



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101035811 B

(45) 授权公告日 2012. 10. 31

(21) 申请号 200580029062. 4

(22) 申请日 2005. 08. 12

(30) 优先权数据

60/605, 556 2004. 08. 31 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2007. 02. 28

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2005/028608 2005. 08. 12

(87) PCT申请的公布数据

W02006/026113 EN 2006. 03. 09

(73) 专利权人 赫尔克里士公司

地址 美国特拉华州

(72) 发明人 托马斯·P·贝格尔

帕奎塔·埃拉索-马杰维茨

丹尼尔·L·霍普金斯

约翰·N·科斯塔斯 郭鹏鲲

贾沙万特·M·莫迪 徐祖峰

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

代理人 程大军

(51) Int. Cl.

C08B 37/00 (2006. 01)

C08L 5/00 (2006. 01)

C11D 3/26 (2006. 01)

A61K 8/73 (2006. 01)

A61Q 5/12 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 5756720 A, 1998. 05. 26, 全文.

US 20010051140 A, 2001. 12. 13, 全文.

W0 2003095497 A, 2003. 11. 20, 权利要求书
及实施例.

审查员 相欣

权利要求书 4 页 说明书 21 页

(54) 发明名称

在低分子量的阳离子聚半乳甘露聚糖中减小的臭味

(57) 摘要

一种减小了臭味的组合物,其由重均分子量(Mw)的下限为 5,000 和上限为 200,000 的至少一种阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子聚半乳甘露聚糖的衍生物构成,其 10%水溶液在 600nm 的波长下的透光率大于 80%,蛋白质含量小于聚合物的 1.0 重量%,在 10%聚合物水溶液中三甲胺的含量小于 25ppm。该组合物按下述过程制备:用降低聚合物分子量的试剂处理聚合物,除去不溶于水的固体物质,从水相中除去包括三甲胺(TMA)和其它胺及低分子量组分的臭味组分,制得组合物,当其用在功能体系如家用护理、个人护理或宠物护理产品中时,其在酸性、中性或碱性 pH 值下减小了臭味或没有臭味。

1. 一种减小了臭味的组合物,其包括重均分子量(Mw)的下限为5,000、上限为200,000的至少一种阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖,其10重量%的水溶液在600nm光波长下的透光率为大于80%,蛋白质含量为小于多糖的1.0重量%,在10%的聚合物水溶液中三甲胺含量为小于25重量ppm,其中阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖上的衍生物基团选自以下组中:烷基、羟烷基、烷基羟烷基和羧甲基,其中烷基具有含1-22碳的碳链,羟烷基选自以下组中:羟乙基、羟丙基和羟丁基。

2. 权利要求1的组合物,其中所述组合物的醛官能团含量为至少0.01meq/克。

3. 权利要求1的组合物,其中所述组合物的硼含量为小于100ppm/克聚半乳甘露聚糖。

4. 权利要求1的组合物,其中所述组合物的阳离子取代度(DS)的下限为0.01,上限为3.0。

5. 权利要求4的组合物,其中所述阳离子取代度(DS)的下限量为0.1。

6. 权利要求4的组合物,其中所述阳离子取代度(DS)的下限量为0.2。

7. 权利要求4的组合物,其中所述阳离子取代度(DS)的上限为2.0。

8. 权利要求4的组合物,其中所述阳离子取代度(DS)的上限为1.0。

9. 权利要求1的组合物,其中所述聚半乳甘露聚糖选自以下组中:瓜尔胶、刺槐豆胶、皂荚树胶和凤凰木胶。

10. 权利要求1的组合物,其中阳离子部分选自季铵化合物。

11. 权利要求10的组合物,其中所述季铵化合物选自以下组中:3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵、2,3-环氧-丙基三甲基氯化铵、3-氯-2-羟丙基三甲基溴化铵、2,3-环氧-丙基三甲基溴化铵;缩水甘油基三甲基氯化铵、缩水甘油基三乙基氯化铵、缩水甘油基三丙基氯化铵、缩水甘油基乙基二甲基氯化铵、缩水甘油基二乙基甲基氯化铵,及它们相应的溴化物和碘化物;3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵、3-氯-2-羟丙基三乙基氯化铵、3-氯-2-羟丙基三丙基氯化铵、3-氯-2-羟丙基乙基二甲基氯化铵,及它们相应的溴化物和碘化物;以及含咪唑啉环的化合物的卤化物。

12. 权利要求1的组合物,其中所述透光率为大于90%。

13. 权利要求1的组合物,其中所述透光率为大于95%。

14. 权利要求1的组合物,其中所述组合物中的蛋白质含量为小于多糖的0.5重量%。

15. 权利要求1的组合物,其中所述Mw的下限为20,000。

16. 权利要求1的组合物,其中所述Mw的下限为35,000。

17. 权利要求1的组合物,其中所述Mw的下限为50,000。

18. 权利要求1的组合物,其中所述Mw的上限为100,000。

19. 权利要求1的组合物,其中所述Mw的上限为70,000。

20. 权利要求1的组合物,其还包括选自以下组中的组分:着色剂、防腐剂、抗氧剂、 α 或 β 羟基酸、活性增强剂、乳化剂、功能聚合物、增粘剂、醇、脂肪或脂肪化合物、抗菌化合物、2-巯基吡啶氧化锌、有机硅材料、烃聚合物、润肤剂、油、表面活性剂、悬浮剂、及它们的混合物。

21. 权利要求20的组合物,其中所述功能聚合物选自以下组中:阴离子的、疏水改性的和两性的丙烯酸共聚物,乙烯吡咯烷酮的均聚物和共聚物,阳离子乙烯吡咯烷酮的共聚物,非离子的、阳离子的、阴离子的和两性的纤维素聚合物,丙烯酰胺均聚物,阳离子的、阴离子

的、两性的和疏水改性的丙烯酰胺共聚物,聚乙二醇聚合物和共聚物,疏水改性的聚醚,疏水改性的聚醚缩醛,疏水改性的聚醚氨基甲酸酯,缔合聚合物,疏水改性的纤维素聚合物,环氧乙烷-环氧丙烷共聚物,以及非离子的、阴离子的、疏水改性的、两性的和阳离子的多糖、脱乙酰壳多糖,及它们的混合物。

22. 权利要求 21 的组合物,其中所述非离子的、阳离子的、阴离子的和两性的纤维素聚合物选自以下组中:羟乙基纤维素、羟丙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、羧甲基纤维素、疏水改性的羧甲基纤维素、阳离子羟乙基纤维素、阳离子疏水改性的羟乙基纤维素、疏水改性的羟乙基纤维素、疏水改性的羟丙基纤维素、阳离子疏水改性的羟丙基纤维素、阳离子羧甲基羟乙基纤维素和阳离子羟丙基纤维素。

23. 权利要求 21 的组合物,其中所述非离子的、阴离子的、疏水改性的、两性的和阳离子的多糖选自以下组中:羧甲基瓜尔胶、藻酸盐、羟丙基瓜尔胶、疏水改性的瓜尔胶、羧甲基瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵、瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵和羟丙基瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵。

24. 权利要求 20 的组合物,其中所述增粘剂选自以下组中:NaCl、NH₄Cl、KCl、Na₂SO₄、脂肪醇、脂肪酸酯、脂肪酸酰胺、脂肪醇聚乙二醇醚、山梨糖醇聚乙二醇醚、可可酰氨基丙基甜菜碱、粘土、二氧化硅、纤维素聚合物、黄原胶、及它们的混合物。

25. 权利要求 20 的组合物,其中有机硅材料选自以下组中:环硅氧烷,线性硅氧烷,在硅氧烷结构中具有多元醇、氨基或其它官能团的硅氧烷结构,及它们的混合物,其中所述其它官能团选自以下组中:任选含有 C₆-C₂₄ 烷基的聚氧乙烯和/或聚氧丙烯基团、取代或未取代的胺基、硫醇基、烷氧基化的基团、羟基、酰氧基烷基。

26. 权利要求 20 的组合物,其中所述有机硅材料选自以下组中:聚烷基硅氧烷、聚芳基硅氧烷、聚烷基芳基硅氧烷、及它们的混合物。

27. 权利要求 26 的组合物,其中所述聚烷基硅氧烷选自以下组中:聚二甲基硅氧烷、在链末端羟基化的聚二甲基硅氧烷、及它们的混合物。

28. 权利要求 20 的组合物,其中所述表面活性剂是阴离子的、两性的或非离子的。

29. 一种方法,其包括 a) 使至少一种阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖与至少一种将其 Mw 降低至小于 200,000 的试剂反应,其中所述试剂包括溶于水的发色体和不溶于水的物质,b) 除去不溶于水的物质,和 c) 从水相中除去包括三甲胺(TMA)和其它胺和低分子量组分的臭味组分,从而制得权利要求 1 的组合物,其中阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖上的衍生物基团选自以下组中:烷基、羟烷基、烷基羟烷基和羧甲基,其中烷基具有含 1-22 碳的碳链,羟烷基选自以下组中:羟乙基、羟丙基和羟丁基。

30. 权利要求 29 的方法,其中所述阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖在水介质中用所述试剂处理,制得由处理过的聚半乳甘露聚糖的水相和固相构成的水分散体,将不溶于水的固体物质从所述分散体中除去以除去固相,并且将包括三甲胺(TMA)和其它胺和低分子量组分的臭味组分从水相中除去,得到权利要求 1 的组合物澄清溶液,其中阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖上的衍生物基团选自以下组中:烷基、羟烷基、烷基羟烷基和羧甲基,其中烷基具有含 1-22 碳的碳链,羟烷基选自以下组中:羟乙基、羟丙基和羟丁基。

