku,

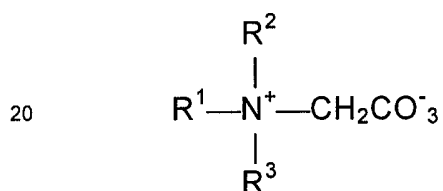
10 m je 2 až 4,

n je 0 nebo 1,

X je alkylen s 1 až 3 atomy uhlíku popřípadě substituovaný hydroxylovou skupinou a

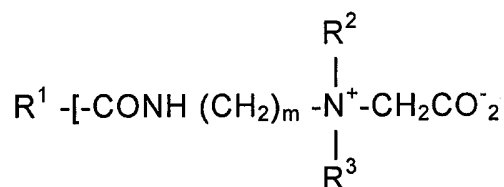
Y je $-CO_2-$ nebo $-SO_3-$.

15 Mezi zwitteriontové detergenty výše uvedeného obecného vzorce patří jednoduché betainy vzorce



a amidobetainy vzorce:

25

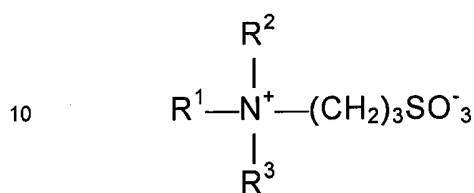


30

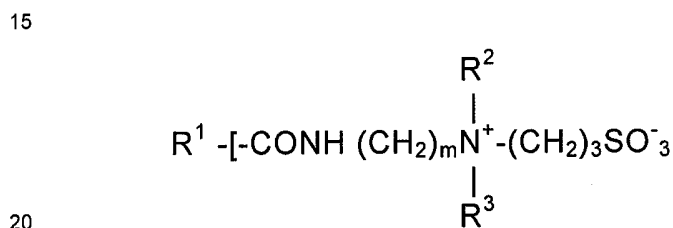
kde m je 2 nebo 3.

V obou vzorcích jsou skupiny R^1 , R^2 a R^3 jak bylo definováno výše. R^1 může být konkrétně směs C_{12} a C_{14} alkylových skupin odvozených z kokosového tuku, takže alespoň polovina, s výhodou alespoň tři čtvrtiny skupin R^1 mají 10 až 14 atomů uhlíku. R^2 a R^3 znamenají s výhodou methyl.

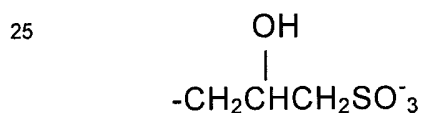
Další možností je sulfobetain vzorce:



nebo



kde m je 2 nebo 3, nebo jejich varianty, ve kterých je skupina $-(CH_2)_3 SO_3^-$ nahrazena skupinou



Skupiny R^1 , R^2 a R^3 v těchto vzorcích jsou jak definováno výše.

Prostředky podle vynálezu mohou být formulovány jako výrobky pro mytí kůže nebo vlasů, například koupelové nebo sprchové gely, prostředky pro mytí rukou, pro mytí obličeje, šampony; prostředky pro

použití před a po holení; prostředky, které se oplachují, prostředky pro snímání a prostředky zanechávající účinné látky na kůži.

Prostředky podle vynálezu budou obecně kapaliny nebo polokapaliny, například pasty, které lze nalévat a budou mít s výhodou
5 viskozitu v rozmezí 1500 až 100 000 mPas při měření při střižné rychlosti 10 s^{-1} při 25°C v přístroji Haake Rotoviscometer RV20.

Dalšími typickými složkami prostředků jsou zakalující látky, s výhodou v množství 0,2 až 2,0 % hmotnostních; ochranné látky, s výhodou 0,2 až 2,0 % hmotnostních a parfémy, s výhodou 0,5 až
10 2,0 % hmotnostních.

Ve druhém provedení vynálezu se vynález týká způsobu výroby vodného prostředku obsahujícího částice hydrogelu, kde uvedené hydrogelové částice mají následující složení:

(i) 0,1 až 30 % hmotnostních hydrogelové soustavy alespoň
15 jednoho polymeru, který je rozpustný ve vodě, ale který se stane při vložení do uvedeného vodného roztoku nerozpustným; a

(ii) 0,2 až 30 % hmotnostních hydrogelové soustavy polymeru, který je rozpustný ve vodě a buď rozpustný nebo dispergovatelný ve vodném roztoku; a

20 (iii) 1,0 až 60 % hmotnostních ve vodě nerozpustného prospěšného činidla, které je zachyceno v síti vytvořené polymery (i) a (ii); přičemž částice tohoto prospěšného činidla mají velikost s výhodou přibližně 0,2 až $200 \mu\text{m}$;

kde uvedený hydrogel má velikost částic větší než $25 \mu\text{m}$;

25 kde uvedený způsob zahrnuje kroky:

(a) rozpuštění polymeru (i) a (ii) za vytvoření roztoku polymeru ve vodě;

(b) dispergování složky (iii) do roztoku polymeru za vytvoření roztoku prekurzoru hydrogelu;

(c) formulaci vodného roztoku takovým způsobem, že v něm první polymer (i) není rozpustný a druhý polymer (ii) je v něm rozpustný nebo dispergovatelný;

5 (d) kombinaci uvedeného roztoku hydrogelového prekurzoru a vodného roztoku za vytvoření dlouhých měkkých nudliček hydrogelu při uvedení hydrogelového prekurzoru do styku s vodným roztokem, kde nudličky jsou dostatečně odolné pro zachycení prospěšného činidla a přitom dostatečně měkké, aby snadno praskly při aplikaci na substrát; a

10 (c) rozbití nudliček na částice hydrogelu použitím mechanického nebo průtokového (in-line) mixéru.

Přehled obrázků na výkresech

15 Obr. 1 ukazuje účinek koncentrace karagenanu (jeden z možných polymerů vytvářejících síť (2)(a), který se stane nerozpustným ve vodném prostředí) na pevnost gelu hydrogelové částice.

20 Obr. 2 ukazuje vliv kombinace akrylového polymeru Acrysol (jeden z možných polymerů modifikujících vlastnosti (2)(b), který je rozpustný jak ve vodě, tak i ve vodném médiu) s karagenanem na pevnost gelu.

Pro lepší porozumění vynálezu se uvádějí následující neomezující příklady. Příklady nemají jakýmkoliv způsobem omezovat nároky.

25 Všechna uváděná procenta jsou hmotnostní, pokud není uvedeno jinak.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Výroba hydrogelových disperzí (tj. hydrogelové soustavy) s obsahem silikonového oleje způsobem přímého míchání

5 Existuje řada způsobů dispergování polymerního hydrogelu do povrchově aktivního prostředku na bázi vody takovým způsobem, aby hydrogel tvořil diskrétní domény. Mezi těmito způsoby našli autoři vynálezu jako použitelné takové, u kterých probíhá *rychlé* gelování nebo zesíťení, které se vyskytuje u některých typů ve vodě rozpustných polymerů při změně jejich rozpouštěcího prostředí, 10 například při změně pH, iontové síly, teploty, typu iontu, přítomnosti zesíťující látky apod.

Tento příklad ukazuje, jak může být připravena disperze hydrogelu použitelná v rámci předkládaného vynálezu mísením 15 vhodného roztoku polymeru tvořícího gel (nazývaného roztok prekurzoru hydrogelu) s kapalným čisticím prostředkem s použitím běžného mechanického míchadla. V tomto případě se polymerní systém volí tak, že změnu fáze (gelování) indukuje změna pH, ke které dojde, jestliže se roztok hydrogelového prekurzoru smísí s čisticím 20 prostředkem. Gelování je dostatečně rychlé, aby se přidaný roztok hydrogelového prekurzoru (obsahující (1) první polymer, který se stane při přidání k vodnému roztoku povrchově aktivní látky nerozpustným; (2) druhý polymer modifikující vlastnosti a (3) prospěšné činidlo), který sám má spojitou vodní fázi, nejprve nerozpustil v čisticím prostředku, 25 ale vytvořil diskrétní dispergovanou vodnou fázi.

