

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102300773 A

(43) 申请公布日 2011.12.28

(21) 申请号 201080005532.4

R · D · 法里斯 K · S · 魏

(22) 申请日 2010.01.28

S · N · 阿布谢尔

(30) 优先权数据

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专
利商标事务所 11038

12/361,492 2009.01.28 US

代理人 张钦

(85) PCT申请进入国家阶段日

(51) Int. Cl.

2011.07.27

B65B 3/32 (2006.01)

(86) PCT申请的申请数据

B65B 43/59 (2006.01)

PCT/US2010/022359 2010.01.28

(87) PCT申请的公布数据

W02010/088352 EN 2010.08.05

(71) 申请人 宝洁公司

权利要求书 1 页 说明书 18 页 附图 11 页

地址 美国俄亥俄

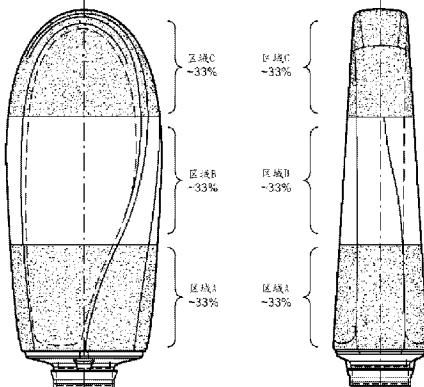
(72) 发明人 J · R · 塞蒂 C · D · 帕特曼

(54) 发明名称

用于连续分配含有不同浓度疏水性有益物质的组合物的个人护理制品

(57) 摘要

本发明公开了用个人护理组合物填充包装的方法。所述包装具有第一端部和第二端部。所述方法包括在包括至少第一步、第二步和第三步的多个步骤中，自第一端部朝向第二端部填充包装。第一步包括用第一剂量的个人护理组合物填充所述包装，所述第一剂量包含第一组合物和第二组合物。所述第一组合物具有第一有益剂，并且第二组合物具有第二有益剂，并且所述第一有益剂按所述第一剂量重量计的浓度大于第二有益剂按所述第一剂量重量计的浓度。第二步包括在第一剂量后，用包含第一和第二组合物的第二剂量填充所述包装，其中所述第一有益剂按所述第二剂量重量计的浓度小于第二有益剂按所述第二剂量重量计的浓度。第三步包括在第二剂量后，用包含第一和第二组合物的第三剂量填充所述包装，其中所述第一有益剂按所述第三剂量重量计的浓度大于第二有益剂按所述第三剂量重量计的浓度。



1. 一种用个人护理组合物填充包装的方法,其中所述包装包括第一端部和第二端部,所述方法包括:

以多个步骤从所述第一端部朝向所述第二端部填充所述包装,

其中所述多个步骤至少包括第一步骤、第二步骤和第三步骤;

其中所述第一步骤包括用第一剂量的包含第一组合物和第二组合物的个人护理组合物填充所述包装,其中所述第一组合物包含第一有益剂,并且所述第二组合物包含第二有益剂,并且其中所述第一有益剂具有的按所述第一剂量重量计的浓度大于所述第二有益剂按所述第一剂量重量计的浓度;

其中所述第二步骤包括在所述第一剂量后用第二剂量的包含所述第一和第二组合物的个人护理组合物填充所述包装,其中所述第一有益剂具有的按所述第二剂量重量计的浓度小于所述第二有益剂按所述第二剂量重量计的浓度;并且

其中所述第三步骤包括在所述第二剂量后用第三剂量的包含所述第一和第二组合物的个人护理组合物填充所述包装,其中所述第一有益剂具有的按所述第三剂量重量计的浓度大于所述第二有益剂按所述第三剂量重量计的浓度。

2. 如权利要求1所述的方法,其中所述第一有益剂是表面活性剂,并且所述第二有益剂是疏水性有益物质。

3. 如权利要求2所述的方法,其中所述疏水性有益物质是凡士林。

4. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中所述剂量介于33mL和289mL之间。

5. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中所述第一有益剂的浓度按所述第一剂量的重量计大于50%并且小于70%。

6. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中所述第一有益剂的浓度按所述第二剂量的重量计大于30%并且小于50%。

7. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中所述第一有益剂的浓度按所述第三剂量的重量计大于50%并且小于90%。

8. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中使用双相填充机来实施所述第一步骤、第二步骤和第三步骤。

9. 如权利要求8所述的方法,其中将所述第一组合物混合,然后通过第一软管组件喂送到所述双相填充机中,并且其中将所述第二组合物混和,然后通过第二软管组件喂送到所述双相填充机中。

10. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中所述个人护理组合物为局部施用到皮肤上的洗去型组合物。

11. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中所述包装为单室包装。

12. 如前述任一项权利要求所述的方法,其中通过包含两个喷嘴的双相填充机,将所述第一组合物和所述第二组合物以螺旋构型填充到所述包装中。

13. 如权利要求12所述的方法,其中用填充特征图来程序化所述双相填充机,所述特征图根据所述第一剂量、第二剂量和第三剂量的具体比率来控制所述第一组合物和第二组合物的泵送。

14. 一种如前述任一项权利要求所述制得的包装的个人护理组合物。

用于连续分配含有不同浓度疏水性有益物质的组合物的个人护理制品

发明领域

[0001] 本发明涉及个人护理制品，所述制品提供了在整个包装内具有不同浓度疏水性有益物质的个人护理产品。

[0002] 发明背景

[0003] 个人护理组合物是熟知的并且广泛用于清洁和保湿皮肤和毛发，递送活性物质，遮蔽缺陷，降低皮肤和毛发的油质或油光，以及向淋浴者和 / 或毛发和皮肤提供香味。个人护理组合物的功效与使用频率以及有益物质含量直接相关。在一些情况下，个人护理组合物中高含量的有益物质在向消费者单次施用后，可将有益效果保持若干天。在此情况下，不需要整瓶具有高含量有益物质的个人护理组合物，因为连续施用该个人护理组合物将不会在一次施用或两次施用后向消费者提供附加有益效果。众多化妆品应用需要以有益物质剂量随着时间的推移而不同的方式来使用相应的组合物。到目前为止，为了进行这些处理，可行的对策包括：单独包装中逐渐增加或降低浓度的有益物质的连续施用，或多次施用具有相同有益物质浓度的组合物，以获得对所需的处理而言正确的剂量。如果处理方案包含过多的步骤或过多的包装，则消费者通常会随着时间的推移而对个人护理组合物施用方案习以为常或厌倦。因此，尽管随着时间的过去，通过遵从该方案使用可获得有益效果，但是消费者通常会减少或甚至停止个人护理产品方案的使用。由于淋浴或沐浴空间有限，典型的淋浴或沐浴不具备足够的空间来贮存多个个人护理组合物包装，以使消费者能够易于由使用一种个人护理组合物更换至使用另一种具有不同浓度有益物质的个人护理组合物。因此，仍需要提供优异皮肤有益效果的简化的个人护理组合物方案。

[0004] 本发明的个人护理制品满足了这种对提供优异皮肤有益效果的简化方案的要求。

[0005] 发明概述

[0006] 公开了用个人护理组合物填充包装的方法。所述包装具有第一端部和第二端部。所述方法包括在包括至少第一步、第二步和第三步的多个步骤中，自第一端部朝向第二端部填充包装。第一步包括用第一剂量的个人护理组合物填充所述包装，所述第一剂量包含第一组合物和第二组合物。所述第一组合物具有第一有益剂，并且第二组合物具有第二有益剂，并且所述第一有益剂按所述第一剂量重量计的浓度大于第二有益剂按所述第一剂量重量计的浓度。第二步包括在第一剂量后，用包含第一和第二组合物的第二剂量填充所述包装，其中所述第一有益剂按所述第二剂量重量计的浓度小于第二有益剂按所述第二剂量重量计的浓度。第三步包括在第二剂量后，用包含第一和第二组合物的第三剂量填充所述包装，其中所述第一有益剂按所述第三剂量重量计的浓度大于第二有益剂按所述第三剂量重量计的浓度。

[0007] 附图概述

[0008] 图 1A 和图 1B 示出了具有三区域的个人护理制品，在每个区域的组合物之间具有水平界面。

[0009] 图 2A 是采用下文所述的微量离心方法，将个人护理产品离心后的可识别层的图

像,可测量所述层的长度,以计算个人护理产品中疏水性有益物质的浓度。

[0010] 图 2B 和图 2C 是图像,示出了用于计算采用下文所述微量离心方法离心后所测样品中疏水性有益物质浓度的有益层长度的测量。

[0011] 图 3 是采用下文所述微量离心方法中的公式计算出的校准曲线。

[0012] 图 4A 和图 4B 示出了根据下文所述的 MRI 方法,对沿包装径向尺寸分布的个人护理产品相进行的图形用户界面分析。

[0013] 图 5A 和图 5B 示出了根据下文所述的 MRI 方法,对沿包装高度分布的个人护理产品相进行的图形用户界面分析。

[0014] 图 6A、图 6B 和图 6C 是根据下文所述的动态稳定性运输方法,模拟运输情形前后疏水性有益物质分布剖面 MRI 图。

[0015] 图 7A、图 7B 和图 7C 是下文实施例中所述个人护理产品中的疏水性有益物质的分布剖面 MRI 图。

[0016] 图 8 是图表,示出了疏水性有益物质在下文实施例中所述的个人护理产品中的有益相分布特征图。

[0017] 图 9 是被分成多个部分的包装的前正视图。

[0018] 图 10 是图 9 包装的前正视图,其中多个部分已经彼此分开。

[0019] 图 11 是生产线的示意图,所述生产线包括同时填充多个包装的填充工位。

[0020] 发明详述

[0021] 本文所用术语“环境条件”是指一个(1) 大气压、50% 相对湿度和 25°C 的环境条件。

[0022] 本文所用“包含”是指可以加入的不影响最终结果的其他步骤和其他成分。该术语包括术语“由组成”和“基本上由组成”。本发明的组合物和方法 / 工艺可包含、由或基本上由本文所述发明的基本要素和限制、以及本文所述的可用于旨在局部施用到毛发或皮肤上的个人清洁组合物中的任何附加或任选成分、组分、步骤或限制组成。

[0023] 如本文所用,术语“顶部空间”是指位于临近分配孔口和单室包装第一区域界面的空隙体积。在供选择的替代方案中,顶部空间可包含于第一区域中。本发明个人护理制品中的顶部空间可由下列方法或任何其它常规方法测得。首先,将空包装放置在天平上并且称重。通过用去离子水充满所述包装,并且测定去离子水重量,将其记作($V_{\text{总}}$),来测得总包装体积。然后用个人护理组合物填充所述包装,留有顶部空间。接着,将包装放置在天平上,并且再次清零。经由注射器,用去离子水填充顶部空间体积。将填充到顶部空间中的去离子水重量记为($V_{\text{顶部空间}}$)。顶部空间计算为: $V_{\text{顶部空间}}/V_{\text{总}} * 100\%$ 。

[0024] 如本文所用,术语“液体”是指所述组合物通常在某种程度上是可流动的。因此,“液体”可包括旨在局部施用到皮肤上的液体、半液体、霜膏、洗剂或凝胶组合物。如使用下文所述的 T 形条粘度方法所测量,所述组合物可表现出等于或大于约 1,500(厘泊,下文为“cps”),等于或大于约 5,000cps,等于或大于约 10,000cps 或等于或大于约 20,000cps,并且不超过约 1,000,000cps,不超过约 500,000cps,不超过约 300,000cps,或不超过约 200,000cps 的粘度。

[0025] 术语“包装”包括任何适宜的个人护理组合物容器,所述组合物表现出约 1,500 厘泊(cP)至约 1,000,000cP 的粘度,所述容器包括但不限于瓶、倒头瓶、软管、广口瓶、非气

溶胶泵，以及它们的混合。如本文所用，“倒头瓶”是指以瓶颈或瓶口为支撑的瓶，其内容物从瓶颈或瓶口充入和分配出，但是所述瓶颈或瓶口同样也是消费者旨在将所述瓶放置或搁置的底端，以贮藏和 / 或在商品陈列架上展示，如 2005 年 2 月 25 日提交的授予 McCall 等人的题目为“Multi-phase Personal Care Compositions, Process for Making and Providing, and Article of Commerce”的共同拥有的美国专利申请序列号 11/067443 中所述。

[0026] 本文所用术语“个人护理组合物”是指旨在局部应用到皮肤或毛发上的组合物。本发明组合物为洗去型制剂，其中所述产品被局部施用到皮肤或毛发上，接着随后几分钟内用水将其从皮肤或毛发上漂洗下来，或者用基质擦拭掉，同时沉积了一部分所述组合物。所述组合物也可以被用作剃刮助剂。本发明的个人护理组合物通常可从单室包装中挤压或分配出来。本发明的个人护理组合物可以是旨在局部施用到皮肤的液体、半液体、霜膏、洗剂或凝胶组合物形式。本发明个人护理组合物的实例包括但不限于洗发剂、调理洗发剂、毛发调理剂、沐浴剂、保湿沐浴剂、沐浴凝胶、皮肤清洁剂、清洁乳、洗发沐浴剂、沐浴保湿剂、宠物香波、剃刮制剂以及与一次性清洁布联合使用或施用到一次性清洁布上的清洁组合物。为限定本发明的组合物和方法，所设想的产品形式均为洗去型制剂，这是指产品可被局部施用在皮肤或毛发上，接着随后（即在几分钟内）用水漂洗掉，或者，用基质或其他合适的去除方式擦拭掉。