31. 权利要求 30 的方法,其中所述试剂是选自以下组中的氧化剂:过氧化物、过硫酸

盐、高锰酸盐、高氯酸盐、次氯酸盐、氧和生化氧化剂。

32. 权利要求 31 的方法,其中所述过氧化物是过氧化氢。

33. 权利要求 31 的方法,其中所述生化氧化剂是加氧酶。

34. 权利要求 33 的方法,其中所述加氧酶是半乳糖氧化酶。

35. 权利要求 30 的方法,其中所述试剂还包括水解剂。

36. 权利要求 35 的方法,其中所述水解剂选自水解酶。

37. 权利要求 36 的方法,其中所述水解酶选自半纤维素酶。

38. 权利要求 37 的方法,其中所述半纤维素酶是甘露聚糖酶。

39. 权利要求 35 的方法,其中所述水解剂是有机酸或无机酸。

40. 权利要求 29 的方法,其还包括除去溶于水的发色体。

41. 权利要求 29 的方法,其还包括除去溶于水的发色体,从而制得无色澄清的水溶液。

42. 权利要求 40 的方法,其中所述溶于水的发色体是通过加入焦亚硫酸钠、亚硫酸氢钠、次氯酸钠或亚氯酸钠除去的。

43. 权利要求 40 的方法,其中所述溶于水的发色体是通过加入活性炭,然后通过分离步骤除去的。

44. 权利要求 40 的方法,其中所述溶于水的发色体是通过加入分子筛,然后通过分离步骤除去的。

45. 权利要求 30 的方法,其还包括从所述水溶液中回收干燥形式的衍生的聚半乳甘露聚糖。

46. 权利要求 29 的方法,其中所述阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖是粉末、粗粉或裂片形式的。

47. 权利要求 29 的方法,其中除去臭味组分的步骤包括选自以下组中的方法:氮喷射、蒸馏、吸附、离子交换和膜渗滤。

48. 权利要求 47 的方法,其中所述膜渗滤使用选自以下组中的纳米过滤膜:中空纤维、螺旋线、板和框架。

49. 权利要求 47 的方法,其中所述吸附方法包括选自以下组中的吸附剂:氧化铝、二氧化硅、二氧化硅-氧化铝和酸性沸石。

50. 权利要求 47 的方法,其中所述离子交换方法使用基于聚苯乙烯的离子交换树脂。

51. 权利要求 47 的方法,其中所述氮喷射在大气压下或借助于真空进行。

52. 权利要求 47 的方法,其中所述蒸馏方法包括普通蒸馏或使用水作为萃取溶剂的萃取蒸馏。

53. 一种组合物,其包括含有权利要求 1 的组合物的选自以下组中的功能体系:个人护理产品、家用产品和宠物护理产品。

54. 权利要求 53 的组合物,其中所述权利要求 1 的组合物以小于 10 重量%的量加入所述功能体系中。

55. 权利要求 53 的组合物,其中所述权利要求 1 的组合物以小于 5 重量%的量加入所述功能体系中。

56. 权利要求 53 的组合物,其中所述权利要求 1 的组合物以小于 1 重量%的量加入所述功能体系中。

57. 权利要求 53 的组合物,其中所述功能体系具有酸性 pH。
58. 权利要求 53 的组合物,其中所述功能体系具有中性 pH。
59. 权利要求 53 的组合物,其中所述功能体系具有碱性 pH。
60. 权利要求 53 的组合物,其中所述功能体系是家用护理或宠物护理产品。
61. 权利要求 60 的组合物,其中所述家用护理或宠物护理产品还包括至少一种活性家用护理或宠物护理组分。
62. 权利要求 61 的组合物,其中所述活性家用组分选自以下组中:昆虫驱除剂、宠物除臭剂、宠物香波活性物、工业级棒和液体皂活性物、洗碗皂活性物、万能清洗剂、消毒剂、地毯和室内装潢清洗活性物、洗衣柔软剂活性物、洗衣洗涤剂活性物、马桶清洗剂、织物上浆剂、灰尘收集剂、抗再沉积剂、织物清洗剂和润滑剂。
63. 权利要求 60 的组合物,其中所述组合物还包括至少一种选自以下组中的附加组分:着色剂、防腐剂、抗氧剂、漂白剂、活性增强剂、乳化剂、功能聚合物、增粘剂、醇、脂肪或脂肪化合物、油、表面活性剂、香料、悬浮剂、有机硅材料、及它们的混合物。
64. 权利要求 53 的组合物,其中所述功能体系是包括权利要求 1 的组合物个人护理产品。
65. 权利要求 64 的组合物,其中所述个人护理组合物还包括至少一种活性个人护理组分。
66. 权利要求 65 的组合物,其中所述活性个人护理组分选自以下组中:香味剂、皮肤冷却剂、润肤剂、除臭剂、止汗剂活性物、湿润剂、清洗剂、防晒活性物、头发处理剂、口腔护理剂、牙齿粘合剂、剃须活性物、美容助剂和指甲护理活性物。
67. 权利要求 64 的组合物,其中所述组合物是选自以下组中的产品:护发、护肤、防晒、指甲护理和口腔护理。
68. 权利要求 67 的组合物,其中所述产品是包含选自以下组中的调理剂的护发产品:有机硅材料、烃油、泛醇及其衍生物、泛酸及其衍生物、及它们的混合物。
69. 权利要求 67 的组合物,其中所述产品是包含选自以下组中的调理剂的护肤产品:有机硅材料、烃油、泛醇及其衍生物、泛酸及其衍生物、及它们的混合物。
70. 权利要求 67 的组合物,其中所述产品是包括至多 5 重量%的权利要求 1 的组合物并具有大于 95%的透光率值的护发产品或护肤产品。
71. 权利要求 64 的组合物,其中所述组合物还包括至少一种选自以下组中的其它组分:着色剂、防腐剂、抗氧剂、 α 或 β 羟基酸、活性增强剂、乳化剂、功能聚合物、增粘剂、醇、脂肪或脂肪化合物、抗菌化合物、2- 巯基吡啶氧化锌、有机硅材料、烃聚合物、润肤剂、油、表面活性剂、风味剂、香料、药剂、再生剂、悬浮剂、及它们的混合物。
72. 权利要求 53 的组合物,其中所述功能体系是水包油或油包水乳液。
73. 权利要求 1 的组合物,其还包括量为总组合物 50-95 重量%的水。
74. 权利要求 73 的组合物,其还包括至少一种选自以下组中的附加组分:稳定化杀虫剂、香味剂、风味剂、着色剂、及它们的混合物。

在低分子量的阳离子聚半乳甘露聚糖中减小的臭味

[0001] 本申请要求享有 2004 年 8 月 31 日提交的美国临时申请 60/605,556 的权益。

技术领域

[0002] 本发明涉及聚半乳甘露聚糖组合物,更具体地说,涉及当分散于水中时能够形成相对透明的溶液的瓜尔胶组合物,涉及这种聚半乳甘露聚糖组合物在个人护理、家用、工业和常规组合物中在酸性、中性或碱性 pH 值下没有可辨别的胺臭味的用途,以及制备这种聚半乳甘露聚糖组合物的方法。

背景技术

[0003] 低和高分子量阳离子半乳甘露聚糖聚合物在通常配制成酸性或中性 pH 值的个人清洗产品如香波和身体清洗剂中用作调理剂。加工之后,在一些阳离子半乳甘露聚糖聚合物如阳离子瓜尔胶的样品中,胺臭味明显。在酸性和中性 pH 值时,没有明显的令人讨厌的“鱼腥”臭味,这种臭味是胺例如三甲胺(TMA)的特性。这是可以预料到的,因为在酸性或中性 pH 值时,大部分胺处于水相中,是非挥发性的盐形式。因此,对识别低臭味形式的低或高分子量阳离子半乳甘露聚糖或阳离子瓜尔胶聚合物没有迫切需要。然而,在将一些阳离子半乳甘露聚糖聚合物如阳离子瓜尔胶加入配制成碱性 pH 值的个人清洗产品和家用产品如洗涤剂和织物调理剂中时,会散发出不可接受的胺的特征臭味。

[0004] 阳离子多糖和其它聚合物已广泛地用于个人护理、家用、工业和常规产品中,从而在最终产品中发挥作用,包括使用所述聚合物在个人护理、家用、常规和工业组合物中作为胶凝剂、粘结剂、增稠剂、稳定剂、乳化剂,用于增强流变性、功效、沉积、美感的扩展和沉积助剂和载体,以及提供化学和生理活性组分。根据其应用,产品所应用的基底可以是皮肤、头发或纺织品基底。

[0005] 阳离子多糖被用于护发产品中对头发进行调理。在护肤产品中,这些相同的聚合物可以对皮肤提供调理效果。当加入洗涤剂和织物软化配制品中时,这些相同的聚合物可以对织物提供调理、软化、耐磨和抗静电特性。

[0006] 湿和干梳理性能试验是常用于测量香波和调理剂应用中的调理性能的测量方法。据报道市场中的市售阳离子调理聚合物比不含聚合物的香波在梳理湿头发时减小湿梳理力 30% -80%。然而,在这些应用中不同阳离子聚合物的性能在获得湿和干梳理力降低与配制品中的良好光学透明度平衡上是不一样的。EP 1501873 A1 涉及解决阳离子聚半乳甘露聚糖聚合物的该需求,其在个人护理、家用和织物清洗配制品中具有良好光学透明性。

[0007] 市场上仍然需要一种阳离子半乳甘露聚糖调理聚合物,它具有广泛的表面活性剂相容性,可以赋予澄清的个人护理、家用配制品、常规和工业配制品良好的调理性能,并且在碱性 pH 值时没有可辨别的胺臭味。