Výroba roztoku prekurzoru hydrogelu

40 % emulze silikonového oleje (600 m²/s, firma Dow Corning) byla vytvořena smísením 40 dílů silikonového oleje se 60 díly vodného 30 roztoku polymeru, který obsahoval 1 % hmotnostní chitosanu (první

polymer), (Sea Cure 340™ firmy Protan), 0,8 % hmotnostních kyseliny octové a 3 % hmotnostní hydroxyethylcelulózy (druhý polymer) (Natrosol 250 MR™ firmy Aqualon) při 400 ot/min 30 min s použitím vrchního míchadla. Takto připravená emulze obsahovala kapičky
5 silikonového oleje se širokou distribucí velikosti v rozmezí od přibližně 4 µm do 50 µm dispergované v roztoku polymeru.

Výroba hydrogelové disperze přímým mícháním

12,5 dílů roztoku hydrogelového prekurzoru obsahujícího
10 emulgovaný silikonový olej popsaného výše bylo přidáno k 87,5 dílům kapalného čisticího prostředku, jehož složení je uvedeno v tabulce 1. Mísení bylo prováděno vrchním míchadlem (Model RW20DZM firmy Tekmar). Byly připraveny dvě disperze s identickým chemickým složením, které se lišily rychlostí míchání použitou pro vytvoření
15 disperzí. V příkladu 1A byla disperze míchána při 80 ot/min 25 min, zatímco pro příklad 1B byla rychlost míchání 200 ot/min. Oba příklady obsahovaly hydrogelové domény nepravidelného tvaru, které samy obsahovaly kapičky emulgovaného silikonového oleje zachycené v matrix gelu.

20 Prostředky z příkladů 1A a 1B jsou uvedeny v tabulce 2 včetně některých fyzikálních vlastností.

Tabulka 1Kapalný čisticí prostředek

	<u>Složka</u>	<u>% hmotnostních</u>
	Kokamidopropylbetain	5,6 %
5	Kokosový isethionát sodný	3,5 %
	Laurethsulfát sodný	1,4 %
	Glydant XL TM	0,14 %
	Síran amonný	0,09 %
	Jaguar C13S TM	0,0 %
10	Parfém	0,42 %
	Deionizovaná voda	87,95 %

Tabulka 2Složení a vlastnosti hydrogelových disperzí vytvořených přímým15 mícháním

	Příklad 1A	Příklad 1B	Příklad 2
Složka	% hmotn.	% hmotn.	% hmotn.
Silikonový olej	40 %	40 %	40 %
Chitosan	0,6 %	0,6 %	0,6 %
Hydroxyethylcelulóza	1,8 %	1,8 %	-
Jaguar C13S	-	-	1,8 %
Voda	do 100	do 100	do 100
Velikost kapiček silikonového oleje	4-50 µm	4-50 µm	1-25 µm
Velikost hydrogelové domény	255 mm	227 mm	157 mm

Příklad 2

Další ilustrace hydrogelové disperze s obsahem silikonového oleje připravené přímým mísením

5 Roztok hydrogelového prekurzoru podobný roztoku popsanému
v příkladu 1 ale s rozdílným složením polymeru byl připraven
následujícím způsobem. 40 dílů silikonového oleje 60 Pas bylo
emulgováno v 60 dílech vodného roztoku polymerního gelu, který
obsahoval 1 % hmotnostní chitosanu (první polymer) (Sea Cure 340
firmy Protan), 0,8 % hmotnostních kyseliny octové a 3 % hmotnostní
10 kationtového guarového polymeru (druhý polymer) (Jaguar C13S firmy
Rhone-Poulenc) při 400 ot/min 30 minut s použitím svrchního
míchadla.

12,5 dílů tohoto roztoku hydrogelového prekurzoru s obsahem
emulgovaného silikonu bylo potom přidáno k 87,5 dílům kapalného
15 čisticího prostředku popsaného v tabulce 1 a mícháno při 80 ot/min
25 minut. Tento způsob poskytl disperzi, která obsahovala
nepravidelně tvarované částice hydrogelu, ve kterých byly v matrix
gelu zachyceny kapičky silikonového oleje. Složení a vlastnosti této
disperze jsou rovněž shrnuty v tabulce 2.

20

Příklad 3

Hydrogelové disperze obsahující silikonový olej vyrobené extruzí

Tento příklad ukazuje, že hydrogelové disperze použitelné pro
účely předkládaného vynálezu mohou být také připraveny koextruzním
25 způsobem. Příklad konkrétně ilustruje prostředky připravované
koextruzí roztoku hydrogelového prekurzoru (v tomto případě
obsahující dispergovaný silikonový olej) s vodným kapalným čisticím
prostředkem pomocí trysky pro dvě kapaliny. Tímto způsobem se
vyrobí hydrogelové soustavy dispergované ve formě částic
30 nudličkového tvaru suspendovaných v kapalném čisticím prostředku.

Hydrogelová disperze ve tvaru nudliček dává kapalnému čisticímu prostředku jedinečný vzhled. Alternativně může být disperze dále zpracována jakoukoliv střížnou technologií pro nasekání nebo další rozdělení nudliček na požadované rozmezí velikosti. Způsob je
5 ilustrován pro hydrogelový prostředek obsahující silikonový olej, ale může být použit ve spojení s celou řadou materiálů, jak bude ukázáno v následujících příkladech.

10 Výroba silikonového oleje dispergovaného v roztoku hydrogelového prekurzoru

Silikonový olej byl smísen s vodným roztokem neutralizovaného akrylového kopolymeru s obsahem karboxylové kyseliny (druhý polymer) (Aculyn-33™, Rohm & Haas) ve vodném roztoku s pH v rozmezí 7 až 7,5 pomocí mechanického míchání. V tomto případě
15 byla látka Aculyn-33 použita jako polymer modifikující vlastnosti. Velikost kapiček oleje, která se pohybovala v průměru od 5 do 150 µm, byla řízena koncentrací látky Aculyn-33 a rychlostí míchání. Vyšší koncentrace a rychlejší míchání vedly k menším kapičkám oleje. Ke směsi byl přidán vodný roztok 6-karagenanu (Gelcarin GP-911™,
20 FMC), první polymer (polymer tvořící síť) za mírného míchání (< 100 ot/min) při 45 až 50 °C. Pro účely tohoto příkladu byly připraveny dvě disperze hydrogelového prekursoru, které se lišily velikostí kapiček silikonového oleje. V jedné disperzi byla velikost kapiček silikonového oleje v rozmezí 2 - 30 µm, zatímco ve druhé disperzi byla velikost
25 kapiček mezi 40 a 100 µm.

Výroba hydrogelové disperze koextruzí

Teplý (45 - 50 °C) prekursorový roztok popsany výše byl veden do středního otvoru komerčně dostupné trysky (Series No. 1/4 XA
30 SR450 A firmy Bete Fog Nozzle Inc.) vysokotlakou pístovou pumpou

(Syringe pump model 40 firmy Harvard Apparatus). Současně byla do vnějšího otvoru trysky vedena chladná (pokojová teplota ~ 22 °C) směs sprchového gelu (uvedená v tabulce 3) za vytvoření konečného produktu, který obsahoval „nudličkovité“ částice hydrogelového prostředku. Pro čerpání čistícího prostředku, v tomto případě sprchového gelu, bylo použito rovněž vysokotlaké pístové čerpadlo. Obsah hydrogelu a silikonu v hotové disperzi byl řízen poměrem průtoků hydrogelového prekurzoru a směsí povrchově aktivních látek. Poměr byl nastaven tak, aby koncentrace silikonového oleje v hotovém produktu dosáhla 5 % hmotnostních.