[0027] 除非另外指明，如本文所用，术语“静态稳定”是指在环境条件下，包含于单室包装中的包含至少两种组合物的个人护理产品使至少两个“分离”的区域在至少约 180 天内保持为至少两个分离的有益物质浓度区域。作为另外一种选择，静态稳定性可在高温下由加速方案测得。一种加速方案以 50°C 下 10 天后通过静态稳定性测试为基准。“分离”是指如使用下文所述的有益效果分析方法所检测，在组合物分配之前，包含在所述区域中的组合物基本上不混合。

[0028] 如本文所用，术语“结构化”是指具有可赋予个人护理组合物以稳定性的流变特性。结构化程度通过以下方法中的一个或多个所测定的特性决定：屈服应力方法或零剪切粘度方法或超速离心方法，所有这些方法均在以下的“测试方法”中。因此，根据屈服应力方法或零剪切粘度方法或超速离心方法，如果表面活性剂相具有下述一个或多个特性，则认为本发明组合物的表面活性剂相是“结构化的”。如果表面活性剂相具有以下特性中的一个或多个，则认为该相是结构化的：

[0029] A. 当通过下文所述的屈服应力方法和零剪切粘度方法测量时，大于约 0.1 帕 (Pa)，更优选大于约 0.5Pa，甚至更优选大于约 1.0Pa，还更优选大于约 2.0Pa，还甚至更优选大于约 3Pa，并且甚至还甚至更优选大于约 5Pa 的屈服应力；

[0030] B. 至少约 500 帕斯卡 - 秒 (Pa-s)，优选至少约 1,000Pa-s，更优选至少约 1,500Pa-s，甚至更优选至少约 2,000Pa-s 的零剪切粘度；或

[0031] C. 当通过下文所述的超速离心方法测量时，大于约 40%，优选至少约 45%，更优选至少约 50%，更优选至少约 55%，更优选至少约 60%，更优选至少约 65%，更优选至少约 70%，更优选至少约 75%，更优选至少约 80%，甚至更优选至少约 85% 的结构域体积比率。

[0032] 本文所用术语“表面活性剂组分”是指一相中所有阴离子表面活性剂、非离子表面活性剂、两性表面活性剂、两性离子表面活性剂和阳离子表面活性剂的总和。当基于表面活

性剂组分计算时,把水和电解质排除在涉及表面活性剂组分的计算之外,这是因为表面活性剂在生产时通常是被稀释和中和的。

[0033] 如本文所用,术语“区域”为单室包装内与个人护理产品组合物相应的域或区域。介于区域之间的界面可与另一区域不同或渐变或分离。可按包装体积百分比来定义区域内包含的量,并且除了对应于所需顶部空间或空隙体积和闭合处的包装体积以外,一个区域包括指定包装至少 10% 的包装体积,如本发明图 1A 和图 1B 所示。在一个方面,第一区域、第二区域或第三区域中的第一个人护理组合物、第二个人护理组合物和第三个人护理组合物是均匀的。在该情况下,疏水性有益物质的浓度在所述区域内恒定。在另一方面,第一、第二或第三区域内的个人护理组合物是不均匀的,使得区域内疏水性有益物质的浓度呈现不同。疏水性有益物质的含量可呈现出上升或下降趋势。

[0034] 除非另外指明,所有的百分比、份数和比率均按本发明组合物的总重量计。除非另外指明,与所列成分相关的所有此类重量均基于活性物质含量;因此不包括可能包含于市售物质中的溶剂或副产物。本文术语“重量百分比”可表示为“重量%”。除了在提出实际测量值的具体实例时以外,本文所提及的数值应视为受措词“约”的限定。

[0035] 除非另外指明,本文所用的所有分子量为重量平均分子量,以克 / 摩尔表示。

[0036] 本发明涉及用于分配个人护理产品的个人护理制品,所述制品包括单室包装和个人护理产品。单室包装包括分配孔口、邻近分配孔口的第一区域、距分配孔口距离适中的第二区域、和远离分配孔口的第三区域。所述个人护理产品包含第一个人护理组合物、第二个人护理组合物和第三个人护理组合物。所述第一个人护理组合物基本上位于第一区域内,并且包含第一浓度的疏水性有益物质。所述第二个人护理组合物基本上位于第二区域内,并且包含第二浓度的疏水性有益物质。所述第三个人护理组合物基本上位于第三区域内,并且包含第三浓度的疏水性有益物质。疏水性有益物质的第二浓度大于第一浓度和第三浓度。第一个人护理组合物能够在第二个人护理组合物和第三个人护理组合物之前被基本上分配出来。第二个人护理组合物能够在第三个人护理组合物之前被基本上分配出来。

[0037] 在大多数实施方案中,本发明的个人护理产品是静态稳定的。根据下文测试方法中公开的动态稳定性运输方法,在大多数实施方案中,本发明的个人护理产品是动态稳定的。

[0038] 在一些实施方案中,单室包装中的第一个人护理组合物与第二个人护理组合物物理接触。在另一个实施方案中,单室包装中的第二个人护理组合物与第三个人护理组合物物理接触。

[0039] 在一个实施方案中,本发明的第一区域、第二区域和 / 或第三区域占所述包装的约 10 体积% 至约 70 体积%。本发明的第一区域、第二区域和 / 或第三区域占所述包装的约 10 体积% 至约 60 体积%,约 10 体积% 至约 50 体积%,约 10 体积% 至约 40 体积%,约 10 体积% 至约 30 体积%,约 10 体积% 至约 20 体积%。在其它实施方案中,本发明的第一区域、第二区域和 / 或第三区域占所述包装的约 20 体积% 至约 70 体积%,约 20 体积% 至约 60 体积%,约 20 体积% 至约 50 体积%,约 20 体积% 至约 40 体积%,约 20 体积% 至约 30 体积%。在其它实施方案中,本发明的第一、第二和 / 或第三区域占所述包装的约 30 体积% 至约 70 体积%,约 30 体积% 至约 60 体积%,约 30 体积% 至约 50 体积%,约 30 体积% 至约 40 体积%。

[0040] 本发明的个人护理制品包括单室包装，所述包装能够包含任何数量的区域和组合物，例如四个区域和四种组合物，五个区域和五种组合物，六个区域和六种组合物，十二个区域和十二种组合物等等。这些组合物中的每一种均能够以基本上连续的方式，在其前一个组合物之前基本上分配出来。例如，基本上位于第四区域内的第四个人护理组合物能够在位于第五区域内的第五个人护理组合物之前分配出来等等。

[0041] 填充本发明的个人护理制品，以包含顶部空间。在一些实施方案中，本发明的个人护理制品具有小于 10%，小于 6%，小于 5%，并且小于 4% 的顶部空间。在其它实施方案中，本发明的个人护理制品具有小于 3%，小于 2%，并且小于 1% 的顶部空间。

[0042] 在另一方面，每种个人护理组合物包含染料、着色剂等，使得每种个人护理组合物的颜色或色调不同。例如，第一个人护理组合物为黄色，第二个人护理组合物为橙色，并且第三个人护理组合物为紫色。

[0043] 通常将第一个人护理组合物、第二个人护理组合物和第三个人护理组合物中的疏水性有益物质的量或浓度配制为按所述组合物的重量计小于约 75%，小于约 65%，小于约 60%，小于约 60%，小于约 55%，小于约 50%，小于约 45%，小于约 40%，小于约 35%，小于约 30%，小于约 25%，小于约 20%，小于约 10%，小于约 5%，小于约 4%，小于约 3%，小于约 2%，小于约 1%。第一个人护理组合物、第二个人护理组合物和第三个人护理组合物包含按所述个人护理组合物的重量计约 1.0% 至约 60%，约 5% 至约 60%，约 10% 至约 50%，约 20% 至约 45% 的疏水性有益物质。

[0044] 在一些实施方案中，第一浓度按所述第一个人护理组合物的重量计可为约 10% 至小于约 50%，或约 10% 至约 40%。在其它实施方案中，疏水材料的第一浓度按所述第一个人护理组合物的重量计包含约 15% 至小于 45%，或 15% 至小于 35% 的疏水性有益物质。在一些实施方案中，所述第一浓度按第一个人护理组合物的重量计为约 20% 至约 40%，和约 25% 至约 40%。

[0045] 在一些实施方案中，第二浓度按所述第二个人护理组合物的重量计包含大于 30% 至约 70%，大于约 35% 至约 65% 的疏水性有益物质。在另一个实施方案中，所述第二浓度按所述第二个人护理组合物的重量计为约 40 至约 60%，和约 55%。

[0046] 在一些实施方案中，第三浓度按所述第三个人护理组合物的重量计可为约 10% 至小于约 50%，或约 10% 至约 40%。在其它实施方案中，疏水材料的第三浓度按所述第三个人护理组合物的重量计包含约 15% 至小于 45%，或 15% 至小于 35% 的疏水性有益物质。在一些实施方案中，第三浓度按所述第三个人护理组合物的重量计为约 20% 至约 40%，和约 25% 至约 40%。

[0047] 在一个实施方案中，本发明的第一个人护理组合物、第二个人护理组合物和第三个人护理组合物为多相组合物，并且包含下文相中所述的一个或多个相或一种或多种组分：

[0048] 本发明的个人护理组合物包含有益相或有益相组分。在大多数实施方案中，本发明中的有益相是无水的，和基本上无水的。在一些实施方案中，有益相基本上不含或不含表面活性剂。

[0049] 适用于本发明中的疏水性有益物质优选具有约 $5(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 至约 $15(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 的如“Vaughan in Cosmetics and Toiletries”第 103 卷定义的 Vaughan 溶解度参数。如

本文所用, Vaughan 溶解度参数 (VSP) 是用于定义疏水材料溶解度的参数。Vaughan 溶解度参数在各个化学和制剂领域中是熟知的, 并且通常具有 5 至 25 的范围。具有约 5 至约 15 范围内的 VSP 值的疏水性有益物质的非限制性实例包括以下这些: 环甲基硅酮 5.92, 角鲨烯 6.03, 凡士林 7.33, 棕榈酸异丙酯 7.78, 肉豆蔻酸异丙酯 8.02, 蓖麻油 8.90, 胆固醇 9.55, 如 C. D. Vaughan 在 1988 年 10 月的“Cosmetics and Toiletries”第 103 卷“Solubility, Effects in Product, Package, Penetration and Preservation”中所报导的。

[0050] 用于所述组合物的有益相的疏水性有益物质具有如由稠度值 (k) 和剪切指数 (n) 定义的优选的流变学概况。本文所用术语“稠度值”或“k”是脂质粘度的量度, 并且与剪切指数联合使用以定义物质的粘度, 该物质的粘度为剪切的函数。测量在 35°C 下进行并且单位为泊 (等于 100cps)。本文所用术语“剪切指数”或“n”是脂质粘度的量度, 并且与稠度值联合使用以定义物质的粘度, 该物质的粘度为剪切的函数。测量在 35°C 下进行, 单位是无量纲的。稠度值 (k) 和剪切指数 (n) 更详细地描述于以下测试方法中。优选的稠度值范围在 1-10,000 泊 (1/秒)ⁿ⁻¹, 优选 10-2000 泊 (1/秒)ⁿ⁻¹ 和更优选 50-1000 泊 (1/秒)ⁿ⁻¹ 内。剪切指数范围为 0.1-0.8, 优选 0.1-0.5, 并且更优选 0.20-0.4。这些优选的流变学特性尤其可用于向个人清洁组合物提供有益剂在皮肤上改善的沉积。

[0051] 在一个实施方案中, 有益相由疏水性有益物质构成, 所述疏水性有益物质选自由下列组成的组: 凡士林、羊毛脂、羊毛脂衍生物 (例如羊毛脂油、羊毛脂酸异丙酯、乙酰化羊毛脂、乙酰化羊毛脂醇、亚油酸羊毛脂醇酯、蓖麻油酸羊毛脂醇酯)、烃油 (例如矿物油)、天然和合成蜡 (例如微晶蜡、石蜡、地蜡、羊毛脂蜡、羊毛脂醇、羊毛脂脂肪酸、聚乙烯、聚丁烯、聚癸烯、五氢角鲨烯)、挥发性或非挥发性有机基硅氧烷和它们的衍生物 (例如聚二甲基硅氧烷、环甲基硅酮、烷基硅氧烷、聚甲基硅氧烷、甲基苯基聚硅氧烷)、天然和合成甘油三酯 (例如蓖麻油、大豆油、向日葵种子油、马来酸大豆油、红花油、棉子油、玉米油、胡桃油、花生油、橄榄油、鳕鱼肝油、杏仁油、鳄梨油、棕榈油、芝麻油)、以及它们的组合。在一个方面, 按重量计至少约 50% 的疏水性有益物质选自由下列物质组成的组: 凡士林、矿物油、石蜡、聚乙烯、聚丁烯、聚癸烯、聚二甲基硅氧烷、烷基硅氧烷、环状聚甲基硅氧烷、羊毛脂、羊毛脂油、羊毛脂蜡。在一个实施方案中, 疏水性有益物质的剩余部分选自: 棕榈酸异丙酯、蓖麻油酸鲸蜡酯、异壬酸辛酯、棕榈酸辛酯、硬脂酸异十六烷基酯、羟基化牛奶甘油酯、以及它们的组合。在一些实施方案中, 个人护理组合物的有益相包含凡士林和矿物油的组合。