[0008] 市场还需要一种从聚半乳甘露聚糖组合物中除去胺和其它不希望的低分子量组分的方法。

发明内容

[0009] 本发明涉及一种组合物,其包括重均分子量 (Mw) 的下限为 5,000、上限为 200,000 的至少一种阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子衍生的半乳甘露聚糖聚合物,其 10% 的水溶液在 600nm 波长下的透光率为大于 80%,蛋白质含量为小于聚合物的 1.0 重量%,并且在 10% 的聚合物水溶液中三甲胺含量为小于 25ppm。

[0010] 该组合物可以任选具有至少 0.01meq/ 克的醛官能团含量,和 / 或小于 50ppm/ 克聚半乳甘露聚糖的硼含量。

[0011] 本发明还涉及制备上述组合物的方法,其包括如下步骤:a) 使至少一种阳离子半乳甘露聚糖聚合物或衍生的阳离子半乳甘露聚糖聚合物与至少一种将反应物中所述半乳甘露聚糖聚合物的重均分子量 (Mw) 降低至小于 200,000 的试剂反应,其中所述反应物还包括溶于水的发色体和不溶于水的物质,b) 除去不溶于水的固体物质,和 c) 实施除去或降低包括三甲胺 (TMA) 和低分子量组分的臭味组分、制得本发明的阳离子聚半乳甘露聚糖组合物的过程。

[0012] 本发明还涉及个人护理产品、家用护理产品和宠物护理产品的功能体系的组合物,其分别含有上述阳离子聚半乳甘露聚糖组合物和任选至少一种活性个人护理、家用护理或宠物护理组分。

[0013] 具体实施方案

[0014] 据意外地发现,通过使用降低阳离子半乳甘露聚糖聚合物水溶液中的胺含量如三甲胺含量的各种方法,可以制备出低臭味的阳离子半乳甘露聚糖聚合物组合物。此外,还发现加入具有本发明的碱性 pH 值下低臭味阳离子半乳甘露聚糖聚合物组合物的个人护理和家用产品的臭味明显减小。

[0015] 此外,本发明的聚合物可以具有其它属性,其包括在个人护理和家用产品中在各种表面活性剂体系内和各种聚合物浓度下能够提供透明的配制品。本发明的聚合物还可以在个人护理产品和其它基于表面活性剂的产品如家用产品中提供具有高透明度的调理效果。

[0016] 根据本发明,当本发明的聚合物以小于 10 重量%、优选小于 5 重量%、更优选小于 1 重量%的含量加入配制品中时,本发明的聚合物不会使配制成酸性、中性或碱性 pH 值的个人护理、家用或其它产品产生恶臭或可辨别的胺臭味。

[0017] 根据本发明,可用于本发明中的聚合物包括阳离子半乳甘露聚糖聚合物或阳离子衍生的半乳甘露聚糖聚合物,其重均分子量 (Mw) 下限为 5,000,优选 20,000,更优选 35,000,最优选 50,000。这些聚合物的 Mw 的上限小于 200,000,优选 100,000,更优选 70,000。本发明的聚半乳甘露聚糖的实例是瓜尔胶、刺槐豆胶、皂荚树胶和凤凰木胶,其中瓜尔胶是聚半乳甘露聚糖的优选来源。用于本发明的优选聚半乳甘露聚糖原料是已用阳离子取代基衍生过的瓜尔胶粗粉、瓜尔胶粉末、瓜尔胶薄片、瓜尔胶或瓜尔胶裂片。

[0018] 本发明的优选聚合物是阳离子聚半乳甘露聚糖聚合物。聚半乳甘露聚糖上的阳离子官能度的量可以用取代基的摩尔数来表示。本发明所用的术语“取代度”等价于摩尔取代度,即在聚半乳甘露聚糖树胶中单位脱水糖单元中官能团的平均摩尔数。阳离子官能度可以以低至 0.01、优选约 0.1、更优选 0.2 的 DS 水平存在于这些聚合物中。DS 上限通常为约 3.0,优选约 2.0,更优选 1.0。除了摩尔取代度之外,本发明聚合物上的阳离子电荷可以

用电荷密度来定量。可以通过各种方法将摩尔取代度转化为电荷密度。计算阳离子聚合物的电荷密度的优选方法是使用具体定量聚合物上季铵基团当量的方法。根据下面的公式确定出阳离子摩尔取代度为 0.18 的原料的电荷密度是 0.95 毫当量 / 克 (meq/g) :

[0019] DS 为 0.18 的阳离子瓜尔胶的阳离子电荷密度 = $(1000 \times 0.18) / (162.14 + (151.64 \times 0.18)) = 0.95 \text{ meq/g}$

[0020] 可以通过定量存在于聚合物上的净正电荷或负电荷的任意方法来测量电荷密度。可以使用标准的 NMR 积分方法、通过测量连接在聚合物骨架上的季铵基团的摩尔数来确定电荷密度。该方法用于测量本发明聚合物的电荷密度。

[0021] 聚半乳甘露聚糖或衍生的聚半乳甘露聚糖的阳离子官能团可以通过几种方法加入其中。例如,可以使原料与含有能够与存在于聚半乳甘露聚糖或衍生的聚半乳甘露聚糖上的反应性氢离子反应的基团的叔氨基化合物或季铵化合物在足够高的温度下反应足够长的时间,以便将阳离子官能团加入原料中。足够长的时间取决于反应物中的组分和反应进行的温度。

[0022] 本发明的阳离子化剂定义为这样的化合物,通过与聚半乳甘露聚糖的羟基的取代反应,它可以使产物带正电,并且其类型没有限制。可以使用含有能够与存在于多糖上的反应性氢反应的基团的叔氨基化合物或各种季铵化合物,例如 2-二烷基氨基乙基氯化物和季铵化合物,例如 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵和 2,3-环氧-丙基三甲基氯化铵。优选的实例包括缩水甘油基三烷基铵盐和 3-卤代-2-羟丙基三烷基铵盐,例如缩水甘油基三甲基氯化铵、缩水甘油基三乙基氯化铵、缩水甘油基三丙基氯化铵、缩水甘油基乙基二甲基氯化铵、缩水甘油基二乙基甲基氯化铵,及其相应的溴化物和碘化物;3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵、3-氯-2-羟丙基三乙基氯化铵、3-氯-2-羟丙基三丙基氯化铵、3-氯-2-羟丙基乙基二甲基氯化铵,及其相应的溴化物和碘化物;和季铵化合物,例如含有咪唑啉环的化合物的卤化物。

[0023] 阳离子聚半乳甘露聚糖与非离子取代基、即其中烷基表示具有 1-6 个碳原子的直链或支链烃部分的羟烷基(例如,羟乙基、羟丙基、羟丁基)或阴离子取代基如羧甲基的其它衍生物是任选的。这些任选的取代基通过与以下试剂反应而与聚半乳甘露聚糖连接,所述试剂例如是(1)烯化氧(例如,环氧乙烷、环氧丙烷、环氧丁烷),以获得羟乙基、羟丙基或羟丁基,或者与(2)氯甲基乙酸反应,获得羧甲基。当聚半乳甘露聚糖是“裂片”、“粗粉”或任意其它物理形式时,可以进行这种反应。制备衍生的聚半乳甘露聚糖的方法在本领域是公知的。

[0024] 根据本发明,阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖组合物不仅具有降低的粘度和低的重均分子量(Mw),而且其 10% 的水溶液在 600nm 的波长下具有大于 80%、优选大于 90%、更优选大于 95% 的百分比透光率。

[0025] 根据本发明,当根据本领域技术人员公知的任何方法测量时,阳离子聚半乳甘露聚糖或阳离子衍生的聚半乳甘露聚糖组合物在 10% 水溶液中的三甲胺含量为小于 25ppm,优选小于 7ppm,最优选小于 5ppm。用于测量三甲胺的方法的实例包括气相色谱法(GC)、质谱法、使用纤维吸附剂的固相萃取法及它们的组合。

[0026] 根据本发明,所述低分子量聚半乳甘露聚糖具有低的蛋白质含量。尽管常规聚半乳甘露聚糖树胶可以具有约 3% 蛋白质含量,如通过定量氮百分数或者使用比色技术测量

的 (M. M. Bradford, Anal. Biochem., 1976, 72, 248-254), 但通过 Bradford 法测量, 本发明的聚半乳甘露聚糖组合物的蛋白质含量小于 1%, 优选小于 0.5%。

[0027] 硼酸盐通常用于在衍生化之前交联瓜尔胶。这些硼酸盐通常即使在水洗后也与阳离子聚半乳甘露聚糖产品保持强结合。用于降低本发明的阳离子聚半乳甘露聚糖聚合物的三甲胺含量的方法步骤也易于从聚合物中除去硼酸盐, 从而制得高纯度的阳离子聚半乳甘露聚糖。在本发明中, 聚半乳甘露聚糖的硼含量为小于 50ppm、优选小于 30ppm、更优选小于 10ppm/克聚半乳甘露聚糖。

[0028] 根据本发明, 可以通过几种不同的方法降低聚半乳甘露聚糖的分子量, 例如 (1) 通过其中直接使用多糖水解酶、细菌或真菌的生化方法, (2) 使用 (a) 酸、(b) 碱或 (c) 通过使用氧化剂, 即过氧化氢的化学方法, (3) 使用高速搅拌和剪切机的物理方法, (4) 热方法, 或 (5) 根据需要, 可以使用合适的纯化方法使分子量落入一定范围内。可以使用的纯化方法的实例是使用过滤助剂过滤、超滤、反渗透膜、选择性密度离心和色谱法。