Vlastnosti dvou hydrogelových disperzí, příklad 3A a příklad 3B jsou shrnuty v tabulce 4. Tyto disperze obsahovaly částice nudličkovitého tvaru o průměru přibližně 1000 µm suspendované ve sprchovém gelu podle tabulky 3.

Tabulka 3

Prostředek pro čištění s obsahem povrchově aktivních látek použitý
pro výrobu hydrogelových disperzí z příkladu 3

Složka	% hmotnostních
Laurylether ⁽³⁾ sulfát sodný	4
Kokamidopropylbetain	1
Dodecylpolyglykosid	5
Parfém (SG 146, Quest)	1
Kyselina sorbová	0,37
Citran sodný . 2H ₂ O	0,49
Hydroxid sodný ⁽¹⁾	1
Carbopol EDT2020 ⁽²⁾	0,9
Antil 1413 TM ⁽³⁾	0,97
H ₂ O	do 100

5

Poznámka 1: NaOH slouží k nastavení pH na $5,24 \pm 0,1$

Poznámka 2: Zesíťená polyakrylová kyselina

Poznámka 3: Oleát polyethylenglykolu/polypropylenglykolu

Tabulka 4

Vlastnosti „nudličkovitých“ hydrogelových částic vyrobených koextruzí (příklad 3)

Příklad	Hydrogel			Olejová fáze silikonový olej (60 Pas)		Průměr nudliček průřez (μm)
	Polymer	Voda		% hmot.	Velikost kapiček (μm)	
	Typ	%	%			
3A	Karagenan/ Aculyn	1,2/0,4	38,4	60,0	40 - 100	1
3B	Karagenan/ Aculyn	1,2/0,4	38,4	60,0	2 - 30	1

- 5 Aculyn je akrylový kopolymer obsahující neutralizovanou karboxylovou kyselinu.

Příklad 4Vliv složení polymeru na vlastnosti hydrogelu

- 10 Tato metoda ukazuje, jak je možno měnit rheologické vlastnosti hydrogelu, které ovlivňují jeho uživatelské vlastnosti, volbou a koncentracemi zesíťujícího (prvního) polymeru a polymeru modifikujícího vlastnosti (druhého).

- 15 Metodou zesíťení s použitím karagenanu jako polymeru tvořícího síť a iontů draslíku jako zesíťujícího činidla byla vyrobena řada modelových hydrogelových částic. Disperze byly připraveny variantou extruzního způsobu popsaného v příkladu 3 s použitím vodného

roztoku KCl jako modelového čistícího prostředku. Hydrogelové disperze se lišily pouze koncentrací karagenanu (první polymer) použitou v roztoku hydrogelového prekurzoru, která se pohybovala v rozmezí od 1 do 6 % hmotnostních. Vytvořily se přibližně kulovité
5 částice, které všechny měly průměr přibližně 3000 μm .

Ukázalo se, že vhodným přístrojem pro rozlišení pevnosti různých gelových prostředků je přístroj Instron (Model 1122). Měření probíhalo následujícím způsobem. Částice hydrogelu byla opatrně vyjmuta z disperze špachtlí a nadbytek kapaliny byl odstraněn jejím
10 umístěním na materiál kimwipe. Přibližný průměr částic hydrogelů byl změřen kalibrem. Hydrogel byl potom přinesen na kovovou základní desku přístroje Instron a zátěž 10 N byla snižována, dokud se nedotkla částice hydrogelu. Potom byl zapnut přístroj Instron a byla měřena síla jako funkce vzdálenosti s použitím liniového zapisovače. Liniový
15 zapisovač byl nastaven na rychlost 1 mm/min a posuv papíru 50 mm/min, což umožnilo odečítání zátěže 2 N na plný rozsah. Síla byla zaznamenávána při 0,50 mm, 1,00 mm a 1,50 mm. Elastické moduly vzorku byly vypočteny podílem síly vyvolané průřezem hydrogelu a napětí. Je třeba uvést, že částice zůstaly během měření
20 hydratovány.

Pevnost gelu měřená uvedeným způsobem pro řadu modelových hydrogelových částic je uvedena v obr. 1. Výsledky ukazují, že pevnost gelu výrazně stoupala se stoupající koncentrací karagenanu. Když byla koncentrace polymeru vyšší než 2 % hmotnostní, vyvolával
25 gel při dotyku poměrně tvrdý pocit a neroztíral se hladce na kůži. Ačkoliv tyto částice by mohly zachytit prospěšná činidla a zůstat při skladování stabilní, pro použití jako prostředky pro čištění by nebyly optimální, protože dodávání prospěšného činidla by nebylo stejnoměrné a prostředky by poskytovaly zrnitý pocit. Tyto výsledky
30 také ukazují, že pokud by bylo žádoucí snížit pevnost gelu hydrogelových částic, mohlo by toho být dosaženo pouze snížením koncentrace polymeru v gelu. To by ve velké míře omezilo flexibilitu

technologie. Jak bude ukázáno dále, tomuto omezení je možno předejít použitím druhého polymeru pro modifikaci vlastností hydrogelu, například jeho pevnosti.

Stejnými způsoby jako bylo uvedeno výše byla připravena další řada modelových částic hydrogelu. Každý roztok hydrogelového prekurzoru obsahoval 2 % hmotnostní karagenanu a od 0 do 2 % hmotnostních akrylového kopolymeru, Acrysol ASE-60 (Rohm & Haas). Tento polymer je ve funkci druhého polymeru modifikujícího vlastnosti. Velikost a tvar hydratovaných částic byl vždy velmi podobný a byl podobný také všem dříve popsaným karagenanovým hydrogelům. Vliv přidané látky Acrysol ASE-60 na pevnost gelu hydrogelových částic vytvořených zesíťněním iontem K^+ je ukázán na obr. 2. Výsledky ukazují, že pevnost gelu značně klesala se stoupající koncentrací Acrysolu, ačkoliv celková koncentrace polymeru stoupala. Hydrogely obsahující karagenan a acrysol v hmotnostním poměru od 3 : 1 do 2 : 1 (v obr. 2 označeno šipkami) byly schopny účinně zachycovat prospěšná činidla jako emulgované změkčující oleje, například silikonový olej, a přitom se hladce roztírat na pokožce bez pozorovatelného pocitu zrnitosti.

Výše uvedený příklad se uvádí pro ilustraci vyladění pevnosti gelu volbou polymerního systému obsahujícího polymer vytvářející síť a polymer modifikující vlastnosti. Je důležité, že není třeba přikládat příliš velký význam přesným uvedeným hodnotám pevnosti gelu. Autoři vynálezu zjistili, že kvantitativní vliv složení polymeru v hydrogelovém prekurzorovém roztoku na pevnost částic hydrogelu významně závisí na povaze, velikosti částic a koncentraci prospěšného činidla, které může být dispergováno v prekurzorovém roztoku. Ačkoliv změny vlastností mají stejné směry, přesné hodnoty se mohou měnit. I když je problematika komplexní, odborník v oboru může pro dosažení správné rovnováhy pevnosti gelu v každé situaci využít kombinace polymerů spadajících do široké definice prostředků tvořících síť a modifikujících vlastnosti.

Příklad 5

Ukládání silikonového oleje na kůži ex vivo

Schopnost různých čisticích prostředků ukládat silikonový olej na kůži během mytí byla určována na modelu ex vivo založeném na kůži prasete. Způsob se popisuje dále.