[0052] 在一些实施方案中, 本发明的个人护理组合物包含表面活性剂相。所述个人护理组合物通常包含按所述组合物的重量计约 1% 至约 100%; 按所述组合物的重量计约 5% 至约 85%; 按所述组合物的重量计约 10% 至 80%; 按所述组合物的重量计约 20% 至 70%; 按所述组合物的重量计约 25% 至 60%, 按所述组合物的重量计约 30% 至约 50% 的表面活性剂相。

[0053] 在一些实施方案中, 所述表面活性剂相包含结构域, 所述结构域由表面活性剂的混合物构成。结构域的存在能够使高含量疏水性有益物质掺入到在组合物中不乳化的单独相中。在一个方面, 所述组合物中的结构域特征在于不透明的结构域, 或者其就是不透明的结构域。在一个方面, 不透明的结构域特征在于层状相, 或者其就是层状相。所述层状相形成层状凝胶网络。层状相可提供耐剪切性能, 足以悬浮颗粒和小滴的屈服力, 并同时提供长期稳定性, 这是因为它是热力学稳定的。层状相趋于具有较高的粘度, 从而最大程度地降低

对粘度调节剂的需要。

[0054] 在一个方面，所述表面活性剂相包含由表面活性剂混合物构成的域，并且所述域为胶束相。胶束相是光学各向同性的。胶束形状近似为球形。还可以是其它形状，诸如椭圆形、圆柱形和双层。在一个方面，将胶束相结构化，以增强粘度，并且悬浮颗粒。这可通过使用粘度调节剂诸如下文定义为水结构剂的那些来实现。

[0055] 在一些实施方案中，表面活性剂相包含表面活性剂组分，所述组分由表面活性剂混合物构成，包括发泡表面活性剂或发泡表面活性剂的混合物。表面活性剂相包含适于施用到哺乳动物皮肤或毛发上并且与水和本发明组合物其它成分相容的表面活性剂。这些表面活性剂包括阴离子表面活性剂、非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、两性离子表面活性剂、两性表面活性剂、皂、或它们的组合。阴离子表面活性剂优选占表面活性剂组分的至少40%。在一些实施方案中，个人护理组合物包含表面活性剂组分，所述表面活性剂组分的浓度按所述组合物的重量计在约2%至约40%，约4%至约25%，约1%至约21%，约3%至15%范围内。

[0056] 适宜的表面活性剂被描述于由 Allured Publishing Corporation 公布的 McCutcheon's, Detergents and Emulsifiers 北美版 (1986)；和 McCutcheon's, Functional Materials 北美版 (1992)；和 1975 年 12 月 30 日授予 Laughlin 等人的美国专利 No. 3,929,678 中。

[0057] 优先用于个人护理组合物表面活性剂相中的直链阴离子表面活性剂包括十二烷基硫酸铵、月桂基聚氧乙烯醚硫酸铵、月桂基硫酸钠、月桂基聚氧乙烯醚硫酸钠、月桂基聚氧乙烯醚硫酸钾、月桂基肌氨酸钠、月桂酰肌氨酸钠、肌氨酸月桂酯、椰油基肌氨酸、椰油基硫酸铵、月桂基硫酸钾、以及它们的组合。

[0058] 适用于本发明的支链阴离子表面活性剂和一甲基支链阴离子表面活性剂描述于 2005 年 5 月 12 日提交的 Smith 等人的题目为“Structured Multi-phased Personal Cleansing Compositions Comprising Branched Anionic Surfactants”的共同拥有的美国公布 No. 60/680,149 中。支链阴离子表面活性剂包括但不限于以下表面活性剂：十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠、十三烷基硫酸钠、C₁₂₋₁₃ 烷基硫酸钠、以及 C₁₂₋₁₃ 烷醇聚醚硫酸盐和 C₁₂₋₁₃ 烷醇聚醚-n 硫酸钠。

[0059] 在一个方面，本发明的个人护理组合物包含两性表面活性剂、两性离子表面活性剂、以及它们的混合物。在一个实施方案中，所述个人护理组合物包含至少一种两性表面活性剂。适用于本发明的两性表面活性剂包括被统称为脂族仲胺和叔胺衍生物的那些，其中脂族基团可以是直链或支链的，并且其中一个脂肪族取代基包含约 8 个至约 18 个碳原子，并且一个脂肪族取代基包含阴离子水溶性基团，如羧基、磺酸根、硫酸根、磷酸根或膦酸根。属于该定义范围内的化合物实例是 3-十二烷基氨基丙酸钠、3-十二烷基氨基丙磺酸钠、月桂基肌氨酸钠和 N- 烷基牛磺酸（如根据美国专利 2,658,072 中的教导，通过十二烷基胺与羟乙基磺酸钠反应制得的那种）、N- 高级烷基天冬氨酸（如根据美国专利 2,438,091 中教导制得的那些）、和美国专利 2,528,378 中描述的产物。在一个方面，所述个人护理组合物包含两性表面活性剂，所述两性表面活性剂选自由下列组成的组：N- 月桂酰胺基乙基-N- 羟乙基乙酸钠、椰油酰两性基乙酸钠、月桂酰两性基乙酸二钠、椰油酰两性基乙酸二钠、以及它们的混合物。此外，在本发明一些实施方案中，还可使用两性乙酸盐和二两性乙

酸盐。

[0060] 适用的两性离子表面活性剂包括被统称为脂族季铵、𬭸和锍化合物衍生物的那些，其中脂族基团可是直链或支链的，并且其中一个脂族取代基包含约 8 个至约 18 个碳原子，并且一个脂族取代基包含阴离子基团，如羧基、磺酸根、硫酸根、磷酸根或膦酸根。适用于个人护理组合物中的两性离子表面活性剂包括烷基甜菜碱，其包括椰油酰氨基丙基甜菜碱。

[0061] 本发明的个人护理组合物优选不含烷基胺和链烷醇酰胺，以确保所述组合物对皮肤温和。

[0062] 可将电解质本身加入到所述个人护理组合物中，或其可通过包含于一种原料中的抗衡离子就地形成。优选地，电解质包括一个阴离子（包括磷酸根、氯离子、硫酸根或柠檬酸根）和一个阳离子（包括钠离子、铵离子、钾离子、镁离子或它们的混合物）。一些优选的电解质是氯化钠、氯化铵、硫酸钠或硫酸铵。优选将电解质加入到所述组合物的表面活性剂相中，其加入量按所述个人护理组合物的重量计为约 0.1% 至约 6%；约 1% 至约 5%，更优选约 2% 至约 4%，更优选约 3% 至约 4%。

[0063] 在一个实施方案中，第一个人护理组合物包含第一浓度的表面活性剂，第二个人护理组合物包含第二浓度的表面活性剂，并且第三个人护理组合物包含第三浓度的表面活性剂。在一些实施方案中，第一浓度的表面活性剂不同于第二浓度的表面活性剂和第三浓度的表面活性剂。在一个方面，第一个人护理组合物含有第一浓度的表面活性剂，所述第一浓度大于第二个人护理组合物中表面活性剂的第二浓度，并且等于或大于第三个人护理组合物中表面活性剂的第三浓度。在一个方面，第一个人护理组合物具有比第二和第三个人护理组合物更低的表面活性剂浓度。

[0064] 在一些实施方案中，本发明的个人护理组合物包含结构化含水相。在一个实施方案中，结构化含水相包含水结构剂和水。结构化含水相具有约 5 至约 9.5 范围内的 pH，或在一个方面中，具有约 7 的 pH。在一个实施方案中，结构化含水相是亲水性的。在一个方面，结构化含水相是亲水性的不起泡胶凝化水相。

[0065] 在一些实施方案中，结构化含水相包含按所述结构化含水相的重量计小于约 5%，小于约 3%，小于约 1% 的表面活性剂组分。在一个方面，所述组合物中的结构化含水相不含发泡表面活性剂。在一个实施方案中，本发明的结构化含水相包含按所述结构化含水相的重量计约 30% 至约 99%，大于约 50%，大于约 60%，大于约 70%，大于约 80% 的水。

[0066] 在一个实施方案中，结构化含水相包含水结构剂。水结构剂选自由下列组成的组：无机水结构剂（例如二氧化硅、聚丙烯酸酯、聚丙烯酰胺、改性淀粉、交联聚合胶凝剂、共聚物）、带电聚合物水结构剂（例如丙烯酸酯 / 异癸酸乙烯酯交联聚合物，以商品名 STABYLEN 30[®] 得自 3V SIGMA S. P. A (Bergamo, Italy)）、丙烯酸酯 / 丙烯酸 C10-30 烷基酯交联聚合物（例如得自 NOVEON[®] 的 PEMULEN[™] TR1 和 TR2 聚合物）、卡波姆、丙烯酰二甲基牛磺酸铵 / VP 共聚物（例如得自 Clariant 的 Aristoflex[®] AVC）、丙烯酰二甲基牛磺酸铵 / 山嵛醇聚醚 -25 甲基丙烯酸酯交联聚合物（例如得自 Clariant 的 ARISTOFLEX[®] HMB）、丙烯酸酯 / 十六烷基聚氧乙烯醚 -20 衣康酸酯共聚物（例如得自 National Starch 的 STRUCTURE[®] 3001）、聚丙烯酰胺（例如得自 SEPPIC 的 SEPIGEL[™] 305）、水溶性聚合物结构剂（例如纤维素胶和凝胶，以及淀粉）、缔合的水结构剂（例如黄多糖胶、结冷胶、果胶、

藻酸酯如藻酸丙二醇酯)、以及它们的混合物。在一些实施方案中,结构化含水相包含按所述结构化含水相的重量计约 0.1%至约 30%,约 0.5%至约 20%,约 0.5%至约 10%,和约 0.5%至约 5%的水结构剂。在一些实施方案中,结构化含水相的水结构剂具有净阳离子电荷、净阴离子电荷、或为电中性。

[0067] 虽然就本发明目的而言不是必需的,但下文所示的任选材料的非限制性列表适合用于个人护理组合物中,并且在某些实施方案中可被掺入以例如有助于或增强清洁性能、治疗皮肤或改善个人护理组合物的美观性。可用于本文产品的任选材料按照它们的美容和/或治疗有益效果或它们假定的作用方式或功能来描述。这些描述是非限制性的,并且是为了方便起见而进行的,因为应当理解,这些材料可提供一种以上的有益效果、功能,或经由一种以上的作用模式生效。这些任选材料的确切性质和它们加入的含量将取决于所述组合物的物理形式和为使用它进行清洁操作的性质。任选材料在组合物中的配制含量按所述组合物的重量计小于约小于约 6%,小于约 5%,小于约 4%,小于约 3%,小于约 2%,小于约 1%,小于约 0.5%,小于约 0.25%,小于约 0.1%,小于约 0.01%,小于约 0.005%。