[0029] 根据本发明, 通过单独使用氧化剂, 或者将氧化剂与包括生化试剂的其它试剂混合使用, 来降低分子量或者加入氧化过的官能团。为了获得最佳结果, 需要在该方法中完全包括氧化剂, 或包括氧化剂与其它试剂。

[0030] 氧化剂包括将氧原子加入聚合物结构中的任意试剂。一些氧化剂也可以用于降低聚合物的分子量。这些双重功能的氧化剂的实例有过氧化物、过氧酸、过硫酸盐、高锰酸盐、高氯酸盐、次氯酸盐和氧。不降低分子量但是加入醛官能团的生化氧化剂的实例是氧化酶。可用于本发明中的氧化酶的具体实例是半乳糖氧化酶和本领域技术人员已知的其它生化氧化剂。

[0031] 如下是制备阳离子聚半乳甘露聚糖组合物的阳离子聚半乳甘露聚糖或其衍生物的一般优选方法:

[0032] (a) 使小部分的阳离子聚半乳甘露聚糖或衍生物与氧化剂或水解剂和氧化剂的组合在有水的情况下反应足够长的时间, 从而降低聚合物的粘度和分子量;

[0033] (b) 加入额外量的聚合物和氧化剂, 多次加入聚合物和氧化剂取决于所需的结果和反应参数;

[0034] (c) 终止反应并回收所述组合物的流体水分散体, 其含有溶于水的发色体 (color body) 和不溶于水的物质及浓度为总组合物约 50 ~ 95 重量%的水;

[0035] (d) 除去水分散体中的不溶于水的物质, 得到本发明组合物的澄清水溶液。使用常规方法除去不溶于水的物质, 例如离心和过滤法; 和

[0036] (e) 除去水相中包括三甲胺 (TMA) 和其它胺和低分子量组分的臭味组分, 制得本发明的阳离子聚半乳甘露聚糖组合物。

[0037] 任选地, 该方法可以包括额外步骤: 除去溶于水的发色体从而制得本发明组合物的无色、澄清的水溶液。可用于除去发色体的试剂和材料的实例包括亚硫酸氢钠、焦亚硫酸钠、次氯酸钠、亚氯酸钠、活性炭和分子筛。

[0038] 当将水解剂和氧化剂组合用于本发明时, 将氧化剂用于步骤 (b), 将水解剂用于步骤 (a)。可以将这种试剂的交替用于整个方法中。在另一实施方案中, 将所有的水解剂和聚合物都分批加入反应容器中, 并使反应持续至所需粘度。如果水解剂是酶, 那么在反应结束时通过加热使其失活。之后, 通过常规方法使反应物质澄清至澄清溶液。将氧化剂加入到

澄清溶液中,并反应至最终产物所需的粘度和分子量。

[0039] 或者,可以以间歇方法进行该反应,在开始反应时一次加入试剂(具有水解剂和氧化剂的双重功能或者水解剂和氧化剂的组合),同时使用标准搅拌设备使聚半乳甘露聚糖固体内容物充分混合。在此间歇方法中,当使用试剂的组合时,氧化剂也可以在最初与聚合物一起加入,而水解剂则可以在该方法后面预定的时间加入,以便获得所需结果。用于保持反应在所需 pH 范围内的中和酸可以是任意的酸,包括盐酸、己二酸、琥珀酸、富马酸、苹果酸等。

[0040] 或者,与氧化剂的反应可以在不加入水的高固体状态下或者在有少量水的情况下进行,从而在与氧化剂的反应结束时得到湿的固体而不是水分散体。在这种情况下,然后将湿的固体与足够的水混合,得到待除去不溶于水的物质的流体水分散体。

[0041] 根据本发明,用于除去本发明的阳离子半乳甘露聚糖聚合物的臭味组分的方法实例包括氮喷射、蒸馏、吸附、离子交换和膜渗滤或其组合。氮喷射可以在大气压下或借助于真空进行。通常可以使用蒸馏,或在这种情况下,如果臭味组分是在低含量(<100ppm)时,使用水作为萃取溶剂的萃取蒸馏将更有效。吸附剂如氧化铝、二氧化硅或固体酸如二氧化硅-氧化铝,或酸性沸石可用于除去引起臭味的基本组分。或者,基于聚苯乙烯的离子交换树脂可相似地用于“清除”酸性或碱性化合物。膜也可用于除去低分子量杂质,而不管化学性质如何。例如,纳米过滤膜可用于渗滤低分子量阳离子的半乳甘露聚糖聚合物。渗滤是通过膜用添加水洗涤低分子量化合物的方法。通过膜洗去的组分和保留的组分与膜的孔径有关。在此渗滤方法中,除去杂质的含量随所用的洗涤水量增加。膜可置于多种结构中,其包括中空纤维、螺旋线、或板和框架。

[0042] 本发明还涉及本发明的聚半乳甘露聚糖组合物在功能体系如个人护理产品、家用护理产品和宠物护理产品中的用途。在本发明中还可以使用其它功能体系,包括工业和常规产品,如手和身体消毒产品如液体皂。上述功能体系可以任选地分别含有至少一种其它活性个人护理、家用护理或宠物护理组分。在某些体系如头发脱缠结液体、凝胶或喷雾中,由于聚半乳甘露聚糖对皮肤和头发的亲合性,其本身可用作活性组分。本发明的功能体系可以是水包油或油包水乳液或溶液或浆液。

[0043] 根据本发明,可以加入本发明的聚合物组合物中的个人护理产品包括清洗和调理产品,如二合一香波、三合一香波、香波、调理剂、淋浴凝胶、液体皂、浴液、定型产品、剃须凝胶/面霜、身体清洗剂和条皂。

[0044] 根据本发明,个人护理活性组分必需给使用者的身体提供一些益处。个人护理产品包括护发、护肤、防晒和口腔护理产品。可以适宜地包括在本发明个人护理活性组分中的物质的实例如下:

[0045] 1) 香味剂,以香料和除臭香味剂的形式产生嗅觉反应,除了提供香味效果之外,它还可以减小体臭;

[0046] 2) 皮肤冷却剂,例如薄荷醇、乙酸薄荷酯、薄荷基吡咯烷酮羧酸酯 N-乙基-对-薄荷烷-3-羧酰胺和薄荷醇的其它衍生物,它在皮肤上以凉爽感觉产生触觉反应;

[0047] 3) 润肤剂,例如肉豆蔻酸异丙酯、有机硅材料、矿物油和植物油,它们以增加皮肤光滑或阻湿的形式产生触觉反应;

[0048] 4) 除香味剂之外的除臭剂,其功能是降低皮肤表面上微小菌群的含量或者消除它

们,特别是导致产生体臭的那些菌群。也可以使用除香味剂之外的除臭剂的前体;

[0049] 5) 止汗剂活性物,它的作用是降低或消除皮肤表面上的汗的出现;

[0050] 6) 湿润剂,通过加入水分或者防止从皮肤蒸发来保持皮肤水分;

[0051] 7) 清洗剂,它清除皮肤上的污垢和油;

[0052] 8) 防晒活性成分,它防止来自太阳的紫外线和其它有害光线损坏皮肤和头发。本发明治疗有效量通常为组合物的 0.01-10 重量%,优选 0.1-5 重量%;

[0053] 9) 头发处理剂,它调理头发、清洗头发、使头发脱缠结;起定型剂、增加体积和光泽剂、去头皮屑剂、头发生长促进剂、头发染料和颜料、头发香水、头发松弛剂、头发漂白剂、头发湿润剂、发油处理剂和防卷曲剂的作用;

[0054] 10) 口腔护理剂,例如牙膏和漱口剂,它清洗、增白、脱臭和保护牙齿和牙龈;

[0055] 11) 牙齿粘合剂,它使牙齿具有粘合性能;

[0056] 12) 剃须产品,例如面霜、凝胶和洗剂及剃须刀片润滑条;

[0057] 13) 薄纸产品,例如润湿或清洗薄纸;

[0058] 14) 美容助剂,例如底粉、口红和眼霜;

[0059] 15) 纺织产品,例如润湿或清洗擦布;和

[0060] 16) 指甲护理产品。

[0061] 根据本发明,家用护理和宠物护理活性组分必需给使用者或宠物提供一定的益处。家用和宠物护理产品的实例包括餐具洗涤剂、织物软化剂、抗静电产品、宠物香波、除臭喷雾和昆虫驱除产品。根据本发明可以适当地包括的活性物质的实例如下:

[0062] 1) 香味剂,它以香料和除臭香味剂的形式产生嗅觉反应,除了提供香味反应之外,它还可以降低臭味;

[0063] 2) 昆虫驱除剂,它起防止昆虫出现在特定区域或者攻击皮肤的作用;

[0064] 3) 泡沫产生剂,例如产生泡沫或肥皂泡的表面活性剂;

[0065] 4) 宠物除臭剂,例如降低宠物臭味的除虫菊酯;

[0066] 5) 宠物香波剂和活性物,其作用是除去皮肤和头发表面的污垢、外来物质和细菌;

[0067] 6) 工业级棒、淋浴凝胶和液体皂活性物,它除去皮肤上的细菌、污垢、油渍和油,对皮肤消毒和调理皮肤;

[0068] 7) 万能清洗剂,它除去例如厨房、浴室、公共设施区域的表面上的污垢、油、油渍、细菌;

[0069] 8) 消毒组分,它杀死或防止房间或公共设施上的细菌生长;

[0070] 9) 地毯和室内装潢清洗活性物,它清除和除去表面上的污垢和外来颗粒,并且也提供软化和香味;