0,5 ml testovaného prostředku bylo aplikováno na čtverce 5,08 x 5,08 cm vyříznuté prasečí kůže, která byla nejprve předem navlhčena při 37 °C vodovodní vodou. Kůže byla prostředkem mydlena 10 s a potom 10 s oplachována pod tekoucí teplou vodovodní vodou. Potom byla kůže jednou otřena papírovým ručníkem pro odstranění nadbytku vody a ponechána 2 min sušit. Potom byl na kůži přitlačen tlakem 10 g/cm² proužek lepicí pásky na 30 s. Použitou lepicí páskou byla páska J-Lar Superclear™ o šířce 3 cm. Při tomto testovacím postupu se silikon, který se uložil na kůži, přenesl spolu s částí vnějších vrstev pokožky na pásku.

Množství silikonu a kůže přilepených na pásku bylo stanoveno měřením rentgenovou fluorescenční spektroskopií. Proužky pásky byly vloženy do rentgenového fluorescenčního spektrometru lepicí stranou směrem k paprsku přístroje. Na pásku se položí maska pro definování standardní oblasti ve středu pásky, která byla vystavena rentgenovým paprskům. Komora na vzorek přístroje byla před měřením evakuována a spektrometr byl použit pro měření množství křemíku a síry. Množství síry bylo ukazatelem množství kůže, která se přenesla na pásku.

Množství křemíku a síry naměřené na čistém kousku lepicí pásky bylo odečteno od experimentálních měření. Experimentální měření pro následující kousky pásky byly sečteny a kumulativní součty křemíku a síry byly vyjádřeny jako poměr křemíku k síře na jednotkovou plochu kůže. Vyšší poměr Si/S odpovídá vyšší hladině ukládání. Pro každé měření bylo použito celkem deset proužků pásky.

Množství silikonu uložená na vyříznuté kůži prasete určené podle popisu výše pro prostředky popsané v příkladech 2 a 3 jsou uvedena v tabulce 5. Z těchto výsledků vyplývá, že hydrogelové prostředky poskytovaly v těchto testech významné ukládání
5 silikonového oleje na kůži.

Tabulka 5

Ukládání silikonu ze sprchového gelu

Příklad No.	Ukládání silikonu (poměr křemík/síra)
Příklad 2	1,38
Příklad 3A	28,0
Příklad 3B	7,1
Kontrola 1 ¹	0,3

10 ¹ Kontrolou v tomto příkladu je sprchový gel uvedený v tabulce 3, který neobsahuje žádný silikon.

Příklad 6

Hydrogelové disperze vyrobené s různými polymery

15 Tento příklad ilustruje, že mohou být připraveny různé hydrogelové disperze s různými polymery za předpokladu, že mají požadované schopnosti tvořit gel a poskytují požadovanou pevnost gelu. V dále popisovaných prostředcích byl použit jako polymer vytvářející síť (první polymer) (Seacura 343 firmy Pronova Biopolymer)
20 a kationtový modifikovaný guar (Jaguar C-13S, Calgon) a syntetický kationtový polymer polydimethylalkylamoniumchlorid (Merquat 100™ Calgon) byly použity jako druhé vlastnosti modifikující polymery.

Prekurzorový roztok hydrogelu byl připraven mícháním 35 dílů silikonového oleje 60 Pas s 65 díly polymerního roztoku s obsahem 1,5 % hmotnostních Jaguaru C13S, 0,75 % hmotnostních chitosanu, 0,10 % hmotnostních Merquatu 100, 0,35 % hmotnostních kyseliny octové a 0,05 % hmotnostních kokamidopropylbetainu při 300 ot/min 15 minut s použitím svrchního míchadla. Získaná emulze obsahovala kapičky silikonového oleje s velikostí v rozmezí od 2 μm do 60 μm dispergované v roztoku polymeru.

Extruzní způsob popsany v příkladu 3 byl použit pro výrobu disperzí s koncentrací 14,3 % hmotnostních (5 % hmotnostních silikonového oleje vztaženo na celkový prostředek) hydrogelů. Systém povrchově aktivních látek byl stejný jako systém použitý v příkladu 3 (tabulka 3) kromě toho, že byla použita koncentrace látky Antil 141 0,3 namísto 0,97 %. Hydrogelová disperze obsahovala částice nudličkovitého tvaru, které obsahovaly dispergovaný silikonový olej s průměrnou velikostí kapiček v rozmezí 2 až 60 μm .

Ukládání silikonového oleje z prostředku podle tohoto příkladu (příklad 6) je ukázáno v tabulce 6. Testy ukládání byly prováděny způsobem popsaným v příkladu 5. Disperze vykazovala podobné vlastnosti při ukládání jako jiné hydrogely s podobnou velikostí kapiček silikonu což ukazuje na to, že povaha a vlastnosti disperzí mohou být důležitější při určování míry ukládání než přesný použitý polymer.

Tabulka 6

Ukládání silikonového oleje na kůži prasete z čistících prostředků s obsahem dispergovaných hydrogelů

Vzorek No.	Si:S
Příklad 6	6,78
Kontrola (stejná kontrola jako v tab. 5)	0,3

Příklad 7

Ilustrace zvýšeného ukládání poskytnutého hydrogelu

Jedna z prospěšných vlastností při použití hydrogelových
5 disperzí podle tohoto vynálezu je zvýšené ukládání činidel obsažených
v jejich struktuře ve srovnání s činidly, která se ukládají samostatně.
Tento příklad ilustruje popisovaný jev na příkladu silikonového oleje.
Konkrétně bylo při testu ukládání popsaného v příkladu 5 porovnáváno
ukládání silikonového oleje z různých prostředků pro čištění kůže.
10 Přímou emulgací silikonu 60 Pas do čistícího prostředku z tabulky 3
takovým způsobem, že byla získána přibližně stejná velikost kapiček
silikonového oleje jako u hydrogelových disperzí z příkladů 3A, 3B a 6,
byla připravena řada prostředků.

Výsledky ukládání z hydrogelových disperzí oproti samotným
15 emulzím silikonu se uvádějí v tabulce 7 a ukazují, že přidáním činidla
do dispergované hydrogelové domény je možno dosáhnout zlepšení
ukládání.

Tabulka 7

Zlepšení ukládání silikonového oleje z hydrogelu^{a)}

Vzorek No.	Velikost kapiček silikon. oleje	Míra ukládání ^{b)}	
		poměr Si/S	poměr Si/S
		silikon v hydrogelu	samotné silikonové emulze ^{c)}
Příklad 3B	2-30 µm	7,1	1,2
Příklad 3A	40-100 µm	28,0	8,3
Příklad 6	2-6 µm	6,78	2,0

a) Všechny prostředky používaly základu povrchově aktivní látky uvedeného v tabulce 3. Koncentrace silikonového oleje v hotovém prostředku byla ve všech případech 5 % hmotnostních.

b) Ukládání bylo měřeno metodou ex vivo popsanou v příkladu 5.

5 c) Stejný silikonový olej byl použit při výrobě prostředků pro čištění kůže přímou emulgací silikonového oleje do čisticího prostředku na kůži.

Příklad 8

10 Výroba hydrogelové disperze obsahující uhlovodíkové oleje

Do hydrogelové disperze podle předkládaného vynálezu je možno zařadit širokou škálu přísad. Předcházející příklady ilustrovaly několik obecných rysů těchto disperzí s použitím silikonových olejů. Další třídou použitelných látek jsou uhlovodíkové oleje. Některé
15 z prospěšných činidel z této třídy látek jsou zvlhčující činidla jako je vazelína, změkčující látky jako je izopropylpalmitát a filtry proti slunečnímu záření jako Parsol NCX™ (2-ethylhexyl-P-methoxycinamát). Tyto příklady ilustrují použití hydrogelů pro dodávání uhlovodíkových olejů.

