



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105636574 B

(45)授权公告日 2019.02.15

(21)申请号 201480043465.3

(22)申请日 2014.07.22

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105636574 A

(43)申请公布日 2016.06.01

(30)优先权数据
61/861001 2013.08.01 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.02.01

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2014/065707 2014.07.22

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/014667 EN 2015.02.05

(73)专利权人 荷兰联合利华有限公司
地址 荷兰鹿特丹

(72)发明人 曹盛樑

(74)专利代理机构 北京市金杜律师事务所
11256

代理人 陈文平

(51)Int.Cl.
A61K 8/44(2006.01)
A61K 8/46(2006.01)
A61Q 19/00(2006.01)
A61K 8/92(2006.01)
A61K 8/02(2006.01)
A61K 8/04(2006.01)
A61K 8/06(2006.01)

(56)对比文件
US 4093745 A,1978.06.06,
US 4026825 A,1977.05.31,
JP 2010195694 A,2010.09.09,
CN 1258498 A,2000.07.05,

审查员 周倩

权利要求书1页 说明书13页

(54)发明名称

包含连续油相的可发泡的个人护理组合物

(57)摘要

可发泡的个人护理组合物,其包含连续的油相,所述油相包含至少一种载体油和固体清洁表面活性剂的分散的聚集颗粒,其中水(如果存在)按重量计不超过所述组合物的5%。

1. 可发泡的流体个人护理组合物,其包含连续油相,所述油相包含至少一种载体油和固体清洁表面活性剂的分散的聚集颗粒,其中所述组合物包含:

i. 基于所述组合物的总重量的按重量计35-90%的载体油,其中所述载体油是包含烃油的载体油;

ii. 基于所述组合物的总重量的按重量计10-65%的固体清洁表面活性剂,其中所述固体表面活性剂以具有0.5-200 μm 的尺寸的颗粒形式存在,其中至少50%的所述颗粒具有小于200 μm 的尺寸并且至少30%的所述颗粒具有小于150 μm 的尺寸;和

iii. 基于所述组合物的总重量的按重量计最多5%的水,其中上述成分的重量百分比之和等于或小于100%;并且

其中所述固体表面活性剂的至少一部分是预聚集的颗粒的形式,或者所述固体表面活性剂是被原位聚集的。

2. 根据权利要求1的组合物,其中水以基于所述组合物的总重量的按重量计0.2-4%的量存在。

3. 根据权利要求1的组合物,其中所述载体油包含按重量计至少95%的非挥发性油。

4. 根据权利要求1的组合物,其中所述载体油以基于所述组合物的总重量的按重量计40-80%的量存在。

5. 根据权利要求1的组合物,其中所述固体表面活性剂以基于所述组合物的总重量的按重量计35-60%的量存在。

6. 根据权利要求1的组合物,其具有在0.01rps和23 $^{\circ}\text{C}$ 下的300-50,000 $\text{kgm}^{-1}\text{s}^{-1}$ 的粘度。

7. 根据权利要求1的组合物,其中水以基于所述组合物的总重量的按重量计0.5%-3%的量存在。

8. 用于制备如权利要求1所述的组合物的方法,其中用所述载体油来分散所述固体表面活性剂,并在剪切下混合,根据需要加入水,以实现颗粒聚集。

9. 如权利要求8所述的方法,其中所述固体表面活性剂和载体油是在剪切下在20-25 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下混合。

包含连续油相的可发泡的个人护理组合物

发明领域

[0001] 本发明涉及可发泡的个人护理组合物,包括,例如,清洁组合物、卸妆剂(make-up remover)、剃须组合物和其他用于皮肤和/或毛发处理的泡沫脱去性(lather-off)组合物,这样的组合物包含通过分散的固体表面活性剂颗粒的聚集体稳定化的连续油相。