[0071] 10) 洗衣柔软剂活性物,它减少静电并使织物感觉更柔软;

[0072] 11) 洗衣洗涤剂组分,它除去污垢、油、油渍、污渍,并杀死细菌和防止物质再沉积;

[0073] 12) 餐具洗涤剂,它除去污渍、食物、细菌;

[0074] 13) 抽水马桶清洗剂,它除去污渍、杀死细菌并脱臭;

[0075] 14) 洗衣预除污剂活性物,它对除去衣服上的污渍有利;

[0076] 15) 织物上浆剂,它改善织物的外观;

[0077] 17) 汽车清洗活性物,它除去汽车和设备的污垢、油渍等;

[0078] 18) 润滑剂,它降低部件之间的摩擦;和

[0079] 19) 纺织品剂,例如灰尘收集剂和清洗剂。

[0080] 上面所列的个人护理和家用活性组分仅仅是实例,并未完全列举可以使用的活性组分。在这些类型的产品中可以使用的其它组分在工业上为公知。除了上面常用的组分之外,本发明的组合物也可以任选包括如下组分:着色剂、防腐剂、抗氧剂、营养补充剂、 α 或 β 羟基酸、活性增强剂、乳化剂、功能聚合物、增粘剂(如 NaCl、 NH_4Cl 、KCl、 Na_2SO_4 、脂肪醇、脂肪酸酯、脂肪酸酰胺、脂肪醇聚乙二醇醚、山梨糖醇聚乙二醇醚、可可酰氨基单乙醇酰胺、可可酰胺二乙醇酰胺、可可酰氨基丙基甜菜碱、粘土、二氧化硅、纤维素聚合物和黄原胶)、悬浮剂(如粘土、二氧化硅和黄原胶)、具有 1-6 个碳的醇、脂肪或脂肪化合物、抗菌化合物、2- 巯基吡啶氧化锌、有机硅材料、烃聚合物、润肤剂、油、表面活性剂、药剂、风味剂、香料、再生剂、及它们的混合物。

[0081] 根据本发明,可用与本发明的阳离子聚半乳甘露聚糖或其衍生物混合的功能聚合物的实例包括溶于水的聚合物,例如阴离子的、疏水改性的和两性的丙烯酸共聚物;乙烯吡咯烷酮均聚物;阳离子的、疏水改性的和两性的乙烯吡咯烷酮共聚物;非离子的、阳离子的、阴离子的和两性的纤维素聚合物,例如羟乙基纤维素、羟丙基纤维素、羧甲基纤维素、羟丙基甲基纤维素、阳离子羟乙基纤维素、阳离子羧甲基羟乙基纤维素和阳离子羟丙基纤维素;丙烯酰胺均聚物和阳离子的、两性的和疏水改性的丙烯酰胺共聚物、聚乙二醇聚合物和共聚物、疏水改性的聚醚、疏水改性的聚醚缩醛、疏水改性的多元醇和聚醚氨基甲酸酯和称之为缔合聚合物的其它聚合物、疏水改性的纤维素聚合物、环氧乙烷-环氧丙烷共聚物、和非离子的、阴离子的、疏水改性的、两性的和阳离子的多糖,例如黄原胶、脱乙酰壳多糖、羧甲基瓜尔胶、藻酸盐、羟丙基瓜尔胶、羧甲基瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵、瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵、羟丙基瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵。

[0082] 根据本发明,可以使用的有机硅材料尤其是不溶于组合物的聚有机硅氧烷,并且可以是聚合物、低聚物、油、蜡、树脂或胶的形式。

[0083] 有机聚硅氧烷在 Walter Noll 的 "Chemistry and Technology of Silicone" (1968) Academic Press 中有更详细的定义。它们可以是挥发性的或者是非挥发性的。

[0084] 如果是挥发性的,有机硅尤其是选自沸点在 60°C - 260°C 之间的那些,更特别优选选自:

[0085] (i) 含有 3-7、优选 4-5 个硅原子的环状有机硅。它们例如是,特别是以名称 "Volatile Silicone 7207" 由 Union Carbide 销售或者以名称 "Silbione 70045V 2" 由 Rhone Poulenc 销售的八甲基环四硅氧烷、以名称 "Volatile Silicone 7158" 由 Union Carbide 销售和以名称 "Silbione 70045 V 5" 由 Rhone Poulenc 销售的十甲基环五硅氧烷、及它们的混合物。

[0086] 也可以提及的有环状有机硅与有机硅化合物的混合物,例如八甲基环四硅氧烷和四三甲基甲硅烷基季戊四醇 (50/50) 的混合物及八甲基环四硅氧烷和氧-1,1'-二(2,2,2',2',3,3'-六三甲基甲硅烷基氧)新戊烷的混合物;

[0087] (ii) 具有 2-9 个硅原子并且在 25℃ 下粘度小于或等于 $5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ 的直链挥发性有机硅。实例是特别以名称 "SH 200" 由 Toray Silicone 公司销售的十甲基四硅氧烷。属于这种类型的有机硅还描述在出版的 *Cosmetics and Toiletries*, 91 卷, Jan. 76, 27-32 页, Todd & Byers "Volatile Silicone Fluids for Cosmetics" 的文章中。

[0088] 优选使用非挥发性有机硅, 更具体地说, 聚芳基硅氧烷、聚烷基硅氧烷、聚烷基芳基硅氧烷、有机硅的胶和树脂、用有机官能团改性的聚有机硅氧烷、及它们的混合物。

[0089] 根据本发明, 可以使用的有机硅聚合物树脂特别是单独或与溶剂混合使用的数均分子量为 200,000-1,000,000 的聚二有机硅氧烷。所述溶剂可以选自挥发性有机硅、聚二甲基硅氧烷 (PDMS) 油、聚苯基甲基硅氧烷 (PPMS) 油、异链烷烃、聚异丁烯、二氯甲烷、戊烷、十二烷和十三烷或其混合物。

[0090] 这些有机硅聚合物和树脂的实例如下:

[0091] 聚二甲基硅氧烷、

[0092] 聚二甲基硅氧烷 / 甲基乙烯基硅氧烷胶、

[0093] 聚二甲基硅氧烷 / 二苯基甲基硅氧烷、

[0094] 聚二甲基硅氧烷 / 苯基甲基硅氧烷、和

[0095] 聚二甲基硅氧烷 / 二苯基硅氧烷甲基乙烯基硅氧烷。

[0096] 更具体地说, 根据本发明可以使用的产品有如下混合物:

[0097] (a) 由在链末端羟基化的聚二甲基硅氧烷 (根据 CTFA 字典的命名法称之为二甲有机硅) 和由环状聚二甲基硅氧烷 (根据 CTFA 字典的命名法称之为环状二甲有机硅) 形成的混合物, 例如由 Dow Corning 公司销售的产品 Q21401;

[0098] (b) 由聚二甲基硅氧烷胶与环状有机硅形成的混合物, 例如从 General Electric Company 得到的产品 SF 1214 Silicone Fluid; 该产品是相应于二甲有机硅的 SF 30 胶, 数均分子量为 500,000, 溶解在相应于十甲基环五硅氧烷的 SF 1202 Silicone Fluid 油中; 和

[0099] (c) 两种不同粘度的 PDMS 的混合物, 特别是 PDMS 胶和 PDMS 油形成的混合物, 例如得自 General Electric Company 的产品 SF 1236。产品 SF1236 是上面定义的粘度为 $20 \text{ m}^2/\text{s}$ 的胶 SE 30 和粘度为 $5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ 油 SF 96 的混合物。该产品优选含有 15% 的 SE 30 胶和 85% 的 SF 96 油。

[0100] 这些有机硅材料在个人护理和家用产品中起头发、皮肤和纺织品表面的调理剂的作用。其它类型的调理剂包括烃油, 例如矿物油和甘油脂肪酸酯、和泛醇及其衍生物, 例如泛烷基 (panthenyl) 乙基醚、氯化泛烷基羟丙基硬脂二鎗和泛酸。

[0101] 为了更详细地理解本发明, 可以参照如下实施例, 它们更具体地描述了本发明, 但是并不是限制性地解释本发明。除非另有说明, 所有份数和百分数都是以重量计。

[0102] 实施例

[0103] 在下面的实施例中, 使用两种不同的方法测量三甲胺含量 (TMA)。方法 1 的检测极限确定到 7ppm。第二种方法的方法 2 用于测量低分子量阳离子瓜尔胶产品中的较低含量的 TMA。"PPM" 指百万分之一份数。"PPB" 指十亿分之一份数。除非另有说明, 所有份数和百分数都是以重量计。

[0104] 标准方法和过程

[0105] 在表 2、3 和 4 所示的所有实施例中使用方法 1 和 / 或方法 2 分析 TMA 含量。

[0106] 方法 1:使用顶空 GC 测量低分子量阳离子瓜尔胶中的三甲胺

[0107] 在顶空小瓶中称重 $\sim 0.5\text{g}$ 的低分子量阳离子瓜尔胶溶液,然后加入 5ml pH ~ 8.5 的 TRIS 缓冲液,从而制备样品。在注入气相色谱 (GC) 入口之前,将小瓶在 $\sim 40^{\circ}\text{C}$ 下平衡 15 分钟,并使用火焰离子检测 (FID) 来定量。在等体积的缓冲液中用外标准物测量标定。检测范围 $\sim 7\text{ppm}$ 。