20

Výroba roztoku hydrogelového prekurzoru

40 % emulze různých uhlovodíkových olejů, tj. 100 % vazelíny, směs 50 % izopropylpalmitátu a 50 % vazelíny a směs 50 % látky Parsol MCX a 50 % vazelíny byly připraveny smícháním 40 dílů
25 uhlovodíkového oleje s 60 díly vodného roztoku polymeru, který obsahoval 0,5 % hmotnostních chitosanu (první polymer) (Seacure 343 firmy Pronova Biopolymer), 1,9 % hmotnostních látky Jaguar C13S (druhý polymer), 0,4 % hmotnostních kokamidopropylbetainu a 0,25 % hmotnostních kyseliny octové při 300 ot/min 20 min
30 s použitím svrchního míchadla. Míchání bylo prováděno při pokojové

teplotě kromě vzorku 100 % vazelíny. Emulze 100 % vazelíny byla vyrobena tavením vazelíny při 60 °C, která byla potom přidána do roztoku polymeru pokojové teploty a míchána při pokojové teplotě.

5 Výroba hydrogelové disperze koextruzí

Extruzní proces popsaný v příkladu 3 byl použit pro výrobu 12,5 % hmotnostních disperze hydrogelů s obsahem 100 % vazelíny, 50 % izopropylpalmitát/50 % vazelíny a 50 % látky Parsol MCX/50 % vazelíny za získání příkladů 8A, 8B a 8C. Systém povrchově aktivních látek byl stejný jako systém použitý v příkladu 3 (tabulka 3) kromě toho, že v prostředku nebyla použita látka Antil 141. Všechny tyto vzorky obsahovaly nudličkovité hydrogelové disperze s průměrem přibližně 1000 nm.

15 Příklad 9

Výroba hydrogelové disperze s obsahem tuhé mastné kyseliny

Předcházející příklady ilustrovaly širokou škálu hydrofobních olejů, která může být zahrnuta do hydrogelových disperzí podle předkládaného vynálezu. Další třídou použitelných látek jsou dispergované hydrofobní pevné nebo voskovité částice. Některá z prospěšných činidel v této třídě látek jsou zvlhčující činidla jako mastné kyseliny, změkčovadla, některé tuhé filtry proti slunečnímu záření jako je kyselina p-hydroxybenzoová, antimikrobiální látky jako triclosan a látky proti akne jako je kyselina salicylová.

25 Tento příklad ilustruje použití hydrogelů pro dodávání těchto pevných nebo voskovitých hydrofobních látek za použití směsi tuhých mastných kyselin jako konkrétního příkladu.

Výroba roztoku prekurzoru hydrogelu

22 g modifikovaného kukuřičného škrobu (Capsul™ firmy National Starch & Chemical), 4,4 g karagenanu (Gelcarin GP11™ firmy FMC) a 0,55 g laurylsulfátu sodného (firmy BDH) bylo
5 rozpuštěno v 83,05 g deionizované vody při 80 °C. Do uvedeného roztoku polymeru bylo přidáno 210 g směsi roztavených mastných kyselin obsahující 50 % hmotnostních kyseliny palmitové a 48 % hmotnostních kyseliny stearové za vytvoření emulze mastných kyselin emulgací při 60 °C. Emulze mastných kyselin byla potom převedena
10 do mixéru Hobart Kitchen Aid a mixována za chlazení za vytvoření viskózní těstovité emulze mastných kyselin. Emulze obsahovala částice mastných kyselin s průměrem v rozmezí 1 až 40 µm.

Uvedená směs potom byla mixována se stejným množstvím roztoku polymeru obsahujícího 4 % látky Merquat 100 (firmy Calgon),
15 0,5 % chitosanu (Sea Cure 340 firmy Protan) a 0,4 % kyseliny octové za vytvoření prekurzorového roztoku hydrogelu s obsahem dispergované mastné kyseliny.

Výroba hydrogelu extruzí

20 14 dílů prekurzorového roztoku hydrogelu bylo potom koextrudováno s 86 díly kapalného čisticího prostředku z tabulky 3 s použitím způsobu popsaného v příkladu 3 za vytvoření disperze hydrogelu. Tato disperze se skládala z částic gelu nudličkovitého tvaru stejnoměrně rozptýlených v povrchově aktivním prostředku.

25

Příklad 10

Další ilustrace hydrogelové disperze obsahující pevnou mastnou kyselinu

Tento příklad je velmi podobný předcházejícímu s tím rozdílem,
30 že byl použit rozdílný polymer tvořící gel.

Výroba roztoku hydrogelového prekurzoru

22 g modifikovaného kukuřičného škrobu (Capsul firmy National Starch & Chemical), 4,4 g karagenanu (Gelcarin GP11 firmy FMC) a
5 0,55 g laurylsulfátu sodného (firmy BDH) bylo rozpuštěno v 83,05 g deionizované vody při 80 °C. Do uvedeného roztoku polymeru bylo přidáno 210 g roztavené směsi mastných kyselin obsahující 50 % hmotnostních kyseliny palmitové a 48 % hmotnostních kyseliny
10 stearové a směs byla emulgována při 60 °C za vytvoření emulze mastných kyselin. Emulze mastných kyselin byla potom převedena do mixéru Hobart Kitchen Aid a mixována za chlazení za vytvoření viskózní těstovité emulze mastných kyselin. Emulze obsahovala částice mastných kyselin s průměrem v rozmezí 1 až 40 µm.

Uvedená směs byla potom smísena se stejným množstvím
15 roztoku polymeru obsahujícím 10 % hmotnostních úplně hydrolyzovaného roztoku polyvinylalkoholu (Airvol 350™ firmy Air Product).

Výroba hydrogelu extruzí

20 14 dílů roztoku hydrogelového prekurzoru bylo potom koextrudováno s 86 díly kapalného čisticího prostředku z tabulky 3 s použitím způsobu popsaného v příkladu 3 za vytvoření hydrogelové disperze. Tato disperze se skládala z částic gelu nudličkovitého tvaru rovnoměrně rozptýlených v povrchově aktivním prostředku.

25

Příklad 11

Ukládání mastných kyselin z kapalného prostředku pro čištění

Ukládání mastných kyselin na kůži prasete bylo měřeno metodou plynové chromatografie. Výřez prasečí kůže o rozměrech

5,08 cm x 5,08 cm byl nejprve omýván 1 min přibližně 0,35 g kapalného čisticího prostředku. Ošetřená prasečí kůže byla potom 50 s oplachována vodou. Kůže byla jednou vysušena papírovým ručníkem, 2 min sušena na vzduchu a potom extrahována 10 g heptanu 30 min. Alikvoty heptanového roztoku byly nastříknuty na plynovou chromatografii pro stanovení množství mastné kyseliny uložené na kůži. Kontrolní vzorek obsahoval 7 dílů vody, 7 dílů emulze mastné kyseliny použité pro výrobu disperzí v příkladech 9 a 10 a 86 dílů povrchově aktivního prostředku uvedeného v tabulce 3 (použitého také pro přípravu příkladů 10 a 11). Množství mastné kyseliny uložené z příkladů 9 a 10 se porovnávají s kontrolou v tabulce 8. Výsledky ukazují, že z těchto hydrogelových disperzí se ukládá podstatné množství mastné kyseliny. Navíc, jak je tomu také u silikonového oleje, přídavek mastné kyseliny do hydrogelového prostředku výrazně zvyšuje její ukládání (srovnej příklady 9 a 10 s kontrolou).