[0068] 在本发明的一些实施方案中,包含任选成分,所述任选成分选自由下列组成的组:增稠剂、低密度微球体(例如得自 091WE40d24, Akzo Nobel 的 **EXPANCEL®** 微球体以及 2004 年 5 月 13 日公布的共同持有和转让的美国专利公布 2004/0092415A1 中描述的其它微球体)、防腐剂、抗微生物剂、芳香剂、螯合剂(例如授予 Bisset 等人的美国专利 5,487,884 中描述的那些)、多价螯合剂、维生素(例如视黄醇)、维生素衍生物(例如乙酸生育酚酯、烟酰胺、泛醇)、防晒剂、脱屑活性物质(例如授予 Bisset 等人的美国专利 No. 5,681,852 和 5,652,228 中描述的那些)、抗皱纹/抗萎缩活性物质(例如 N-乙酰基衍生物、硫醇、羟基酸、苯酚)、抗氧化剂(例如抗坏血酸衍生物、生育酚)、皮肤抚慰剂/皮肤愈合剂(例如泛酸衍生物、芦荟、尿囊素)、亮肤剂(例如曲酸、熊果苷、抗坏血酸衍生物)、皮肤美黑剂(例如二羟基丙酮)、聚合物相结构剂(例如天然衍生聚合物、合成聚合物、交联聚合物、嵌段共聚物、共聚物、亲水性聚合物、非离子聚合物、阴离子聚合物、疏水性聚合物、疏水改性聚合物、缔合聚合物和低聚物);液晶相诱导结构剂(例如以商品名 **THIXCIN® R** 得自 Rheox, Inc. 的三羟基硬脂酸甘油酯)、有机阳离子沉积聚合物(例如得自 Amerchol Corp. 的聚季铵盐 10,以商品名 **JAGUAR® C-17** 得自 Rhodia Inc. 的瓜尔羟丙基三甲基氯化铵,以及可从 AQUALON 商购获得的 N-**HANCE®** 聚合物系列)、pH 调节剂(例如三乙醇胺)、抗痤疮药物、精油、感觉剂、颜料、着色剂、珠光剂、干涉颜料(例如授予 Liang Sheng Tsaur 的美国专利 6,395,691、授予 Aronson 等人的美国专利 6,645,511、授予 Zhang 等人的美国专利 6,759,376、授予 Zhang 等人的美国专利 6,780,826 中公开的那些)、颗粒(例如滑石、高岭土、云母、绿土粘土、纤维素粉末、聚硅氧烷、二氧化硅、碳酸盐、二氧化钛、聚乙烯小珠)、疏水改性的非片状颗粒(例如疏水改性的二氧化钛和 2006 年 8 月 17 日公布的授予 Taylor 等人共同持有的专利申请公布 2006/0182699A 中描述的其它材料)、以及它们的混合物。其它任选成分最典型地为那些被认可用于化妆品中并描述于“CTFA Cosmetic Ingredient Handbook”第二版(The Cosmetic, Toiletries, and Fragrance Association, Inc. 1988, 1992) 中的物质。

[0069] 测试方法

[0070] 微量离心方法:

[0071] 微量离心方法测定包含个人护理产品的包装内,每剂量中疏水性有益物质的百分比变化。总的来说,按 10.0mL 试样量来分配所测定的个人护理产品,并且将这些样品离心。将试样量的个人护理产品离心分离成可分辨的层。第一个人护理组合物、第二个人护理组合物和第三个人护理组合物具有多个可分辨的层,例如微球体层、表面活性剂层和包含疏水性有益物质的有益层,如图 2B 和图 2C 中所示。离心后,根据个人护理产品剂量,测定每个样品的有益相体积百分比并且作图,获得整个产品包装内个人护理产品的疏水性有益物质分布特征图。

[0072]

表 1: 微量离心方法中所用设备的描述

设备:	说明:
微量离心机	VWR Galaxy 16DH
2mL 干净的微量离心管	VWR 目录号 20170-170
一次性注射器	1mL, VWR 目录编号 BD309602
顶载式天平	能够称量至小数点后 2 位
干净的塑料杯	207mL Solo 塑料杯
离心管架	能够容纳至少 24 根管
电子数显卡尺	以 mm 为单位的能够测量至小数点后 2 位

[0073] 为制备 295mL 个人护理产品包装的样品,将 24 个干净的塑料杯标记为 1-24。将杯 1 放置在天平顶部并且配衡。打开包含个人护理产品的包装,将 8.80g±0.50g 产品分配到杯 1 中,并且记录每个样品的重量。对所有 24 个杯或对得自一个包装的许多剂量重复这些操作。如果组合物卡在包装中,则将包装以下降运动方式轻敲四次。

[0074] 接着,将 24 根离心管标记剂量 1-24。然后通过手持搅拌器搅拌样品,将杯 1 中的样品混合均匀,并且将样品抽入到注射器中。将注射器一直插入到离心管底部。当将注射器从离心管中抽回时,缓慢推动柱塞,确保不形成气泡或间隙。检查气泡,如果形成了任何气泡,则轻敲离心管,直至样品填充到气泡留下的间隙中。向注射器中装载更多的产品样本,并且使注射器的尖端触及离心管内的产品样本的顶部。缓慢推动柱塞,同时将注射器从离心管中抽回。检查气泡,并且通过向下轻敲离心管来消除气泡。用产品样本填充离心管至其最大容量(即直至边缘),将离心管盖封,并且放入到离心管架中。重复这些步骤,直至填充所有 24 根离心管。

[0075] 如制造商的工艺规范的仪器操作部分中所述,加载离心机。将每个样品以 13,000rpm 的速率离心 15 分钟。离心完成后,从离心机中取出每个离心管。接着,使用卡尺测量有益相长度,精确至 1/100mm。记录每个样品的有益相长度。

[0076] 图 2A 是离心后个人护理组合物层的图。图 2B 和图 2C 是示例离心样品中包含疏水性有益物质的有益相测量的图像。

[0077] 通过使用产品密度 (0.88g/mL),将每种样品的重量转化成体积,来计算每种分配样品的体积。

[0078]

$$\text{体积}_{(\text{样品})} = \frac{\text{重量}}{\text{密度}}$$

[0079] 通过将样品体积加入到前面所有样品体积之和中,计算出总分配体积。采用下述校准曲线公式,计算疏水性有益物质百分比。在该公式中, y = 有益层长度,并且 x = 样品中疏水性有益物质的百分比。

[0080]

$$X = \frac{y + 3.0416}{0.3867}$$

[0081] 图 3 描述了由 20 至 70% 浓度的疏水性有益物质产生的校准曲线。该曲线用于将疏水性有益物质的长度 (mm) 转化为组合物中疏水性有益物质的百分比。

[0082] 最后,将疏水性有益物质百分比对总分配体积作图,获得个人护理产品中的疏水性有益物质在整个包装中的分布特征图。

[0083] 磁共振成像 (MRI) 方法 :

[0084] MRI 方法用于获得图像,并且定量描述了有益物质的 3 维分布。所用的仪器是具有 60cm 水平镗孔的 4.7T Magnex Scientific 磁体。采用 Bruker 25cm 成像线圈和 Bruker Paravision 3.0.2 来收集数据。采用自旋回波脉冲序列 (1000ms 重复时间和 15ms 回波时间),收集数据。获得 32 个沿着包装或瓶的平坦表面拍摄的 2mm 厚的片段图像。视野为 22cm × 10cm, 数据大小为 256 × 128, 其获得 86um × 78um 的面内像素分辨率。

[0085] 用于分析 MRI 图像的定制成像分析软件是基于 Matlab 的图形用户界面程序,下文称为“GUI 程序”。研发该 GUI 程序,以定量描述有益层 3 维分布。GUI 程序基于 MRI 强度,设定片段背景和 / 或空隙区域、有益区域和表面活性剂区域的阈值。如图 4 和图 5,总结并且绘制疏水性有益物质沿高度和径向的分布。图 4 示出了基于 GUI 的对个人护理组合物相沿着包装径向分布的分析。图 5 示出了基于 GUI 的对个人护理组合物相沿着包装高度方向分布的分析。

[0086] 动态运输稳定性方法 :

[0087] 动态运输稳定性方法是模拟运输测试,实施所述测试来示出顶部空间量对本发明个人护理制品中疏水性有益物质分布特征的影响。在振动桌如得自 Lansmont TTV (Monterrey, California) 的 MTS 振动桌上,实施所述方法。

[0088] 所述方法测试了个人护理制品的运输箱。运输箱内存在 6 个个人护理制品或包装。用采用本发明填充特征图 B 的本发明实施例 B 填充个人护理制品,其具有分别占个人护理制品种积 16%、10% 和 3% 的不同顶部空间。使运输箱经历模拟运输条件。个人护理制品运输箱的温度可变化,以模拟寒冷至温暖气候区域的运输条件。

[0089] 在使运输箱经历模拟运输条件之前,在 25°C 下由 MRI 方法获得每种个人护理制品的 MRI 图像。接着,使运输箱经历模拟运输条件。

[0090] 分四步引入模拟运输条件 :

[0091] 步骤 1 :使运输箱在六个取向的每一个上掉落一次,共六次。所用的运输箱“六个取向”是上、下、和四个面的每一个。

[0092] 步骤 2 :在垂直位置上,对运输箱实施三小时的 ASTM D4169 卡车 2 级方法。

[0093] 步骤 3 :在六个取向上,实施 ASTM D4728 卡车方法,每个取向上进行三十分钟。

[0094] 步骤 4 :使运输箱在六个取向的每一个上掉落一次,共六次。

[0095] 在使运输箱经历模拟运输条件之后,在 25°C 下由 MRI 方法拍摄每种个人护理制品

的 MRI 图像。

[0096] 对模拟运输条件之前和之后的 MRI 图像进行视觉比较，并且评定运输稳定性。对相混合量、高浓度疏水性有益物质区域百分比、距分配孔口近中的疏水性有益物质浓度取向、邻近分配孔口端的空隙体积量和空隙体积取向进行 MRI 图像比较。如果使运输箱经历模拟运输条件，MRI 图像显示出过大的混合量、无高浓度疏水性有益物质区域、过大的空隙体积和 / 或所述体积位于分配孔口近中或远端；则个人护理制品达不到动态稳定性运输方法的要求。相反，如果使运输箱经历模拟运输条件，MRI 图像显示出仅少量混合，位于分配孔口近中的一定百分比的高浓度疏水性有益物质区域，少量位于分配孔口邻近的空隙体积；则个人护理制品符合动态稳定性运输方法的要求。

[0097] 动态稳定性运输方法的结果示于下图 6A、图 6B 和图 6C 中。如图 6A 所示，具有 16% 顶部空间的包装显示出两相的过度共混，因此达不到动态稳定性运输方法的要求。如图 6B 所示，具有 10% 顶部空间的包装显示出改善的动态稳定性运输方法，因为 MRI 图像中高浓度疏水性有益物质区域仍清晰可见。如图 6C 所示，具有 3% 顶部空间的包装显示出最佳的运输稳定性，因为运输方案后保持浓度变化的疏水性有益物质。

[0098] 超速离心方法：

[0099] 使用超速离心法来测定存在于个人护理组合物中的结构域或不透明结构域的百分比，所述个人护理组合物包含表面活性剂相或表面活性剂组分。所述方法涉及通过超速离心法将组合物分离成单独但可辨识的层。第一个人护理组合物、第二个人护理组合物和第三个人护理组合物可具有多个可辨识的层，例如非结构化表面活性剂层、结构化表面活性剂层和有益层。

[0100] 首先，将约 4 克个人护理组合物分配到 Beckman 离心管 (11×60mm) 中。接着，将离心管放入到超速离心机 (Beckman L8-M 型或等同物) 中，并且采用下列条件超速离心：50,000rpm, 18 小时，和 25°C。

[0101] 超速离心 18 小时后，通过使用电子数字测径器（精确至 0.01mm），目视测量各层的高度，确定相对相体积。首先，测量总高度，作为 H_a ，其包括超速离心管中的所有物质。其次，测量有益层的高度，作为 H_b 。第三，测量结构化表面活性剂层，作为 H_c 。有益层由其低含水分含量来确定（通过 Karl Fischer 滴定法测定，小于 10% 的水）。它通常存在于离心管的顶层。由以下公式计算所有表面活性剂层高度 (H_s)：

$$H_s = H_a - H_b$$

[0103] 所述结构化表面活性剂层组分可包含若干层或单个层。超速离心后，在超速离心管的底层或次底层，通常是各向同性层。此澄清的各向同性层典型代表非结构化的胶束表面活性剂层。位于各向同性层上方的层通常含有较高的表面活性剂浓度，同时具有较高的有序结构（如液晶）。这些结构化层有时是肉眼不透明的、或半透明的、或透明的。通常在结构化层和非结构化各向同性层之间有明显的相界。结构化表面活性剂层的物理性质可通过显微镜，在偏振光下测定。结构化表面活性剂层在偏振光下通常显示出独特的结构。表现结构化表面活性剂层特性的另一种方法是使用 X-射线衍射技术。结构化表面活性剂层显示出多条谱线，这通常主要是与液晶结构的长间距有关。存在有若干结构化层，所以 H_c 为单独结构化层之和。如果存在凝聚层相或任何类型的聚合物 - 表面活性剂相，则将其视为结构化相。

[0104] 最后,如下计算结构域体积比率:

[0105] 结构域体积比率 = $H_c/H_s * 100\%$

[0106] 如果不存在有益相,则使用总高度作为表面活性剂层高度, $H_s = H_a$ 。

[0107] 屈服应力和零剪切粘度方法:

[0108] 可在将组合物中相混合之前或在将组合物中的相混合之后,通过适宜的物理分离方法如离心、吸取、机械切割、淋洗、过滤或其它分离方法将所述相分离,来测定包含在区域中的组合物的屈服应力和零剪切粘度。在对产品包装进行测定的情况下,从包含至少两种组合物的包装中选择两个区域,所述组合物包含分离的疏水性有益物质浓缩物。为了分离各个区域,可将产品在至少 -20°C 的温度下冷冻至少 24 小时。然后使用切割工具诸如带锯切割所述区域。分别收集切割部分,并且使其与环境条件平衡。