[0108] 方法 2:通过顶空 SPME/GC/FID 测量低分子量阳离子瓜尔胶中的三甲胺

[0109] 使用该方法测量阳离子瓜尔胶聚合物溶液中的三甲胺 (TMA)。使用缓冲液将顶空小瓶中的样品调节到 pH 8.5,用固相微萃取 (SPME) 纤维萃取 TMA。在气相色谱 (GC) 入口中 TMA 从纤维释放出来,使用火焰离子检测 (FID) 来定量。用外标测量标定。结果记录作两个显著性数字的 $\mu\text{g/g}$ (ppm)。

[0110] 设备

[0111] (1) 气相色谱, Agilent 6890A, 安装有火焰离子检测器 (FID), 裂缝 / 无裂缝注射器, 0.75mm ID SPME 衬垫 (Restek 条目号 21110), Merlin Microseal GC 入口封条 (Aldrich 条目号 22581-U), Gerstel MPS-2SPME 自动取样器和 Agilent DB-Wax 柱, $30\text{m}\times 0.53\text{mm}\times 1.0\mu\text{m}$ (VWR 条目号 21512-352)。

[0112] (2) SPME 纤维组件, 50/30 μm DVB/Carboxen/PDMS StableFlex, 自动固持器, 灰色 (Aldrich 条目号 57329-U)。

[0113] 试剂

[0114] (1) 三甲胺氢氯化物 ($\text{TMA}\cdot\text{HCl}$), 试剂级 (98%), CAS#593-81-7 (Aldrich 条目号 T72761)。

[0115] (2) 水, 试剂级, CAS#7732-185 (VWR 条目号 365-4)。

[0116] (3) TRIS 缓冲液 (VWR 条目号 JTX171-5)。

[0117] (4) 正磷酸, 85% (VWR 条目号 EM-552-3)。

[0118] (5) TRIS 缓冲液溶液, 通过将 10.8g TRIS 缓冲液加入 500ml 试剂级水中, 然后用浓磷酸滴定至 pH 8.5, 制备 pH 8.5。

[0119] 标定

[0120] (1) 通过在 25mL 容量瓶中称重约 40mg $\text{TMA}\cdot\text{HCl}$, 记录重量精确至 0.0001g, 制备原料标定溶液。用试剂级水补充溶液体积, 并充分混合。使用公式 (1) 计算溶液中的 TMA 浓度, 单位 $\mu\text{g/mL}$ 。

[0121] (2) 通过将 0.25ml 原料溶液用移液管吸进 25mL 容量瓶中, 用试剂级水补充体积, 并充分混合, 制备稀释的原料标定溶液。

[0122] (3) 将以下量的稀释的原料溶液用移液管吸进 10mL 容量瓶中, 用试剂级水补充体积, 制备工作标准物。使用公式 (2) 计算每个标准物中的 TMA 精确含量。

	标准物#	稀释的原料溶液, mL
	1	0.5
[0123]	2	1.0
	3	1.5
	4	2.0

[0124] (4) 将 1ml pH 8.5 的 TRIS 缓冲液用移液管吸进 10mL 顶空小瓶中, 将 1ml 标准物 #1 用移液管吸进小瓶中。立即将顶空盖卷压在小瓶上。

[0125] (5) 对其余三个标准物重复步骤 (4)。

[0126] (6) 使用 MPS-2 自动取样器和 Agilent 6890A GC/FID 列出的参数分析四个标准物。

[0127] (7) 对于四个标准物使用 Excel 软件计算斜率和 y-截距, 其中浓度为 x 值, 面积为 y 值。如果有 ChemStation(化学工作站), 可用它代替 Excel 来确定标定曲线。

[0128] 过程

[0129] (1) 将下表 1 中规定体积的样品用移液管吸进 10mL 容量瓶中。重量记录精确至 0.0001g。样品用试剂级水补充体积, 充分混合。将 1mL 样品溶液用移液管吸进 10mL 顶空小瓶中。

[0130]

表 1

[0131]	预期的 ug/g	mL 样品	稀释因子
[0132]	1 ~ 4	5	2
[0133]	4 ~ 10	2	5
[0134]	10 ~ 20	1	10
[0135]	20 ~ 50	0.4	25
[0136]	50 ~ 100	0.2	50

[0137] (2) 将 1mL pH 8.5 TRIS 缓冲液溶液用移液管吸进小瓶中, 立即将顶空盖卷压在小瓶上。使小瓶温和地旋动混合。

[0138] (3) 使用 MPS-2 自动取样器和 Agilent 6890A GC/FID 列出的参数分析样品。

[0139] (4) 使用公式 (3) 或根据 Agilent ChemStation 列出的参数、使用 Chem-Station 计算 TMA 含量。如果样品面积超出标定范围, 那么在水中适宜地稀释样品, 并再次试验。

[0140] Gerstel MPS-2 参数

[0141] 循环 SPME

[0142] 注射器 纤维

[0143] 预培养时间 00:05:00hr:min:sec

[0144] 培养温度 35.0℃

[0145] 搅拌器速度 未使用

[0146] 搅拌器打开时间 0s

[0147] 搅拌器关闭时间 0s

[0148] 小瓶穿透 22.0mm

[0149] 萃取时间 00:10:00hr:min:sec

- [0150] 释放到 GC 注射器
- [0151] 注射穿透 54.0mm
- [0152] 释放时间 00:05:00hr:min:sec
- [0153] 纤维烘干 00:00:00hr:min:sec
- [0154] GC 运行时间 00:20:00hr:min:sec
- [0155] Agilent 6890A 气相色谱操作条件
- [0156] 注射 手动
- [0157] 炉初始温度 50℃
- [0158] 初始时间 0.00min
- [0159] 速率 20.00℃ /min
- [0160] 最终温度 230℃
- [0161] 平衡时间 0.50min
- [0162] 入口（裂缝 / 无裂缝）模式 无裂缝
- [0163] 温度 270℃
- [0164] 压力 4.00psi
- [0165] 气体种类 氦
- [0166] 检测器 (FID) 温度 250℃
- [0167] Makeup 气体 氦
- [0168] 混合流 20.0mL/min
- [0169] Agilent ChemStation 参数
- [0170] 标定表 计算 外标百分比
- [0171] 基于 峰面积
- [0172] 曲线类型 直线
- [0173] 原点 忽略
- [0174] 重量 相同
- [0175] 标准量 ng/μL (μg/mL)
- [0176] 序列表 样品量 g
- [0177] 乘数 .01
- [0178] 稀释因子 在步骤部分的表 1 中列出
- [0179] 计算
- [0180]
$$\frac{\text{Wt Std} \times P \times 0.617 \times 0.01 \times 1,000,000}{25} = \text{原料溶液中的 TMA, } \mu\text{g/mL}$$
 公式 (1)
- [0181] 其中：
- [0182] Wt Std = TMA • HCl 的重量, g
- [0183] P = TMA • HCl 的纯度, %
- [0184] 0.617 = TMA MW 与 TMA • HCl MW 的比
- [0185] 0.01 = 对于 % 的转化因子
- [0186] 1,000,000 = 对于 μg/g 的转化因子
- [0187] 25 = 稀释体积, mL

$$[0188] \quad \frac{V_{ds} \times C_{tma}}{1000} = \text{标准物中的 TMA, } \mu\text{g/mL} \quad \text{公式 (2)}$$

[0189] 其中：

[0190] V_{ds} = 稀释的原料溶液的体积, mL

[0191] C_{tma} = 原料溶液中的 TMA, $\mu\text{g/mL}$

$$[0192] \quad \frac{(A_{spl}-b) \times DF}{m \times Wt_{Spl}} = \text{TMA, } \mu\text{g/g (ppm)} \quad \text{公式 (3)}$$

[0193] 其中：

[0194] A_{spl} = 样品的 TMA 峰面积

[0195] b = 面积对 TMA 浓度的 y- 截距

[0196] DF = 稀释因子, 从过程部分的表 1 得到

[0197] m = 面积对 TMA 浓度的斜率

[0198] Wt_{Spl} = 样品溶液的重量, g

[0199] 前体实施例 1 和 2

[0200] 使用以下步骤制备本发明的前体。

[0201] 将以下组分加入 1000 加仑玻璃内衬的反应器。在搅拌下将水、过氧化物和苹果酸加入反应器中。将阳离子瓜尔胶和氢氧化钠加入混合物中。加热混合物到温度 85°C, 直到反应混合物的样品粘度到达所需的粘度。此时加入焦亚硫酸钠。将己二酸和 Phenoxetol® 产品加入反应产物中, 从反应器中取出反应产物。

[0202] 水: 390 加仑水 (初始) + 350 加仑水 (加入的水 / 浆液)

[0203] 阳离子瓜尔胶: 800 磅 (88 ~ 91% TS)

[0204] 过氧化物: 45.2 磅 (35%)

[0205] NaOH: 35 ~ 40 磅 (25%)

[0206] 苹果酸: 20.8 ~ 25 磅, 在浆液加入过程中加入

[0207] 焦亚硫酸钠 (SMBS): 17 ~ 23 磅 + 任选加入

[0208] 己二酸: 4.5 磅 @ 填满

[0209] 苯氧基乙醇 (Phenoxetol): 36.8 磅

[0210] 然后使用隔膜过滤器压机对反应浆液进行过滤步骤, 除去不溶于水的物质。

[0211] 如表 2 中所示, 使用方法 1 测得的实施例 1 产物中的三甲胺含量 (TMA) 为 67ppm。测得实施例 2 产物中的 TMA 含量为 64ppm。将 13.5 磅量的 Nipasept® 钠加入产物中, 使用等份苹果酸, 使 pH 值回到中性。