[0002] 发明背景

[0003] 许多可发泡的个人护理组合物是基于水的流体,其包含一种或多种固体清洁表面活性剂。所述组合物,通常为水包油乳剂,一般要求采用一个或多个其中将含表面活性剂的水相加热到50-90℃的级别的温度的加热步骤、随后冷却并随后与油相和其他组合物成分(例如,挥发性物质)组合的生产技术。加热和随后的冷却可能增加生产成本和设备的需求。这样的需求也可成为在生产过程中时间限制的步骤。此外,通过常规的基于水的洗涤剂生成浓缩物可能是有问题的,因为水在浓缩物中的量的减少可能产生趋于形成凝胶的产品,并且其结果是,太粘稠以至不能容易地被施用或稀释。

[0004] 在一个或多个前述的领域(即,加工、浓缩物的形成,等等)中,具有连续油相的流体组合物赋予优于常规的基于水的组合物的潜在优势。

[0005] 已经提出某些基于油的个人护理组合物:

[0006] Zabotto等人的US 4,673,526描述了含有油相、乳化剂和颗粒状水溶性聚合物磨料颗粒的无水皮肤清洁组合物。

[0007] Kalidini的US 8,063,005公开了据称具有同时的去角质、清洁和保湿性能的个人护理制剂,所述制剂包含油相和源自豆类和/或谷物的天然表面活性剂。

[0008] Stork等人的US 6,620,773公开了发泡的油配制剂,其包含含有油和特定的表面活性剂的混合物的透明单相发泡油制剂。

[0009] Gerber等人的US 5,653,988公开了含有按重量计多至55%的脂肪醇硫酸盐的酰胺或脂肪醇醚硫酸盐的酰胺的基本上无水的透明沐浴油组合物。

[0010] Santora等人的US 6,524,594公开了胶凝的油皮肤清洁组合物,其包含基于所述组合物的总重量的3-10%的选自糊精肉豆蔻酸酯或由二嵌段或三嵌段共聚物组成的至少两种不同的聚合物的共混物的胶凝剂。该专利还公开了该胶凝的组合物是“基本上不含水的”,其中这被理解是指所述胶凝的组合物含有基于该胶凝的组合物总重量的不多于约5%的水,优选包含不多于约3%的水。

[0011] Soliman等人的US 2005/0158351A1公开了无水剥脱性发泡清洁剂,其含有(1)5-40wt.%的平均粒度为50-1200微米的大剥脱性颗粒,以作为针对皮肤的擦洗剂(scrubbing agent);(2)0.5-15wt.%的阴离子表面活性剂;(3)润肤剂油和至少一种用于相稳定性的油胶凝剂。这样的胶凝剂的实例是二氧化硅、粘土和有机改性的粘土及其混合物。

[0012] 尽管如此,配制具有所需的相稳定性的连续油相组合物一直是个问题。当作为油基组合物的分散相存在时,固体表面活性剂颗粒倾向于随着时间的推移分离,形成可在在组合物的底部处的颗粒的致密层和顶部的油层。在较大和/或较重的颗粒(即,具有大于50 μ m的重均粒度的颗粒)的情况下向颗粒分离的趋势增大。稳定化的常规路线,例如,加入粘度

改进剂和增稠剂,可在使用时干扰表面活性剂释放,阻碍泡沫的形成和起泡。

[0013] 仍然需要可以在最大限度地减少需要使用加热和冷却的条件下生产,并且如果需要的话,可以在宽范围的固体清洁表面活性剂的浓度下(例如基于组合物的总重量的按重量计高达65%,更具体地按重量计20-60%)配制的可发泡的个人护理组合物,特别是流体组合物。仍然还需要具有连续的油相的个人护理组合物,更特别地,仍然还需要当发泡时具有良好的起泡性能的储存稳定的组合物。

[0014] 发明概述

[0015] 现已发现,包含连续油相的可发泡的流体组合物(固体清洁表面活性剂的聚集体被分散在所述油相中)提供赋予个人护理组合物便利的制备,特别是,在赋予良好的相稳定性的组合物中实现(如果需要的话)相对高的表面活性剂的负载量的能力的产品形式,也就是说,所述组合物的结构较不容易塌缩,并且所述固体清洁表面活性剂较不容易沉降。还已经发现,稳定化可以通过使用预聚集的固体表面活性剂颗粒和/或通过添加少量的水(更特别地,基于所述组合物的总重量的按重量计0.05-5wt.%,更特别地按重量计0.1%-5wt.%,甚至更特别地按重量计0.2-4wt.%)原位聚集的固体表面活性剂颗粒来实现。在特别令人感兴趣的一个或多个实施方案中,本主题颗粒通过添加基于所述组合物的总重量的按重量计0.2-3%的量的水原位聚集。