[0109] 使用可控应力流变仪如 TA Instruments AR2000 流变仪,测定屈服应力和零剪切粘度。在 25°C 下用 4cm 直径的平行板测量系统和 1mm 间隙进行测定。所述几何体系具有 79580m^{-3} 的剪切应力因子,以将所获得的扭矩转换成应力。锯齿形板可用于当发生滑动时得到一致的结果。

[0110] 首先,获取组合物样本并将其在流变仪底板上放置就位,使测量几何体(上板)移到高于底板 1mm 的位置。固定好几何体后,通过刮削,除去几何体边缘处的多余相。如果相包含数均直径大于约 150 微米的通过肉眼或感觉可辨别的颗粒(例如小珠),则将底板和上板之间的间隙设置增至 4mm 或 95% 体积颗粒直径的 8 倍中较小的距离。如果相含有在任何尺寸上大于 5mm 的任何颗粒,则在测量之前去除该颗粒。

[0111] 通过在 4 分钟的时间间隔内从 0.1Pa 至 1,000Pa 程序施加剪切应力的连续渐变,使用对数级数,即测量点以对数标度均匀间隔,来进行测定。每增加十倍应力收集三十(30)个测量点。记录应力、应变和粘度。如果测量结果不完整,例如如果物质从间隙中流出,则对所获得的结果进行评价,排除不完整的数据点。如下测定屈服应力。通过对它们取对数(以 10 为底),变换应力(Pa) 和应变(无量纲)数据。仅对于 0.2Pa 至 2.0Pa 应力之间约 30 个点的所得数据,以 Log(应力) 对 log(应变) 作图。如果 1Pa 应力处的粘度小于 500Pa·sec,但大于 75Pa·sec,则仅对于 0.2Pa 至 1.0Pa 应力之间的数据,以 Log(应力) 对 log(应变) 作图,然后进行以下数学处理。如果 1Pa 应力处的粘度小于 75Pa·s,则零剪切粘度是测试中所得 4 个最大粘度值(即单独点)的平均,屈服应力为零,并且不使用以下数学处理。进行如下数学处理。使用指定应力区域内对数变换的数据,对结果进行直线最小二乘回归,获得具有以下形式的公式:

[0112] (1) $\log(\text{应变}) = m * \log(\text{应力}) + b$

[0113] 对 0.1 至 1,000Pa 间测定的每个应力值(即单独点)利用所获得的回归,使用所获得的系数 m 和 b ,以及实际应力,利用公式(1),可获得 $\log(\text{应变})$ 的预计值。由所预测的 $\log(\text{应变})$,通过取逆对数(即对每个 x 取 10^x),可获得每个应力处的预测的应变。使用公式(2),将每个测量点处的预测的应变与实际应变进行比较,获得每个测量点处的变型%。

[0114] (2) 变型% = $100 * (\text{测得的应变} - \text{预测的应变}) / \text{测得的应变}$

[0115] 屈服应力是变型%超过 10% 处的第一应力(Pa),并且由于流动开始或结构变形开始,后续(更高)应力导致甚至比 10% 更大的变型。通过对于所获得的介于且包括 0.1Pa 至屈服应力之间粘度数据,以帕斯卡 - 秒(Pa·sec) 为单位取第一中值粘度,可获得零剪切

粘度。在获得第一中值粘度后，排除比第一中值 5 倍大和比第一中值 0.2 倍小的所有粘度值，对排除指定数据点的相同粘度数据，取第二中值粘度值。如此获得的第二中值粘度是零剪切粘度。

[0116] 制备方法

[0117] 在一个实施方案中，本发明的个人护理制品由双相填充机制得。双相填充机附连贮藏容器、合并器、共混机和用于填充多相个人护理组合物的喷嘴。双相填充机的实例和附带软件由 Antonio Mengibar Packaging Machinery (Barcelona, Spain) 制造。个人护理组合物的表面活性剂相和有益相储存于单独的贮存容器中；每个容器配备泵和软管组合件。双相填充机的程序化填充特征以特定比率控制泵送个人护理组合物的两相，这使得在包装内产生区域。将个人护理组合物的两相从储罐泵送到合并器中，所述两相在合并器中合并。在所述相合并后，将它们在共混机中混合。将所得产物经由软管从共混机泵送到单喷嘴中。所述喷嘴放置于容器中，并且用单一所得产物填充产品包装。在一些实施方案中，所得产品表现出视觉上不同的不同相图案。在其它实施方案中，所得产品表现出无图案的均一外观。如果存在图案，则所述图案选自由下列组成的组：条纹状、大理石花纹状、几何状、以及它们的混合。

[0118] 在另一个实施方案中，根据 Wei 等人 2004 年 4 月 30 日提交的 2004 年 11 月 18 日公布的题目为“Visually distinctive multiple liquid phase compositions”的美国专利申请 No. 10/837, 214 (公布号 2004/0219119A1) 中公开的方法，制备本发明的个人护理组合物。作为另外一种选择，可有效地将牙膏管填充技术与旋转台设计相结合。在另一个实施方案中，根据 2001 年 4 月 10 日授予 Thibiant 等人的美国专利 No. 6, 213, 166 中公开的方法和设备，制备个人护理组合物。所述方法和设备可使两种或多种组合物以螺旋构型填充到单独的产品包装中。所述方法要求使用至少两个喷嘴来将组合物填充到包装中。将所述包装放置到移动的平台上，并且在组合物被引入到包装中时进行旋转。

[0119] 个人护理组合物、相比率和填充特征的非限制性实例公开于下文实施例中。

实施例

[0120] 表 1 示出了本发明个人护理产品的非限制性实例和比较实施例。制得这些个人护理产品并且填充到单室包装中。本发明的个人护理组合物在整个包装中包含不同浓度的疏水性有益物质。将本发明的这些个人护理组合物填充到包装的不同区域中。比较实施例在整个包装中包含一致浓度的疏水性有益物质。

[0121]

表 2：本发明实施例和比较实施例			
	本发明实施例 A	本发明实施例 B	本发明实施例 C
表面活性剂相组合物			
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠 ^{1.}	4.9	4.9	4.9
十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠 ^{2.}	8.4	8.4	8.4
月桂基硫酸钠	8.4	8.4	8.4
十三烷基聚氧乙烯醚-3 ^{3.}	2.0	2.0	2.0
氯化钠	4.75	4.75	4.75
瓜耳羟丙基三甲基氯化铵 ^{4.}	0.6	0.6	0.6
聚环氧乙烷 ^{5.}	0.15	0.15	0.15
黄原胶 ^{6.}	0.2	0.2	0.2
中空微球体 ^{7.}	0.36	0.3	0.3
甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮 ^{8.}	0.0005	0.0005	0.0005
乙二胺四乙酸 ^{9.}	0.15	0.15	0.15
苯甲酸钠	0.2	0.2	0.2
柠檬酸，滴定	pH=5.7 ± 0.2	pH=5.7 ± 0.2	pH=5.7 ± 0.2
香料	1.3	1.3	1.3
水	适量	适量	适量
有益相组合物			
凡士林 ^{10.}	70	70	70
矿物油 ^{11.}	30	30	30
填充特征	本发明特征 A	本发明特征 B	比较特征 C

[0122] 1. 得自 Cognis Chemical Corp. 2. 由得自 BASF Corp. 的ICONOL[®] TDA-3 硫酸化至> 95 % 的硫酸盐, 3. ICONOL[®] TDA-3, 得自 BASF Corp., 4. N-HANCE[®] 3196 聚合物, 得自 Aqualon(Wilmington, DE), 5. POLYOXTMWSR-301, 得自 DOW[®] Chemical Corp., 6. KELTROTM1000, 得自 CP Kelco, 7. EXPANCEL[®]微球体, 得自 091WE40d24, Akzo Nobel, 8. KATHON[®] CG, 得自 Rohm &Haas, 9. DISSOLVINE[®] NA 2x, 得自 Akzo Nobel, 10. G2218 凡士林, 得自 Sonneborn, 11. HYDROBRITE[®] 1000 白色矿物油, 得自 Sonneborn。

[0123] 上述组合物可通过常规配方和混合技术来制备。通过首先制备柠檬酸预混物, 然后制备聚合物预混物, 来制得表面活性剂相组合物。通过将柠檬酸以 1 : 3 的比率加入到水中来制备柠檬酸预混物。通过将聚环氧乙烷和黄原胶加入到十三烷基聚氧乙烯醚-3 中来制备聚合物预混物。然后在搅拌下按下列序列将以下成分加入到主混合容器中: 水、瓜尔羟丙基三甲基氯化铵、中空微球体、N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠、月桂基硫酸钠、氯化钠、苯甲酸钠、和乙二胺四乙酸二钠。将柠檬酸预混物加入到主混合容器中, 并且将组合物的 pH 调节至 5.7 ± 0.2。接着在连续搅拌下将聚合物预混物加入到主混合容器中。加入香料和甲基氯异噻唑啉酮以及甲基异噻唑啉酮, 同时连续搅拌, 直至组合物均匀。通过软管组件将所得表面活性剂相组合物填充到双相填充机中。

[0124] 通过首先将凡士林加入到混合容器中, 来制备有益相组合物。混合容器已加热至 82.2 °C。在搅拌下, 将矿物油加入到混合容器中。通过刮壁换热器如由 Waukesha Cherry-Burrell(Delavan, WI) 制造的换热器, 将有益相组合物冷却至 44°C。冷却后, 通过

第二软管组合件，将所得有益相组合物加入到双相填充机中。

[0125] 填充特征 A、B 和 C 是填充程序的实施例，其指出了经由双相填充机填充的包装内表面活性剂与有益相的比率。填充特征 A 和 B 指出了本发明个人护理制品整个区域内不同的疏水性有益物质浓度。而填充特征 C 指出了包装内所得个人护理产品中均一的疏水性有益物质浓度。

[0126]

表 3：实施例 A 和 B 的双相填充特征							
填充特征 A				填充特征 B			
步骤	剂量 (mL)	有益物 质%	表面活性 剂%	步骤	剂量 (mL)	有益 物质%	表面活性 剂%
1	33.6	24	76	1	33.2	30	70
2	61.4	42	58	2	61.7	50	50
3	70.6	52	48	3	71.2	60	40
4	104.2	63	37	4	104.4	70	30
5	133.2	63	37	5	132.9	60	40
6	155.2	52	48	6	154.7	50	50
7	174.9	42	58	7	194.6	40	60
8	194.5	32	68	8	223.1	20	80
9	223.5	15	85	9	248.7	10	90
10	249.0	7	93	10	280.0	20	80
11	280.2	15	85	11	289.5	30	70
12	289.5	27	73	---	---	---	---

[0127]

[0128]

表 4：实施例 C 的双相填充特征			
填充特征 C			
步骤	剂量 (mL)	有益物质%	表面活性剂%
1	11	45	55
2	20	45	55
3	35	45	55
4	52	45	55
5	75	45	55
6	108	45	55
7	148	45	55
8	188	45	55
9	229	45	55
10	265	45	55
11	280	45	55

[0129] 图 7 示出了 MRI 图像，所述图像示出了表面活性剂和疏水性有益物质在实施例 A、B 和 C 包装内的分布。由 MRI 方法拍摄这些图像，所述方法详细描述于上文测试方法中。如图 7 中所示，比较实施例 C 示出了整个包装内均匀的疏水性有益物质分布。图 7 中本发明实施例 A 和 B 示出了不同的疏水性有益物质分布特征图，较高的有益区域以箭头突出显示。

[0130] 图 8 是本发明实施例 A 和 B 中疏水性有益物质分布图表。采用详细描述于上文测

试方法中的微量离心方法来量化本发明实施例 A 和 B 中的疏水性有益物质分布。示于图 8 中的特征图 A 和特征图 B 清晰显示了分配开始、中间和结束的不同有益物质分布。

[0131] 参照图 9, 示出了适于接受个人护理组合物的包装 10。包装 10 包括彼此分开的多个部分 12、14、16 和 18。如下文进一步描述的, 包装 10 可用于质量保证方法中, 以评定填充操作后疏水性有益物质和 / 或表面活性剂有益物质 (或其它物质) 的特征。在一个实施方案中, 包装 10 是高速生产线中质量保证检查的一部分, 其中在填充操作后, 包装 10 的部分 12、14、16 和 18 分离, 并且将每个部分中的个人护理组合物单独分析以测定单独部分中疏水性有益物质和 / 或表面活性剂材料按所述个人护理组合物的重量计的量 / 体积。可使用本文所述的任何方法 (或其它), 进行有益物质分析。在一个实施方案中, 可采用本文所述的离心和 / 或 MRI 方法。可将这些材料特征图合并以形成包装 10 疏水性有益物质和 / 或表面活性剂有益物质的总材料特征曲线, 与图 8 中所示那些类似, 可将其与产品制造规范进行比较。