Tabulka 8

Ukládání mastné kyseliny z hydrogelových disperzí za podmínek typických pro čištění kůže

Vzorek No. ^{a)}	Ukládání mastné kyseliny $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Příklad 9	5,10
Příklad 10	4,2
Kontrola ^{b)}	<0,5

^{a)} Všechny vzorky obsahovaly 4 % hmotnostní mastné kyseliny a pro přípravu všech vzorků byla použita stejná emulze mastné kyseliny.

b) Kontrola byla připravena smísením 7 dílů emulze mastné kyseliny použité pro výrobu příkladů 9 a 10 se 7 díly vody a potom smícháním získané směsi s 86 díly povrchově aktivního prostředku z tabulky 3.

5

Příklad 12

Výroba hydrogelové disperze obsahující lipid

Roztok roztaveného lipidu byl vyroben zahřátím 30 dílů glycerolu, 15 dílů cholesterolu (Cholesterol USP firmy Croda Chemicals Ltd.), 7,5 dílů cukerného esteru (Ryoto S270™ firmy Mitsubishi-Kasei-Foods Corp.) a 7,5 dílů kyseliny stearové (firmy Unichema International) na topné desce o teplotě 150 °C. Čirý roztavený roztok lipidu byl potom ochlazen na přibližně 98 °C a smísen s 10 díly neutralizovaného roztoku prostředku Aculyln 33 (firmy Rohm & Haas, 2 % hmotnostní, pH: 7,5 - 8,00) a 30 díly roztoku karagenanu Gelcarin GP11™ (2 % hmotnostní) za vytvoření prekursoru hydrogelové disperze obsahující cholesterol.

Extruzní způsob popsáný v příkladu 3 byl použit pro přípravu disperze s koncentrací 17 % hmotnostních (2,55 % hmotnostních cholesterolu, vztaženo na celkový prostředek) hydrogelu. Pro přípravu byl použit stejný povrchově aktivní systém jako v příkladu 3 (tabulka 3). Ukládání cholesterolu z tohoto prostředku pro čištění bylo stanoveno jako v příkladu 13. Pro porovnání bylo použito srovnávacího příkladu s obsahem 2,5 % hmotnostních cholesterolu stejnoměrně dispergovaného v kapalném čisticím prostředku. Prostředek a způsob výroby tohoto srovnávacího příkladu jsou uvedeny v tabulce 9 dále.

Tabulka 9

Složka	% a.i.	
Cholesterol	2,50	
Kyselina stearová	1,25	
Ester sacharózy	1,25	
Glycerol	5,00	
Genapol ZRO (SLES)	16,0	laurylethersulfát sodný
Amonyl 380BA(CAPB)	2,00	kokamidopropylbetain
Jaguar C-13-S	0,25	
NaCl	0,30	
Voda a vedlejší složky	do 100 %	

Výroba

5 Glycerol, ester sacharózy, kyselina stearová a cholesterol byly spolu taveny na topné desce. Povrchově aktivní látky byly smíchány s nadbytkem vody. Povrchově aktivní látky byly přidány do směsi lipid/glycerol a potom byl přidán prostředek Jaguar. Systém byl nastaven na pH 5,3. Viskozita byla nastavena s použitím NaCl na 5000 mPas při 10 s^{-1} a při teplotě 25 °C.

10

Příklad 13Ukládání cholesterolu na kůži

15 Ukládání cholesterolu na prasečí kůži z čistících prostředků bylo určováno následujícím způsobem. 0,25 g čistícího prostředku bylo padesátkrát rozetřeno na prasečí kůži 5 x 5 cm, která byla předem namočená vodovodní vodou. Kůže byla potom opláchnuta 10 s

deionizovanou vodou a osušena papírovým ručníkem. Pro extrakci cholesterolu z kůže pro analýzu byly použity 3 ml ethanolu.

Množství cholesterolu extrahovaného z kůže bylo stanoveno spektrofotometricky. Extrakt ethanolem byl sušen v sušárně při 80 °C.

- 5 Do vysušeného vzorku bylo přidáno 100 µl methanolu. Do vzorku bylo přidáno 1000 µl vodné reagentie na cholesterol firmy Sigma a směs byla ponechána 5 min reagovat s extrahovaným cholesterolem. Vodný roztok cholesterolu byl potom smísen s 500 µl chloroformu a nalit do mikrocentrifugačních zkumavek. Chloroform byl oddělen z vodného
- 10 roztoku centrifugací zkumavek 5 min při 13 000 ot/min. Po centrifugaci byla pipetována horní čirá vodná vrstva do kyvet a byla měřena absorbance při 500 nm spektrofotometrem a množství cholesterolu extrahovaného z kůže bylo určeno pomocí standardní kalibrační křivky.

- 15 Množství cholesterolu extrahovaného z kůže ošetřené prostředkem z příkladu 12 se porovnává s dvěma kontrolami v tabulce 10. Data ukazují, že ve srovnání s dvěma kontrolami se u hydrogelového vzorku z příkladu 12 dosahuje významného ukládání cholesterolu.

20 Tabulka 10

Ukládání cholesterolu ze sprchového gelu

Vzorek No.	Ukládání cholesterolu µg/10 cm ²
Příklad 12	48,4
Kontrola 1 ^{a)}	26,5
Kontrola 2 ^{b)}	21,1

- a) Kontrola 1 je kapalný čisticí prostředek obsahující 2,5 % hmotnostních dobře dispergovaného cholesterolu. Prostředek
- 25 a způsob výroby jsou uvedeny v tabulce 9.

b) Kontrola 2 je kapalný čisticí prostředek neobsahující cholesterol. Množství cholesterolu uvedené v tabulce je cholesterol extrahovaný z kůže prasete.

5 Příklad 14

Způsobem popsaným v příkladu 3 byl vyroben kapalný prostředek pro čištění obsahující 10 % hmotnostních silikonového hydrogelu (5 % hmotnostních silikonového oleje z celkového prostředku) a 90 % hmotnostních povrchově aktivního prostředku z tabulky 3 obsahujícího 0,3 % hmotnostních přípravku Antil 141 namísto 0,97 % hmotnostních. Stejným způsobem jak se popisuje v tabulce 3 byl připraven prekursorový roztok silikonového hydrogelu s obsahem 50 % hmotnostních silikonového oleje 60 Pas, 0,47 % hmotnostních karagenanu GP911, 0,155 % hmotnostních prostředku Aculyne-33, 0,31 % hmotnostních polyvinylalkoholu (Airvol 540 firmy Air Product) a 24,06 % hmotnostních vody. Roztok hydrogelového prekursoru obsahuje kapičky silikonového oleje o velikosti v rozmezí 5 až 60 μm .

Účinek prostředku pro čištění s obsahem silikonového hydrogelu na pocit uživatele na kůži po použití prostředku ve srovnání s kapalným prostředkem pro čištění bez disperze silikonového hydrogelu byl vyhodnocován podle následujícího protokolu. Testované místo pro každé hodnocení je vnitřní povrch předloktí. Ruka a předloktí byly předem namočený pod tekoucí vodovodní vodou (30 °C) přibližně 15 s. Potom bylo na ruku nanášeno 3,5 g kapalného prostředku pro čištění s obsahem hydrogelu a příslušná paže byla myta 20 s a opláchnuta pod tekoucí vodou po dobu 10 s. Předloktí bylo osušeno papírovým ručníkem. Postup byl opakován pro druhou paži s použitím stejného prostředku pro čištění neobsahujícího silikonový hydrogel. Všechny testované osoby byly požádány o určení jejich pocitu na kůži po použití přípravku. Sedm z osmi testovaných osob cítilo rozdíl

v pocitu na kůži po použití a pět z těchto sedmi osob daly přednost pocitu na kůži u paže ošetřené kapalným prostředkem pro čištění obsahujícím silikonový hydrogel.