[0212] 在实施例中用于从产物中降低或除去臭味组分或低分子量组分的过程描述在实施例 3-13 中。

[0213] 实施例 3-6

[0214] 使用吸附剂从实施例 1 和 2 的前体中除去臭味组分。

[0215] 通过将 ~ 100 克低分子量阳离子瓜尔胶 (LMWCG) 加入 4 盎司瓶子中来准备实施例 3-6, 然后对于每一次处理加入 5-20 克的吸附剂。在用木炭处理之前, 使用 5% NaOH 水溶液

将 LMWCG 的 pH 调节到 pH 8.5。用磁力搅拌棒在 400rpm 下搅拌吸附剂 /LMWCG 浆液约 8 小时。然后将瓶子在 30 次循环 / 分钟的旋转振荡器中放置 1 小时。使瓶子中的内容物沉降, 并通过从固体吸附剂中倾倒出液体, 以便从吸附剂处理过的 LMWCG 溶液样品取样。通过陶瓷 Buchner 漏斗过滤 Dowex G-26 处理过的 LMWCG 溶液。使用 5% 的 NaOH 水溶液将 1 盎司等份样品的 pH 调节到 pH 8。使用 5% 的 NaOH 将另一个等份样品的 pH 调节到 pH 6。

[0216] 对于表 2 的实施例 3-6 中所示的吸附剂处理, 三甲胺的含量从未处理的 LMWCG 溶液中的 67ppm 三甲胺降低到木炭处理过的 LMWCG 中的 59ppm, 并在 Dowex G-26 (阳离子交换树脂) 和沸石 (H 型 ZSM-5) 处理过的 LMWCG 中降低到 < 7ppm。

[0217] 实施例 7

[0218] 使用由 262g Degussa ZSM-5H 型沸石的 1/8 英寸挤出小球填充的 1.3 英寸内径的玻璃柱, 用沸石对低分子量阳离子瓜尔胶进行连续柱处理。将实施例 1 的低分子量阳离子瓜尔胶产品的 10 重量% 的水溶液以 20g/min 的速率泵送穿过该柱。总共收集到 1150g 产品, 根据方法 2 测得的 TMA 含量为 2.5ppm。

[0219] 实施例 8

[0220] 使用由 186g (干重) 的 Rohm and Haas Amberlyst® 15 离子交换树脂珠粒 (0.029 英寸直径) 填充的 1.3 英寸内径的玻璃柱, 对低分子量阳离子瓜尔胶溶液进行连续柱处理。根据实施例 1 的方法制备的低分子量阳离子瓜尔胶的 10 重量% 水溶液以 18g/min 的速率泵送穿过该柱。总共收集到 1000g 的产品, 根据方法 2 测得 TMA 含量为 1.4ppm。

[0221] 实施例 9 和 10

[0222] 通过孔径为 200Dalton 的 New Logic VSEP (振动分离器) 在压力 200 ~ 300psig、温度 25 ~ 45°C 下, 渗滤根据实施例 1 的过程制备的低分子量阳离子瓜尔胶产品。稀释水是酸性的 (苹果酸), 还含有盐 (NaCl)。根据方法 2 测量, 收集到的产品滞留物含有 0.64ppm (实施例 9) 和 6.5ppm 三甲胺 (实施例 10)。

[0223] 通过用 DI (去离子) 水中的 4% 的 HNO₃ 稀释聚合物样品, 测得相对于实施例 1 的未处理过的聚合物, 产品滞留物中的硼含量下降。稀释过的样品通过诱导耦合等离子体原子发射光谱法分析。

[0224] 实施例 11

[0225] 使用以下过程, 使用 Liqui-Cel® 中空纤维膜接触器, 证实从低分子量阳离子瓜尔胶溶液中除去 TMA。Liqui-Cel® 和 Celgard® 是 Hoechst Celanese Corp. 的注册商标。

[0226] 在容器中, 在搅拌下将低分子量阳离子瓜尔胶溶液加热到 60°C, 用碱将 pH 调节到 9。阳离子瓜尔胶溶液流进接触器的壳侧, 同时保持供给压力在或低于 20psi。使氮气流进接触器的管侧, 保持 N₂ 压力在 20psi 或更低。使阳离子瓜尔胶连续再流回加热的容器中。使 N₂ 流通过接触器一次, 并放空。连续进行此过程至多达 5 小时。然后将产品冷却到 25°C, 用苹果酸将 pH 调节到 6。

[0227] 实施例 12

[0228] 如表 2 实施例 12 所示, 氮喷射低分子量阳离子瓜尔胶的水溶液以降低产品中的 TMA 含量。在搅拌的烧瓶中将阳离子瓜尔胶的水溶液加热到 60°C, 并调节 pH 至 8.5, 在此温度下进行氮喷射 2 小时。在使用此方法中, 产品中的 TMA 含量从 67ppm 降低到 16ppm。

[0229] 实施例 13

[0230] 已经发现,在使用混合的酶-过氧化物处理代替过氧化物氧化方法以降低阳离子半乳甘露聚糖聚合物的分子量时,低分子量阳离子半乳甘露聚糖聚合物水溶液中的胺臭含量和 TMA 含量明显降低。表 2 实施例 13 中所示的 GC 顶空分析也证实,使用酶-过氧化物混合处理(实施例 13)制备的阳离子半乳甘露聚糖聚合物水溶液中的 TMA 含量比过氧化物方法(实施例 1)低。表 2 处理对低分子量阳离子瓜尔胶(聚半乳甘露聚糖)溶液(10 重量%总固体)中的三甲胺(TMA)浓度的影响

[0231]

实施例	处理说明	吸附剂浓度 (重量%)	硼/ 重量%	蛋白质 重量%	TMA/ppm 方法 1	TMA/ppm 方法 2
实施例 1	无 比较对照	-	36	0.38	67	
实施例 2	无(对照)	-				64
实施例 3	Dowex G26, pH8, 离子交换树脂	16.5		0.37	未检测到 <7ppm*	
实施例 4	Dowex G26, pH6, 离子交换树脂	16.5			未检测到 <7ppm*	
实施例 5	沸石类型 H-ZSM-5	9.1		0.199	未检测到 <7ppm*	
实施例 6	木炭, pH8.5	4.5			59	
实施例 7	Degussa ZSM-5 类型-H 沸石型 1/8 英寸挤出小球	柱				2.5
实施例 8	Amberlyst® 15 0.029 英寸直径 Rohm and Haas	柱				1.4
实施例 9	渗滤 pH 5.8	-	<5		<7ppm*	0.64
实施例 10	渗滤 pH 5.8	-		0.44		6.5
实施例 11	中空纤维膜	-				
实施例 12	氮喷射, pH 9, 2hrs, 60°C	-			16ppm	
实施例 13	甘露聚糖酶- 过氧化物降解	-		0.81	未检测到 <7ppm*	

[0232] 7ppm 是分析方法 1 的检测极限

[0233] 将表 2 中的实施例 3-13 与实施例 1 和 2 比较分析证实,进行这些后处理的阳离子瓜尔胶水溶液中的三甲胺含量(TMA)降低。

[0234] 根据本发明,在优选的方法中,在水介质中进行分子量降低步骤,得到分散体,从分散体中除去不溶于水的固体,使用表 2 中实施例 3~12 所示的方法之一得到本发明的半乳甘露聚糖聚合物组合物的澄清、低臭味溶液。任选地,除去溶于水的发色体,得到无色、澄清、低臭味的阳离子半乳甘露聚糖聚合物或衍生的阳离子半乳甘露聚糖聚合物的水溶液。任选地,所得到的阳离子半乳甘露聚糖聚合物或衍生的阳离子半乳甘露聚糖聚合物可以干燥形式从溶液中回收。

[0235] 实施例 14-16

[0236] 在含有本发明的低臭味阳离子聚半乳甘露聚糖样品的个人护理组合物中,臭味感觉的降低由以下实施例证实,结果记录在表 3 和表 4 中。制备表 3 中所用的香波配制品的

过程如下：

[0237] 过程：调理香波

[0238] 制备香波配制品，其含有本发明的低分子量阳离子瓜尔胶、未处理的阳离子瓜尔胶，或对照香波，其中用水代替阳离子瓜尔胶溶液。调节阳离子瓜尔胶水溶液的总固体含量，并相应地调节水量。每种配制品制备两个样品，一个样品调节到 pH 5.5-6.0，另一个样品调节到 pH 8.0-8.5。

[0239] 香波配制品

[0240] 实施例	14	15	16
------------	----	----	----

[0241] 部分 A

[0242] 去离子水	65.56	65.56	65.56
-------------	-------	-------	-------

[0243] 羟乙基纤维素 (HEC)	1.04	1.04	1.04
---------------------	------	------	------

[0244] 1.0% NaOH 溶液	适量	适量	适量
---------------------	----	----	----

[0245] 部分 B

[0246] 十二烷基硫酸钠 (SLS)	17.00	17.00	17.00
----------------------	-------	-------	-------

[0247] 聚氧乙烯烷基硫酸钠 (SLES)	13.00	13.00	13.00
-------------------------	-------	-------	-------

[0248] 可可酰氨基丙基甜菜碱 (CAPB)	2.50	2.50	2.50
--------------------------	------	------	------

[0249] DMDM 乙内酰脲	0.50	0.50	0.50
------------------	------	------	------

[0250] 部分 C

[0251] 去离子水	0.40	0.00	0.00
-------------	------	------	------

[0252] 阳离子瓜尔胶 ¹	0.00	0.40	0.00
----------------------------	------	------	------

[0253] 阳离子瓜尔胶 ²	0.00	0.00	0.40
----------------------------	------	------	------

[0254]	100.00	100.00	100.00
--------	--------	--------	--------

[0255] 1. 实施例 2 的聚合物 AquaCat CG-518, 由 Hercules Incorporated 出售

[0256] 2. 实施例 10 的聚合物

[0257] 部分 A- 将去离子水加入混合容器中，混合下加入 HEC，混合物搅拌 10 分钟，以分散。用 1.0% 的 NaOH 溶液将混合物的 pH 调节到 8.0-8.5。然后搅拌混合物 30 分钟，再次调节 pH 到 8.0-8.5，再继续搅拌混合物 30 分钟。