[0132] 如本领域已知的, 可用一个或多个扣件 (未示出) 如螺丝或螺栓将部分 12、14、16 和 18 接合在一起。在一个实施方案中, 两个螺丝从部分 12 穿出延伸至部分 18, 从而将部分 12、14、16 和 18 中的每一个互相连接。当移除两个螺丝时, 部分 12、14、16 和 18 中的每一个可彼此完全分离, 如图 10 中所示。作为另外一种选择, 可在每个部分之间使用单独的扣件, 然而这将需要移除 2 个以上的扣件以使所有部分 12、14、16 和 18 分离。虽然示出了四个部分 12、14、16 和 18, 但是应当理解, 可根据所期望的包装 10 所有材料的特征曲线分辨率, 提供更多 (或更少) 的部分。例如, 增加可分离部分的数目应提供更高的分辨率, 因为产生更多的包装特征曲线数据点。在一个实施方案中, 包装 10 包括介于 2 和 8 之间的部分, 并且在另一个实施方案中, 包装 10 包括介于 4 和 6 之间的部分。

[0133] 参照图 11, 图示了高速生产线 20。生产线 20 包括同时接受多个容器 24 的填充工位 22, 所述容器 24 包括多个消费包装 26 和一个或多个包装 10。消费包装 26 是不可分离的, 并且旨在用个人护理组合物如洗去型沐浴剂填充后, 均匀地向最终使用者或消费者分配。如图 11 中所示, 可与多个容器 24 一起, 不连续向填充工位 22 提供包装 10。

[0134] 在一个实施方案中, 填充工位 22 包括两个槽罐 28 和 30。槽罐 28 包含含有疏水性有益物质的第一组合物, 并且槽罐 30 包含含有一种或多种表面活性剂的第二组合物。可如前所述将第一和第二组合物混合。虽然示出了两个槽罐, 但是应当理解, 可按需要提供更多的槽罐和组合物。槽罐 28 和 30 经由软管组合件与具有多个喷嘴 32 的填充机连接。将第一和第二组合物从槽罐 28 和 30 泵送至填充机 34 中。对于容器 24 中的每一个, 均具有一个用于填充的喷嘴。设定每个喷嘴, 以便第一和第二组合物根据预定的比率同时分配到每个容器中, 所述比率能够沿容器长度变化, 示例性的预定比率描述于表 3 中。从而第一和第二组合物形成使用期间从容器中分配出的个人护理组合物。可设定填充工位 22, 以便填充机 34 可与多个喷嘴 32 一起, 能够在填充操作中对多个容器 24 作垂直向前和向后移动, 以能够沿着容器长度方向, 获得第一和第二组合物的适当分布特征。

[0135] 在填充操作结束后, 由传送装置 34 将多个填充过的容器 24 移动离开填充工位 22, 并且将一组新的未填充的容器移入到填充工位 24 内的位置上。如图 11 中所示, 多个新的容器 24 可不包括可分离的包装 10。填充后将包装 10 从生产线 20 中取出。

[0136] 将包装 10 从生产线 20 中取出后, 使部分 12、14、16 和 18 以及置于每个部分内的个

人护理组合物剂量彼此分离。在为洗去型沐浴剂的个人护理组合物情形下，粘度通常使得置于包装 10 每个部分内的个人护理组合物剂量在部分彼此分离后趋于保留在其部分内。然后可将包装 10 每个部分内的个人护理组合物从其包装 10 的部分内取出，并且单独分析以测定包装 10 该部分内疏水性有益物质的量。可采用上文描述的微量离心方法测定存在于包装 10 一个或多个部分内的疏水材料的量，然而也可采用与所述微量离心方法相组合或替代所述微量离心方法的其它方法。例如，可使用 MRI 方法与微量离心方法的组合，其中可由 MRI 仪器将包装 10 成像，然后将包装部分分离，以获得个人护理组合物剂量，供微量离心方法进行测定。

[0137] 在个人护理组合物剂量已经从其部分中分离 / 分配并且分析后，可作出曲线，所述曲线表示按包装 10 部分内个人护理组合物剂量的重量计或按整个包装 10 内个人护理组合物的总重量计的疏水材料（或某些其它材料）浓度沿包装 10 长度方向的变化。将该曲线与已知的校准曲线相比较，以确定制造工艺是否在其限度内，或是否需要调整作用以确保容器按照所需要的特征来填充。

[0138] 不应将本文所公开的量纲和值理解为对所引用精确值的严格限制。相反，除非另外指明，每个这样的量纲旨在表示所引用的值和围绕该值功能上等同的范围。例如，所公开的量纲“40mm”旨在表示“约 40mm”。

[0139] 在发明详述中引用的所有文件都在相关部分中以引用方式并入本文。对任何文献的引用均不应解释为承认其是关于本发明的现有技术。当本文件中术语的任何含义或定义与以引用方式并入的文件中同一术语的任何含义或定义矛盾时，应当服从在本文件中赋予该术语的含义或定义。

[0140] 尽管已用具体实施方案来说明和描述了本发明，但是对那些本领域的技术人员显而易见的是，在不背离本发明的实质和范围的情况下可作出许多其它的改变和变型。因此，这意味着在所附权利要求中包括了属于本发明范围内的所有这些变化和修改。