5 Příklad 15

Výroba hydrogelových disperzí jako tělových mlék

Tento příklad ukázal, že je možno připravit hydrogelové disperze s použitím vodného roztoku vhodného k péči o kůži. V tomto příkladu byla pro výrobu hydrogelu použita směs vodného roztoku obsahující
10 0,9 % hmotnostních přípravku Natrosol 250 HHR (hydroxyethylcelulóza firmy Aqualon), 0,06 % hmotnostních přípravku Carbopol C981 (firmy BF Goodrich), 0,4 % hmotnostních Na_3PO_4 a 0,05 % hmotnostních prostředku Glydant Plus bez povrchově aktivní látky.

Prekurzorový roztok hydrogelu vazelíny byl vytvořen smísením
15 10 dílů vazelíny (Snow White™ firmy Penreco) s 90 díly roztoku vodného polymeru obsahujícího 0,6 % hmotnostních chitosanu (Seacure 343 firmy Protan), 0,4 % hmotnostních kyseliny octové a 1,8 % hmotnostních přípravku Jaguar C13S (Rhône-Poulenc) při 60 °C a 300 ot/min po dobu 15 min s použitím svrchního
20 mechanického míchadla. Takto připravená emulze obsahovala kapičky vazelíny s velikostí v rozmezí 1 až 30 μm . 25 dílů prekurzorového roztoku hydrogelu vazelíny bylo nastříknuto do 75 dílů vodného roztoku jehlou 1,628 mm za vytvoření dlouhých nudliček hydrogelu. Vodný prostředek obsahující hydrogel vazelíny ve tvaru nudliček byl
25 potom protlačován sítím o velikosti mesh 200 μm za vytvoření hydrogelových disperzí. Tento vzorek obsahoval velké měkké částice hydrogelu s kapičkami vazelíny a byl vhodný pro použití k péči o kůži.

Příklad 16

Vliv podmínek výroby na tvorbu hydrogelu

Tento příklad ukázal, že tvorba hydrogelových částic závisí na míchacím zařízení použitém pro inkorporaci roztoku hydrogelového
5 prekursoru do vodného roztoku. Tento výhodný způsob, označovaný
jako extruze/míchání s nízkým stříhem, poskytuje lepší možnost řízení
velikosti částic hydrogelu a dosahuje se lepšího zachycování ve vodě
nerozpustného prospěšného činidla v částicích hydrogelu.

Roztok silikonového hydrogelového prekursoru byl připraven
10 mícháním 30 dílů silikonového oleje 60 Pas v 70 dílech roztoku
polymeru obsahujícího 0,4 % hmotnostních prostředku Seacure 343,
0,2 % hmotnostních kyseliny octové a 2,0 % hmotnostních prostředku
Jaguar C13S při 60 ot/min po dobu 7 min svrchním mechanickým
míchadlem. Takto připravená silikonová emulze obsahovala 30 %
15 hmotnostních silikonového oleje s velikostí částic přibližně 132 μm .

Z tohoto hydrogelu byly připraveny dva vodné kapalně
prostředky pro čištění s různou viskozitou. Tyto dva vodné roztoky
s prostředkem ukázaným v tabulce 11 obsahovaly všechny 17,5 %
hmotnostních povrchově aktivních látek zahuštěných 0,4 %
20 hmotnostními látky Carbopol ETD 2020 a 0,4 % hmotnostními
přípravku Bentone. Viskozita těchto dvou prostředků pro čištění byla
15 Pas, popřípadě 3,5 Pas a jejich pH bylo přibližně 7,8. Pro výrobu
hydrogelových disperzí s velkými částicemi byl u těchto kapalných
prostředků pro čištění použit vsádkový způsob a způsob
25 koextruze/průtokové míchání.

Při vsádkovém způsobu bylo přidáno 15 dílů uvedeného
silikonového hydrogelového prekursorového roztoku do 85 dílů
kapalného čistícího prostředku a směs byla míchána při 60 ot/min
15 minut použitím svrchního míchadla. Pro koextruzi/průtokové
30 míchání bylo použito zařízení popsané v příkladu 3. 15 dílů roztoku
silikonového hydrogelového prekursoru bylo koextrudováno s 85 %

hmotnostními kapalného čisticího prostředku tryskou pro dvě kapaliny za vytvoření dlouhých měkkých nudliček hydrogelu. Předem vytvrzené nudličky hydrogelu byly potom kontinuálně protlačovány průtokovým míchacím zařízením s nízkými střížnými silami rychlostí 20 ml/min pro

5 rozbití hydrogelových nudliček na částice hydrogelu. Pro rozbíjení hydrogelových nudliček byla použita dvě různá průtoková mísicí zařízení. Jedním je statický průtokový mixér o průměru 0,64 cm a délce 15,2 cm. Druhý průtokový mixér obsahoval dvě identická síta s velikostí otvorů přibližně 200 μm . Velikost hydrogelových částic a

10 procenta silikonového oleje zachycená uvnitř částic hydrogelu jsou uvedeny v tabulce 12. Výsledky jasně ukázaly, že u způsobu koextruze/průtokové míchání bylo dosaženo mnohem lepšího řízení velikosti hydrogelových částic a dosáhlo se také mnohem lepšího zachycení oleje uvnitř vytvořených hydrogelových částic než při

15 způsobu přímého vsádkového míchání.

Tabulka 11Kapalný prostředek pro čištění z příkladu 16

Surovina	Dodavatel	Prostředek pro čištění s nízkou viskozitou	Prostředek pro čištění s vysokou viskozitou
Tergobetaine F TM	Goldschmidt	26,7 %	26,7 %
Standapol EA-2L TM	Henkel	18,0 %	18,0 %
Jodapon CI-ADH TM	PPG-Mazer	5,8 %	5,8 %
DC3501 silikonový vosk	Dow Corning	1,0 %	1,0 %
Bentone Clay	Rheox	0,4 %	0,4 %
Carbopol ETD2020	BF Goodrich	0,45 %	0,45 %
Glycerol	Fisher	2,5 %	2,5 %
Izopropanol		2,0 %	0 %
Parfém	Givaudan-Roure	1,0 %	1,0 %
Glydant Plus	Lonza	0,2 %	0,2 %
Deionizovaná voda		do 85 %	do 85 %

Tabulka 12Velikost částic hydrogelu a procento oleje zachyceného v příkladu 16

	Prostředek pro čištění s nízkou viskozitou		Prostředek pro čištění s vysokou viskozitou	
	Velikost částic gelu	% zachyce- ného oleje	Velikost částic gelu	% zachyce- ného oleje
Přímé míchání	392 μm	68 %	>710 μm	41 %
Koextruze/ statický mixér	230 μm	85 %	140 μm	75 %
Koextruze/ síto	306 μm	88 %	326 μm	84 %

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Vodný prostředek, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
5 ž e obsahuje:

(a) 40 až 95 % hmotnostních vodného roztoku s obsahem 5 až 50 % povrchově aktivní látky a s viskozitou větší než 0,3 Pas; a

(b) 5 až 60 % hmotnostních hydrogelové soustavy obsahující:

10 (i) 0,1 až 30 % hmotnostních hydrogelové soustavy alespoň jednoho polymeru rozpustného ve vodě, kde tento polymer se při vložení do vodného roztoku podle odst. (a) stane nerozpustným;

15 (ii) 0,2 až 30 % hmotnostních hydrogelové soustavy polymeru rozpustného ve vodě a rozpustného nebo dispergovatelného ve vodném roztoku podle odst. (a); a

(iii) 1,0 až 60 % ve vodě nerozpustného prospěšného činidla zachyceného v síti vytvořené složkami (i) a (ii);

kde částice prospěšného činidla (iii) mají velikost 0,2 až 200 μm ;

20 kde částice hydrogelu jsou větší než 25 μm ;

kde velikost částic hydrogelu (b) je větší než velikost částic prospěšného činidla, a kde prostředek obsahující hydrogel je vytvořen nastříknutím roztoku prekursoru hydrogelu do vodného roztoku nebo koextruzí roztoku prekursoru hydrogelu
25 ve vodném roztoku.

2. Prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
ž e polymer podle odstavce (i) se stane nerozpustným při

uvedení do styku s vodným roztokem z odstavce (a) tvorbou gelu působením tepla.

- 5 3. Prostředek podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e uvedený polymer vytvářející gel se volí ze skupiny polysacharidů vytvářejících gel, jako je například karagenan nebo agar, proteinů vytvářejících gel jako je například želatina a teplem gelujících syntetických polymerů.
- 10 4. Prostředek podle některého z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e uvedeným polymerem vytvářejícím gel je syntetický polymer zvolený ze skupiny N-akrylamidů a homo- nebo kopolymerů polymerů s obsahem polyakrylátů nebo metakrylátů obsahujících akrylový nebo 15 metakrylový ester alkoholu s dlouhým rozvětveným nebo přímým řetězcem.
- 20 5. Prostředek podle některého z nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e polymer podle odstavce (i) se stane nerozpustným při uvedení do styku s vodným roztokem podle odstavce (a) srážením nebo koacervací, přičemž srážení nebo koacervace jsou s výhodou způsobeny změnou pH, a kde polymerem (i) citlivým na pH vodného roztoku je s výhodou polyglukosamin.
- 25 6. Prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e srážení nebo koacervace jsou způsobeny změnou koncentrace elektrolytu, přičemž polymer (i) citlivý na koncentraci elektrolytu vodného roztoku je zvolen s výhodou

z polyvinylalkoholu s molekulovou hmotností větší než 13 000 a stupněm hydrolýzy 78 až 100 %; a hydroxyalkylcelulózy.

- 5 7. Prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
ž e polymer podle odstavce (i) se stane nerozpustným
zesítním působením zesíťujícího činidla přítomného ve
vodném roztoku podle odstavce (a).
- 10 8. Prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
ž e polymer modifikující vlastnosti (ii) se volí ze skupiny:
(a) akrylové polymery obsahující karboxylovou kyselinu;
(b) neiontové polymery zvolené ze skupiny polyvinylalkohol,
polyvinylpyrrolidon, modifikovaný kukuřičný škrob a hydroxy-
alkylcelulóza nebo hydroxyalkylmethylcelulóza; a
15 (c) kationtové polymery.
9. Použití prostředku podle některého z předcházejících nároků
v produktu nebo krému pro čištění těla nebo péči o kůži.
- 20 10. Způsob výroby vodného prostředku obsahujícího částice
hydrogelu následujícího složení:
(a) 0,1 až 30 % hmotnostních hydrogelové soustavy alespoň
jednoho polymeru rozpustného ve vodě, kde tento polymer se
při vložení do uvedeného vodného roztoku stane
25 nerozpustným;
(b) 0,2 až 30 % hmotnostních hydrogelové soustavy polymeru
rozpustného ve vodě a rozpustného nebo dispergovatelného ve
vodném roztoku; a

(c) 1,0 až 60 % ve vodě nerozpustného prospěšného činidla zachyceného v síti vytvořené (a) a (b);

kde uvedené částice prospěšného činidla (c) mají velikost částic 0,2 až 200 μm ;

5 kde částice uvedeného hydrogelu jsou větší než 25 μm ; a

kde velikost částic hydrogelu je větší než velikost částic prospěšného činidla; v y z n a č u j í c í s e t í m ,
ž e zahrnuje kroky:

10 (i) rozpuštění polymeru (a) a (b) za vytvoření roztoku polymeru ve vodě;

(ii) dispergování složky (c) do roztoku polymeru za vytvoření roztoku prekursoru hydrogelu;

15 (iii) vytvoření vodného roztoku obsahujícího 40 až 95 % hmotnostních vodného roztoku s obsahem 5 až 50 % hmotnostních povrchově aktivní látky a s viskozitou větší než 0,3 Pas takovým způsobem, že první polymer (a) není rozpustný a druhý polymer (b) je rozpustný nebo dispergovatelný ve vodném roztoku;

20 (iv) spojení roztoku prekursoru hydrogelu a vodného roztoku vstříknutím roztoku prekursoru hydrogelu do vodného roztoku nebo koextruzí roztoku prekursoru hydrogelu ve vodném roztoku za vytvoření dlouhých nudliček hydrogelu, které se tvoří při styku prekursoru hydrogelu s vodným roztokem, přičemž tyto nudličky jsou dostatečně odolné pro zachycení
25 prospěšného činidla avšak dostatečně měkké, aby snadno praskly při nanesení na substrát; a

(v) rozbití uvedených nudliček na částice pomocí mechanického míchadla nebo průtokového mixéru.

06.05.99

58

11. Způsob podle nároku 10, vyznačující se tím, že přivedení prvního polymeru (a) do nerozpustného stavu se způsobí tvorbou gelu působením tepla, srážením nebo koacervací nebo zesíťním.

5

Zastupuje:

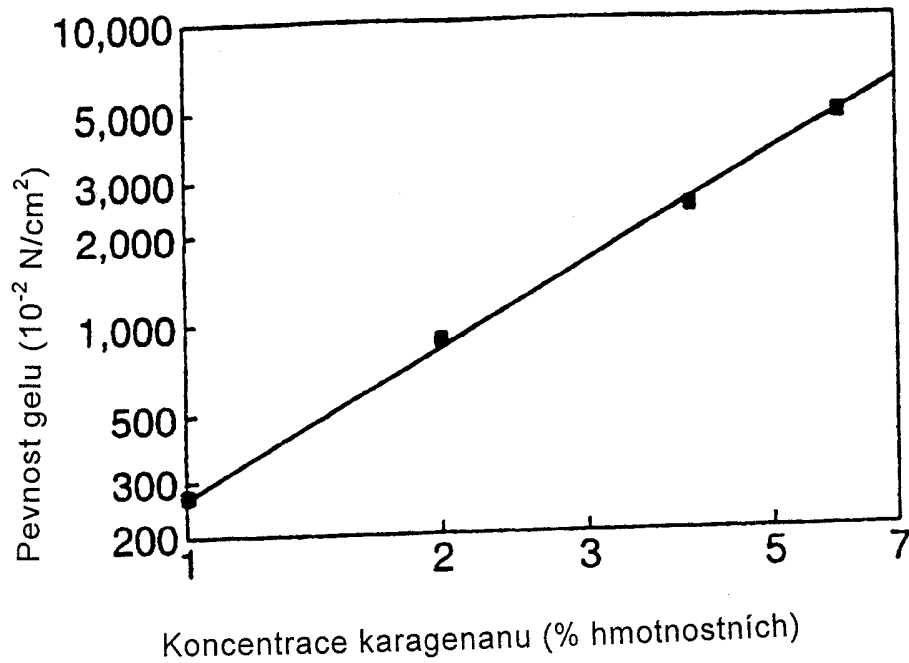
06.05.99
59**Anotace PV 672 - 99**Název vynálezu: Vodný prostředek

- 5 Vynález se týká disperzí/částic hydrogelu schopných zachytit ve vodě nerozpustné prospěšné činidlo a zároveň hladce se rozpadat pro dosažení požadovaných uživatelských vlastností. Popisuje se také způsob výroby disperzí/částic hydrogelu.

08.05.99
1/1

PV 672 - 99

Obr. 1



Obr. 2