[0258] 部分 B- 混合下按顺序向部分 A 中加入：SLES、CAPB、甲基葡萄糖 20 环氧乙烷、DMDM 乙内酰脲。混合 90 分钟。

[0259] 部分 C- 混合下将 AquaCat 或水加入部分 A 和 B 中，混合 15 分钟。

[0260] pH 5.5-6.0 的香波 X33768-76A-1、-76B-1、-76C-1：用 5.0% 的柠檬酸溶液调节香波 pH 到 5.5-6.0，混合 15 分钟。

[0261] pH 8.0-8.5 的香波 X33768-76A-2、-76B-2、-76C-2：用 1.0% 的 NaOH 溶液调节香波到 pH 8.0-8.5，混合 15 分钟。

[0262]

材料	商标	供应商	
羟乙基纤维素	Natrosol®250HHR-CS	Hercules Inc.	96.45%活性物
聚氧乙烯烷基硫酸钠	Rhodapex® ES-STD	Rhodia	27%活性物(3-EO)
可可酰氨基丙基甜菜碱	Amphosol® CA	Stepan Co.	30%活性物
甲基葡萄糖 20 环氧乙烷	Glucam® E-20	Amerchol Corp.	100%
DMDM 乙内酰脲	Glydant®	Lonza Group	100%活性物
阳离子瓜尔胶溶液	AquaCat® CG-518	Hercules Inc.	10.11%活性物
阳离子瓜尔胶溶液	AquaCat® CG-518		

[0263]

表 3 在酸性和碱性 pH 值时香波配制品的臭味调查对象评价

调查对象 1、2 和 3 对 pH 5.5 和 pH 8.5 时香波的臭味评价											
聚合物	实施例	DS	Mw	聚合物重量%	聚合物中的 TMA /ppm	pH5.5 调查对象 1	pH8.5 调查对象 1	pH5.5 调查对象 2	pH8.5 调查对象 2	pH5.5 调查对象 3	pH8.5 调查对象 3
对照-水	14	---	0	0	0	无	无	无	无	略有-没有令人不快	中度肥皂味-没有令人不快
实施例 10	15	0.2	39,900	0.4%	6.5	无	无	无	无	中度-没有令人不快	中度肥皂味-没有令人不快
实施例 2	16	0.2	41,800	0.4%	64	无	略有鱼腥味	略有中度胺味	较强胺味	中度-没有令人不快	相当大的鱼腥味, 令人不快

[0264] 打开每个样品询问臭味调查对象, 并评价臭味顶空 15 秒。如表 3 结果所示, 如所预料的那样, 在配制成 pH 5.5-6.0 的香波中, 仅有一个调查小组成员在用实施例 2 的未处

理的聚合物配制的香波中检测到略有胺臭味,其测量的 TMA 含量为 64ppm。

[0265] 在配制成 pH 8.0-8.5 的香波中,所有调查小组成员在用实施例 2 的未处理的聚合物配制的香波中都检测到胺、鱼腥或令人不快的臭味,其测量 TMA 含量为 64ppm。在用本发明实施例 10 的聚合物配制的香波中没有调查小组成员检测到胺、鱼腥、或令人不快的臭味,其测量的 TMA 含量为 6.5ppm。

[0266] 实施例 17-19

[0267] 制备身体清洗配制品,其含有本发明的低分子量阳离子瓜尔胶、未处理的阳离子瓜尔胶,或对照配制品,其中用水代替阳离子瓜尔胶溶液。调节阳离子瓜尔胶的水溶液的总固体含量,并相应调节加入的水。每种配制品制备两个样品,一个样品调节到 pH 5.5-6.0,另一个样品调节到 pH 8.0-8.5。过程和身体清洗配制品如下:

[0268] 过程:pH 5.5-6.0 的身体清洗剂

[0269] 制备大批量身体清洗配制品,其中保持 5.0% 的水量,以便能够加入各种阳离子瓜尔胶聚合物溶液。通过将 5.0ppw(重量份)的阳离子瓜尔胶水溶液加入 95ppw 的身体清洗剂原料溶液中来制备含有 0.40% 活性阳离子瓜尔胶的身体清洗剂。制备三种身体清洗配制品:含有实施例 2 的未经处理的低 Mw 阳离子瓜尔胶、含有本发明实施例 10 的处理过的阳离子瓜尔胶聚合物、或其中用水代替阳离子瓜尔胶溶液的对照身体清洗剂。调节聚合物的总固体含量,并相应地调节加入的水。每种配制品制备两个样品,一个样品调节到 pH 5.5-6.0,另一个样品调节到 pH 8.0-8.5。

[0270] 身体清洗剂原料溶液:

[0271] 部分 A

[0272] 去离子水 47.96

[0273] 羟乙基纤维素 (HEC) 1.04

[0274] 1.0% 的 NaOH 溶液 适量

[0275] 部分 B

[0276] 聚氧乙烯烷基硫酸钠 (SLES) 42.00

[0277] 可可酰氨基丙基甜菜碱 (CAPB) 3.00

[0278] 甲基葡萄糖 20 环氧乙烷 0.50

[0279] DMDM 乙内酰脲 0.50

[0280] 90.00

[0281] 部分 A- 将去离子水加入混合容器中,混合下加入 HEC,混合物搅拌 10 分钟,以分散。用 1.0% 的 NaOH 溶液将混合物的 pH 调节到 8.0-8.5。然后搅拌混合物 30 分钟;再次调节 pH 到 8.0-8.5,并继续混合混合物 30 分钟。

[0282] 部分 B- 混合下按顺序向部分 A 中加入:SLES、CAPB、甲基葡萄糖 20 环氧乙烷、DMDM 乙内酰脲。混合 90 分钟。

[0283] 实施例 17、18、19 的 pH 5.5-6.0 的身体清洗剂

[0284] 原料溶液 95.00

[0285] 阳离子瓜尔胶溶液 5.00

[0286] 去离子水 适量

[0287] 5.0% 柠檬酸溶液 适量

[0288] 100.00

[0289] 混合下将阳离子瓜尔胶溶液和 / 或水加入身体清洗剂原料溶液中,混合 15 分钟。
用 5.0% 柠檬酸将样品调节到 pH 5.5-6.0,再混合 15 分钟。

[0290] 实施例 17、18 和 19 的 pH 8.0-8.5 的身体清洗剂

[0291] 原料溶液 95.00

[0292] 阳离子瓜尔胶溶液 5.00

[0293] 去离子水 适量

[0294] 1.0% NaOH 溶液 适量

[0295] 100.00

[0296] 在混合下将阳离子瓜尔胶溶液和 / 或水加入身体清洗剂原料溶液中,混合 15 分钟。用 1.0% 的 NaOH 溶液将样品调节到 pH 8.0-8.5,再混合 15 分钟。

[0297]

表 4 在酸性和碱性 pH 值时身体清洗配制品的臭味调查对象评价

调查对象 1、2 和 3 对 pH 5.5 和 pH 8.5 时身体清洗配制品的臭味评价										
聚合物	实施例	DS	Mw	聚合物重量%	聚合物中的 TMA /ppm	pH5.5 调查对象 1	pH8.5 调查对象 1	pH5.5 调查对象 2	pH8.5 调查对象 2	pH5.5 调查对象 3
对照-水	17	---	---	0	0	无	无	无	无	略有肥皂味, 没有令人不快
实施例 10	18	0.2	39,900	0.4%	6.5	无	无	无	痕量胺味	中度肥皂味-没有令人不快
实施例 2	19	0.2	41,800	0.4%	64	无	略有鱼腥味	无	略有胺味	相当大的胺味, 令人不快

[0298] 打开每个样品询问臭味调查对象, 并评价臭味顶空 15 秒。如表 4 结果所示, 如所预料的那样, 在配制成 pH 5.5-6.0 的身体清洗剂中, 没有调查小组成员检测到胺、鱼腥或

令人不快的臭味,即使是在用实施例 2 的未经处理的聚合物配制的身体清洗剂的实施例 19 中,其测量的 TMA 含量为 64ppm。

[0299] 在配制成 pH 8.0-8.5 的身体清洗剂中,所有调查小组成员都在用实施例 2 的未经处理的聚合物配制的身体清洗剂的实施例 19 中检测到胺、鱼腥或令人不快的臭味,其测量的 TMA 含量为 64ppm。仅有一个调查小组成员在用本发明实施例 10 的聚合物配制的身体清洗剂的实施例 18 中检测到胺、鱼腥或令人不快的臭味,其测量的 TMA 含量为 6.5ppm。

[0300] 结合表 3 和表 4 的结果证实,在碱性 pH 值时含有本发明实施例 10 的处理过的聚合物的个人护理配制品中,其臭味比含有实施例 2 的未处理聚合物的个人护理产品明显下降。

[0301] 具有减小臭味的本发明低分子量阳离子瓜尔胶聚合物样品在配制成碱性 pH 值的香波配制品、身体清洗配制品和其它个人护理产品中臭味也会减小。在配制成碱性 pH 值的家用产品和宠物护理产品中预期这些减小了臭味产品具有同样的减小了臭味的性能。

[0302] 尽管本发明已根据具体实施方案进行了描述,但是应理解的是本发明并不限于此,在不背离本发明精神和范围的情况下可以进行许多改变和改进。