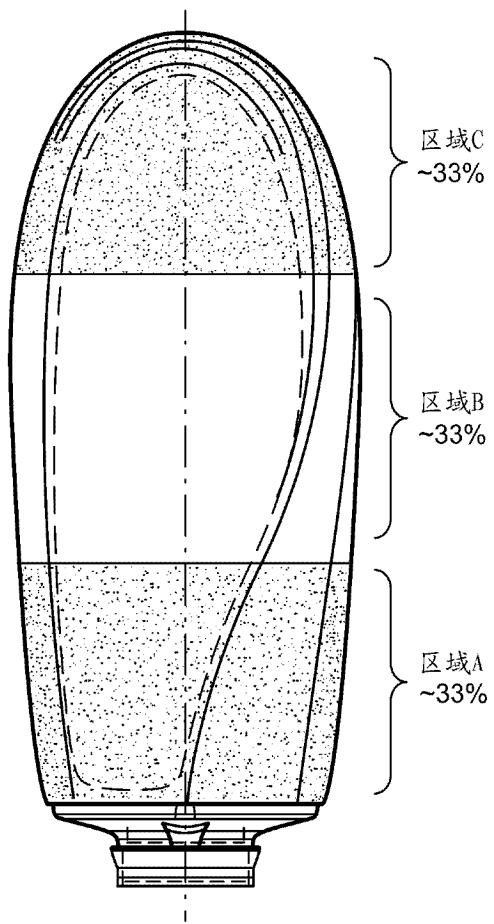


图 1A

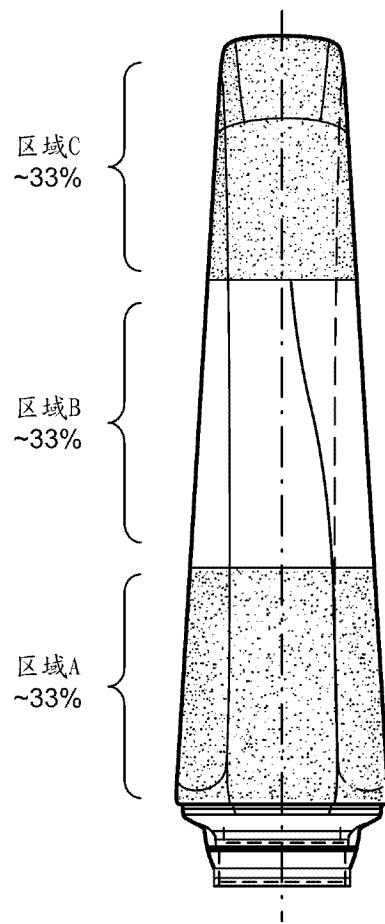


图 1B

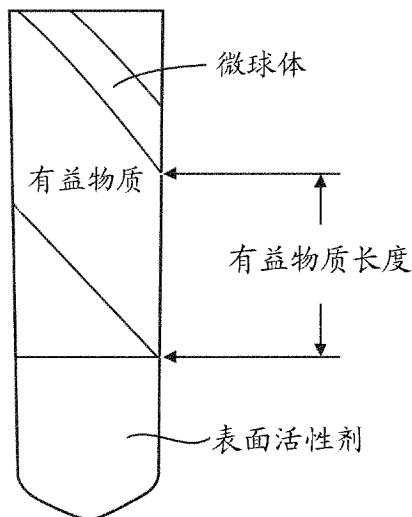


图 2A

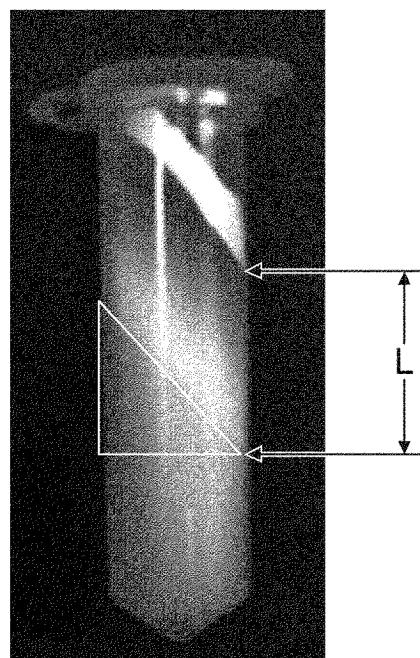


图 2B

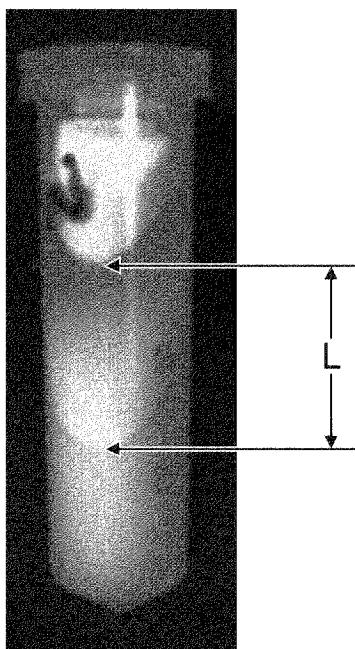


图 2C

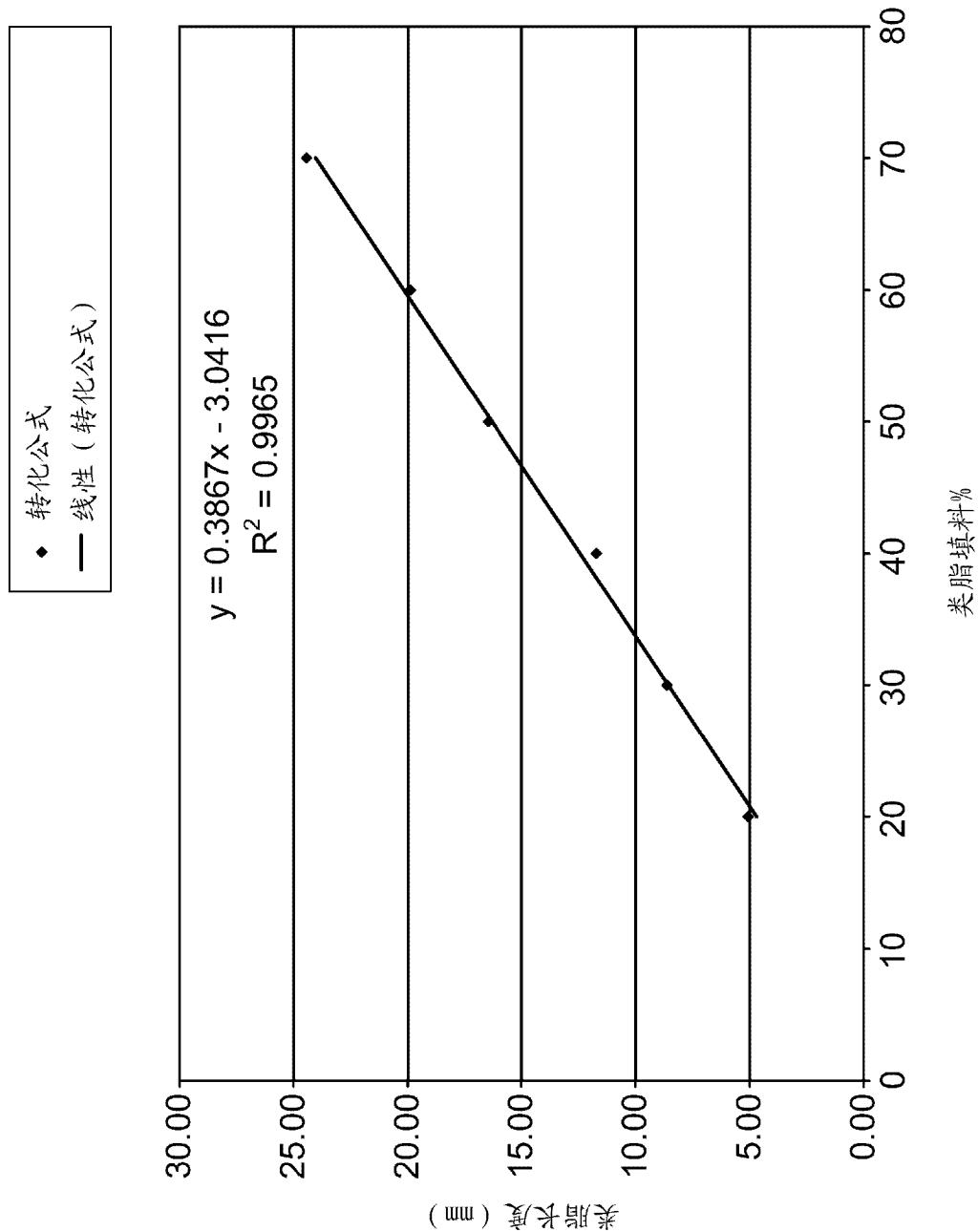


图 3

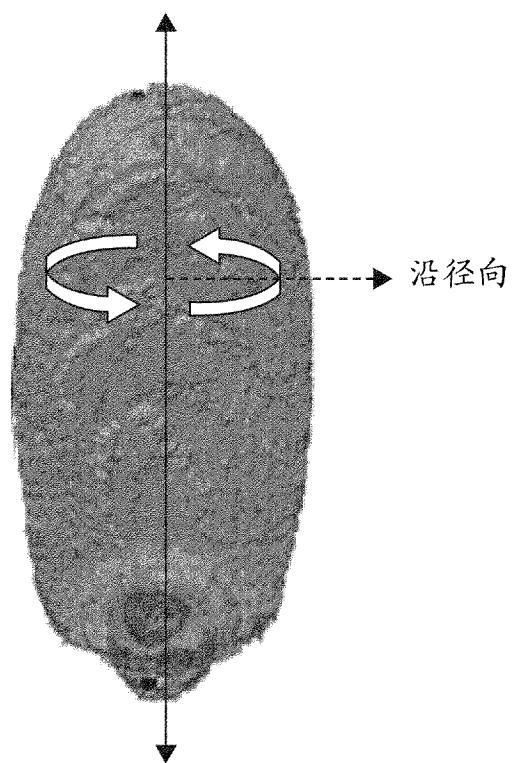


图 4A

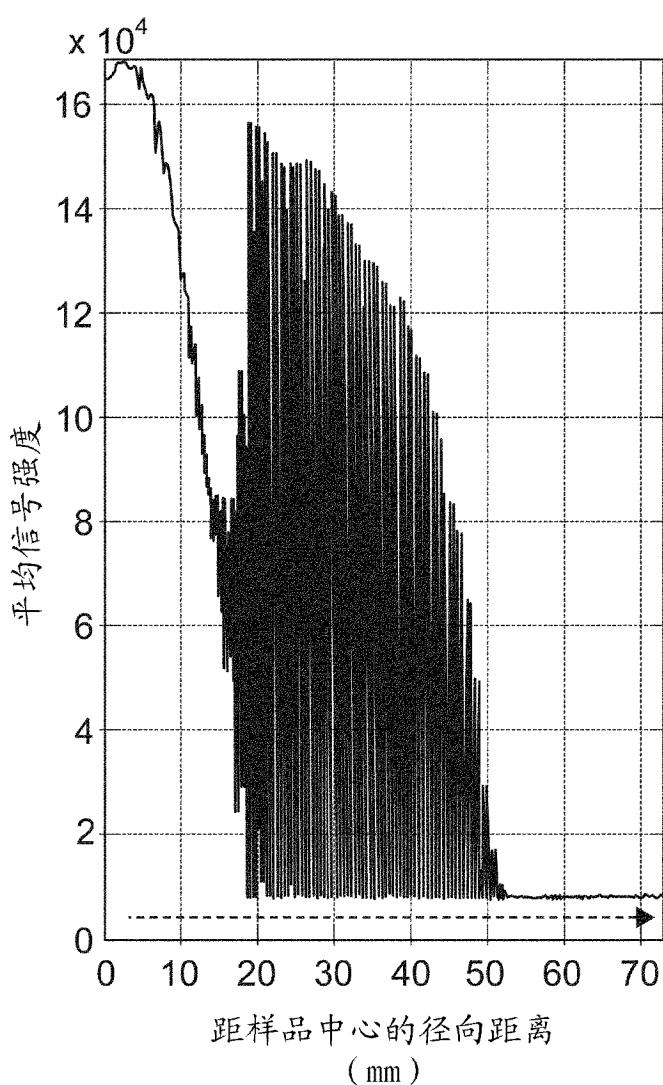


图 4B

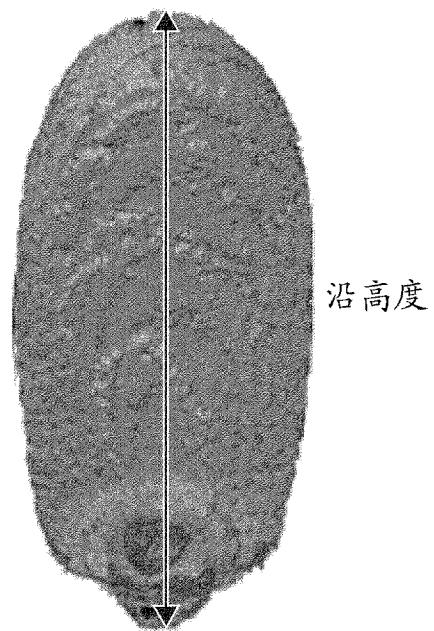


图 5A

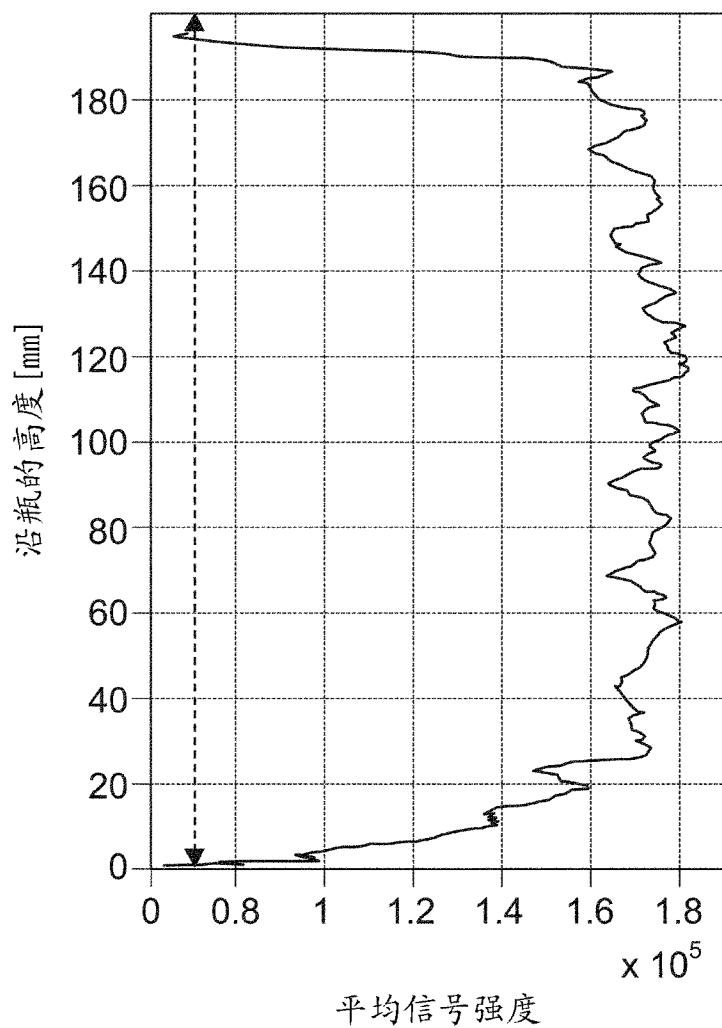
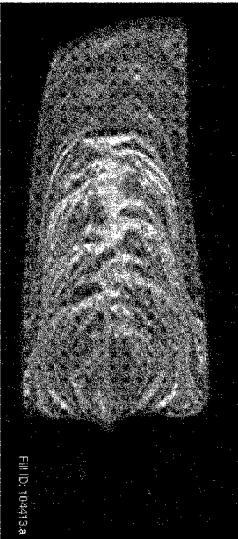
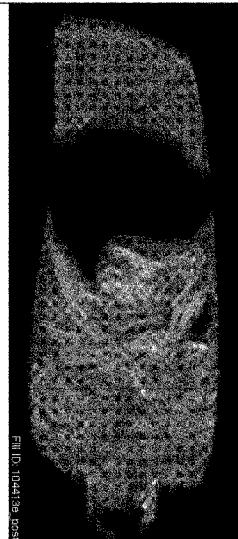
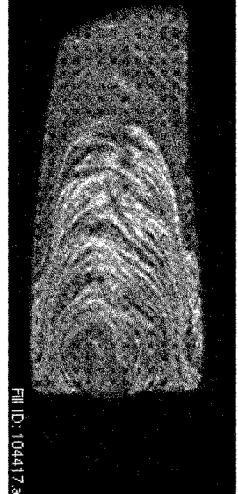
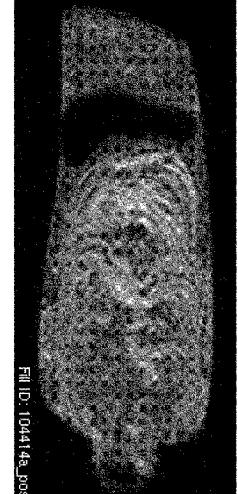
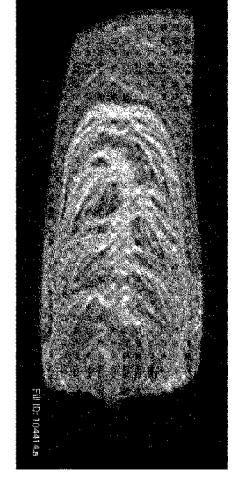
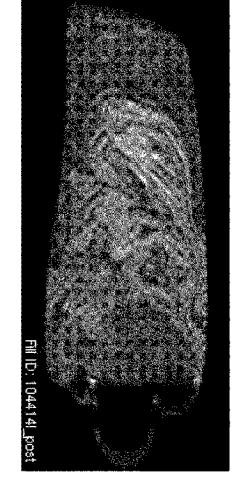


图 5B

顶部空间	模拟运输条件前	模拟运输条件后	结果
图 6A 16%顶部空间			运输稳定性不合格
图 6B 10%顶部空间			运输稳定性改善
图 6C 3%顶部空间			运输稳定性合格

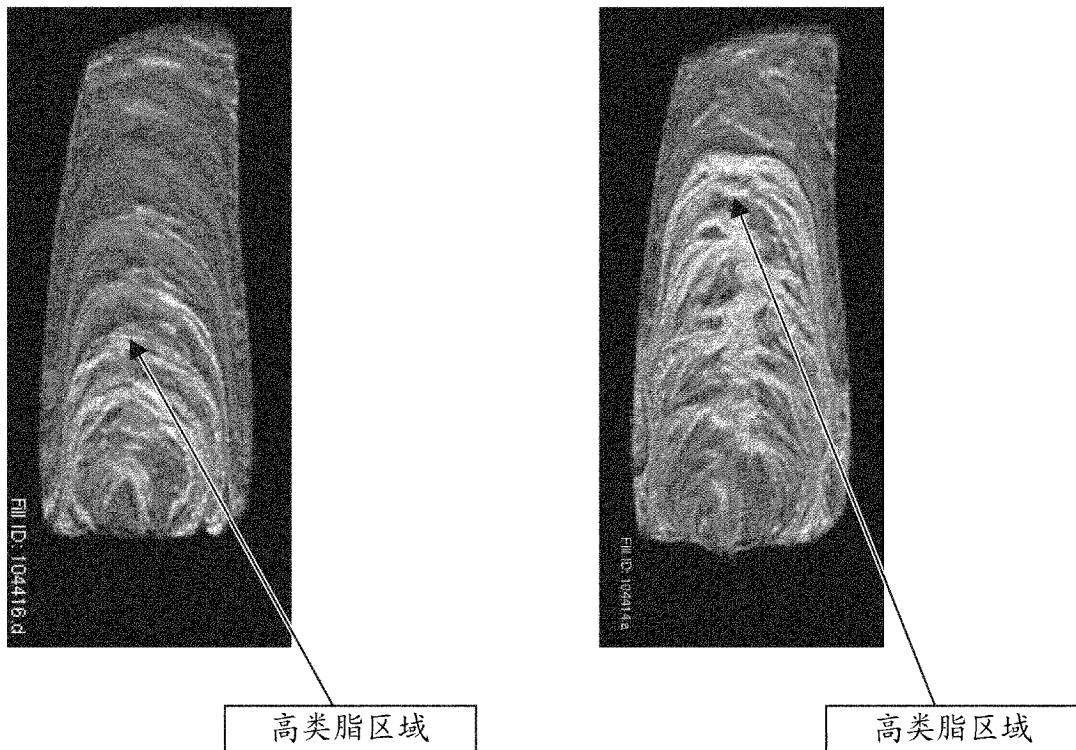


图 7A

图 7B

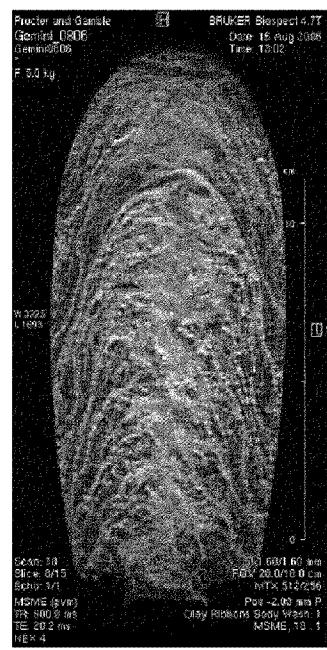


图 7C

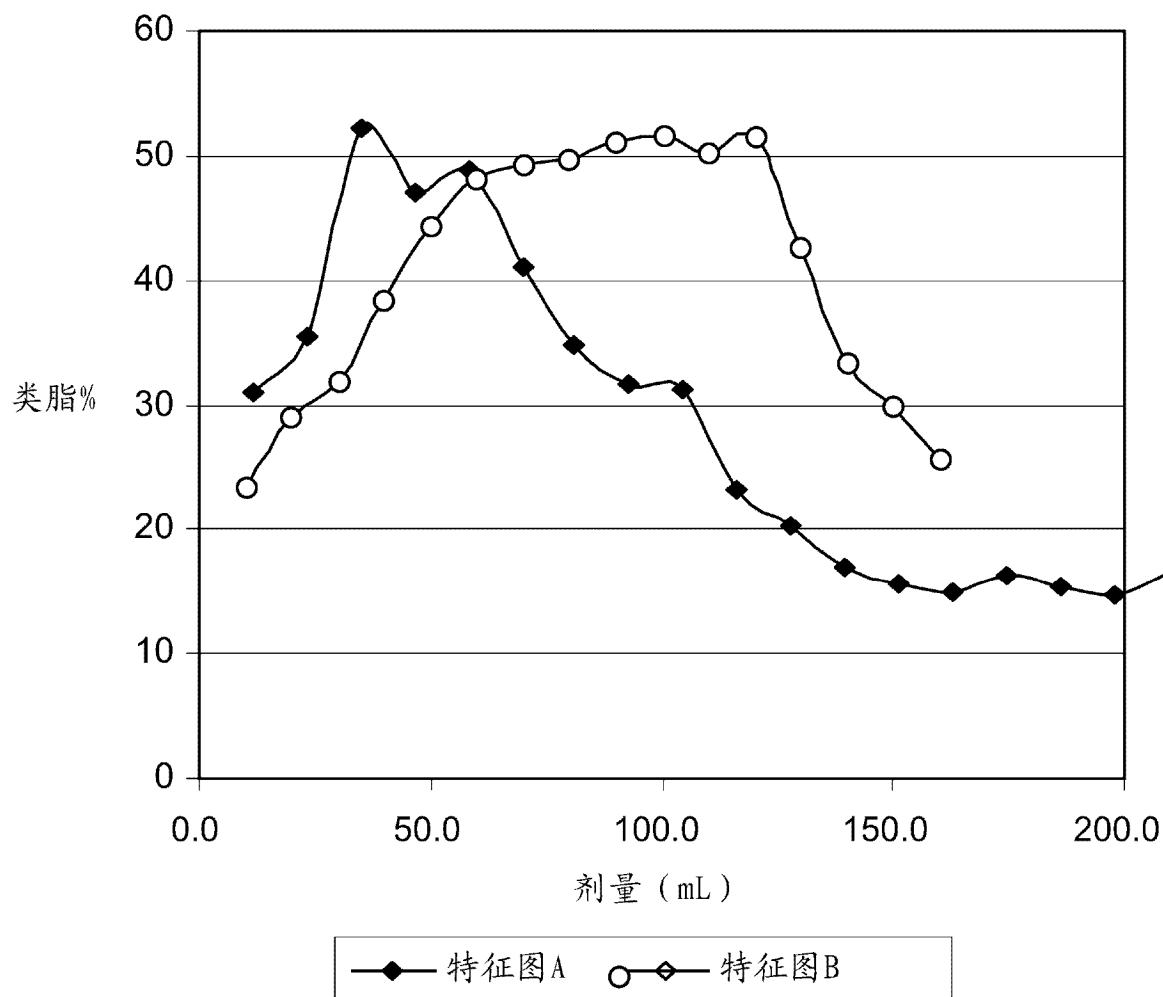


图 8

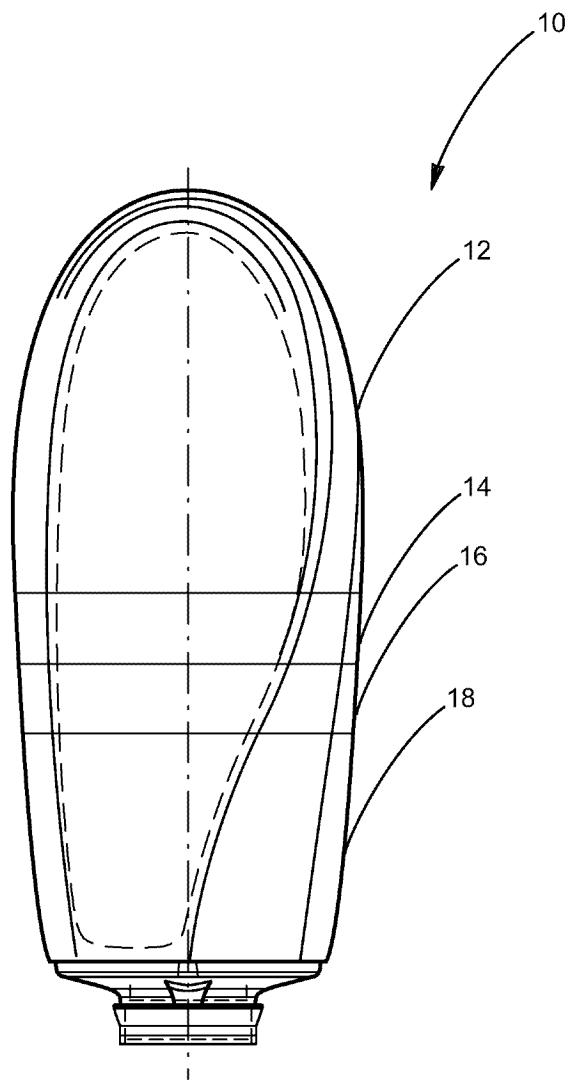


图 9

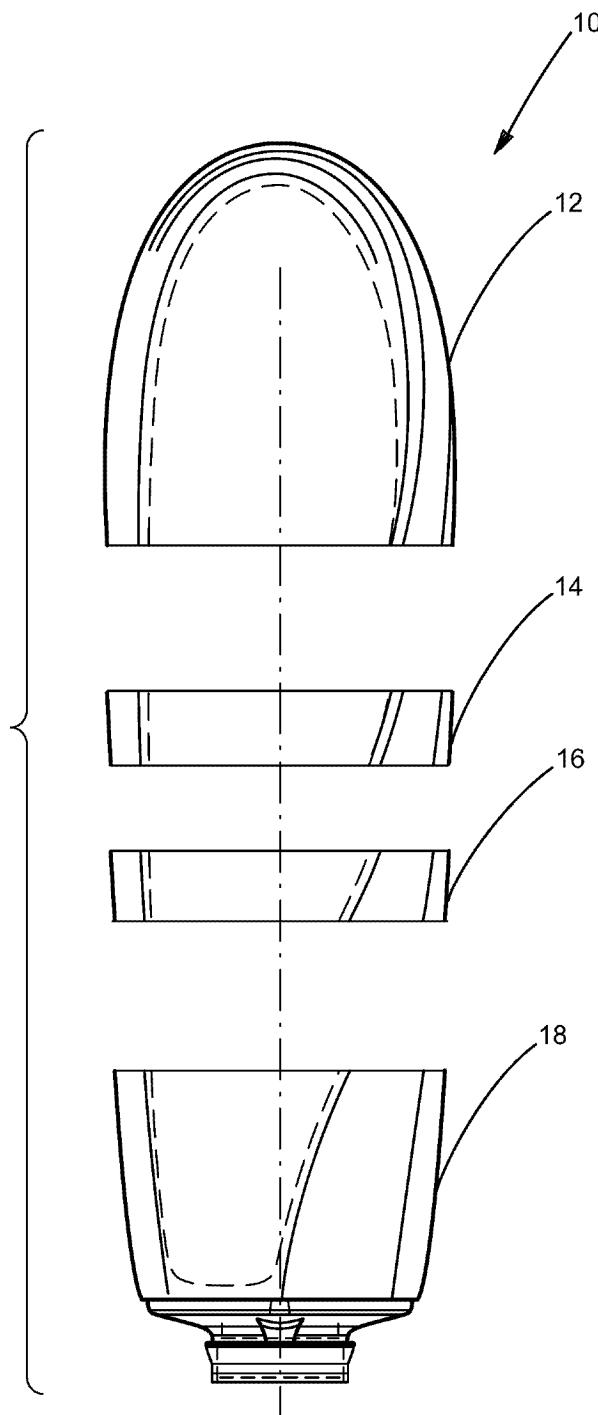


图 10

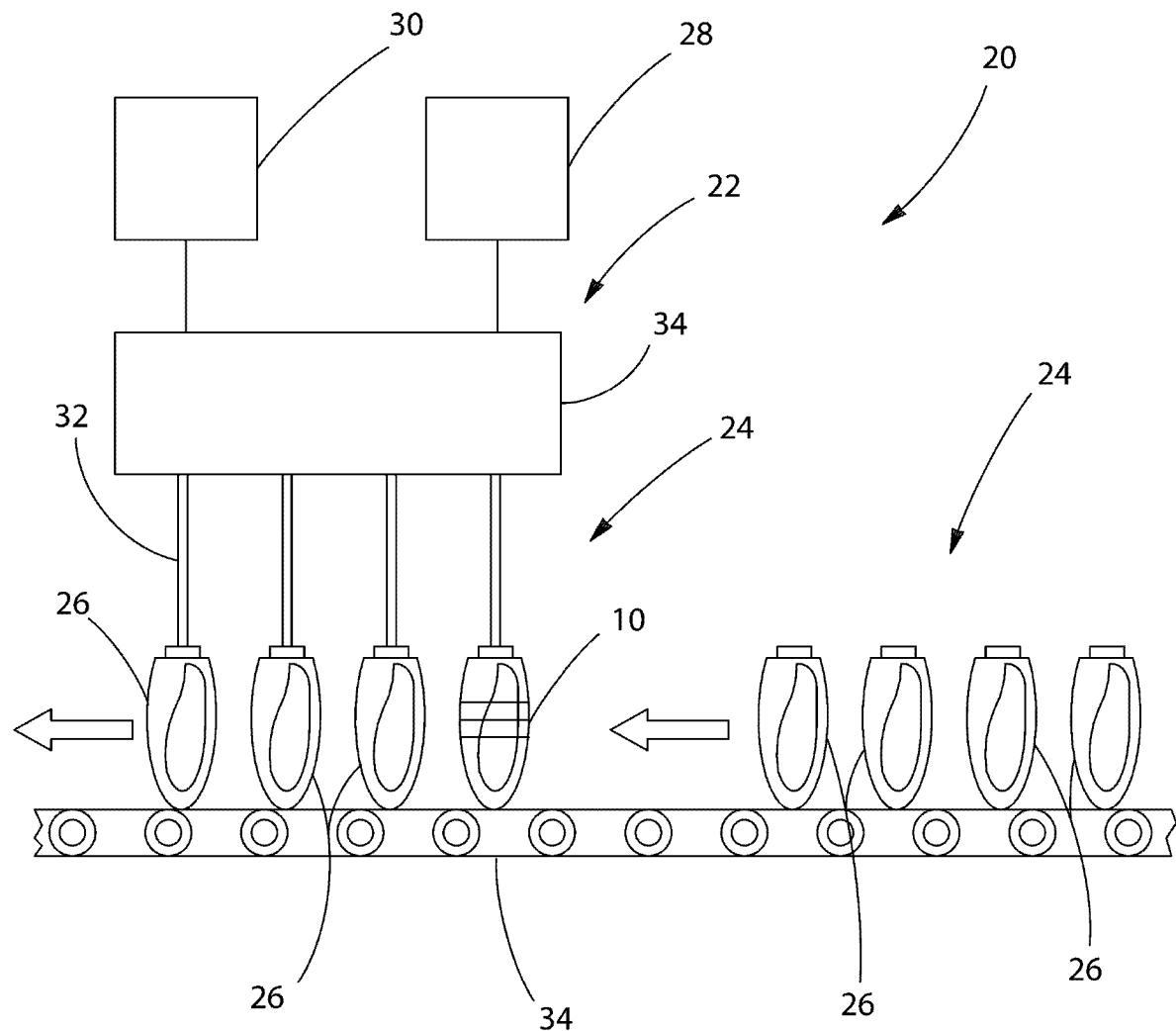


图 11