[0016] 不希望受理论束缚,据信,聚集的表面活性剂颗粒在油相中形成疏松的稳定化结构。除了改善存储稳定性之外,这种疏松的结构还在使用时提供了理想的表面活性剂释放。进而,该表面活性剂释放特性帮助产生乳脂状的厚泡沫。

[0017] 根据本主题发明,提供了可发泡的流体个人护理组合物,其包含连续的油相,所述油相包含至少一种载体油和固体清洁表面活性剂的分散的聚集颗粒,其中所述组合物包含:

[0018] i. 按重量计35-90%、优选按重量计40-80%的载体油;

[0019] ii. 按重量计10-65%、优选按重量计20-60%的固体清洁表面活性剂;和

[0020] iii. 按重量计多至5%、优选按重量计多至4%、更优选按重量计多至3%的水。

[0021] 在使用时,用水稀释所述组合物,溶解和释放所述表面活性剂并产生泡沫。

[0022] 详细描述

[0023] 如本文所用,术语“流体”是指在1个大气压和23°C下、在0.01rps(倒易秒)和23°C下具有 $300-50,000\text{kgm}^{-1}\text{s}^{-1}$ (即Pa.s)的粘度的组合物。归因于它被稳定化的方式,所述油连续的组合物表现出剪切稀化流变性,即粘度随着剪切速率增加而降低。本发明的组合物在0.01rps和23°C下通常具有为它们在1rps和23°C下的粘度至少10倍的粘度。在一个或多个优选的实施方案中,所述组合物在1rps和23°C下的粘度为 $10-500\text{kgm}^{-1}\text{s}^{-1}$ 。可以方便地使用来自Texas Instruments的标准AR-G2应力控制流变仪(或等同物)并遵循随后的实施例中所述的粘度测量程序来测量粘度。令人感兴趣的粘度范围涵盖了宽范围的可倾倒的和/或可泵送的组合物,包括液体、糊剂(paste)和霜剂(cream)。

[0024] 本主题组合物的油相包含一种或多种化妆品可接受的载体油。其中适合在本文中使用的载体油是在1个大气压的压力和25°C下是液体的天然油和合成油。在这样的油中包括烃油、醚油、酯油、脂肪醇和硅油。其中合适的烃油是直链、支链和环状油,其非限制性实例包括,例如,液体石蜡、角鲨烯、角鲨烷、矿物油、低粘度合成烃,例如,由ExxonMobil以

PureSyn™ POA的商标名销售的聚 α -烯烃、聚丁烯,包括可从INEOS以PANALANE®或INDOPOLE®的商标名获得的油和二乙基己基环己烷。轻质(低粘度)高度支化的烃油也是合适的。

[0025] 其中合适的酯油是,例如单-和多官能酯,如辛酸鲸蜡酯、异壬酸辛酯、乳酸肉豆蔻酯、乳酸鲸蜡酯、己酸鲸蜡基乙酯、肉豆蔻酸异丙酯、肉豆蔻酸肉豆蔻酯、棕榈酸异丙酯、己二酸异丙酯、己二酸二异丙酯、异硬脂酸异丙酯、硬脂酸丁酯、油酸癸酯、油酸异癸酯、单硬脂酸甘油酯、二硬脂酸甘油酯、乙二醇三硬脂酸酯和三异辛酸甘油酯(glyceryl tri(2-ethylhexanoate));以及改性的酯油,例如,烷氧基化的酯,包括,例如PPG-3-苄基醚肉豆蔻酸酯等。其他合适的酯油是甘油三酯和改性的甘油三酯。这些包括植物油,例如,霍霍巴油、红花油、葵花籽油、棕榈仁油、大豆油、蓖麻油、椰子油、橄榄油、稻米胚芽油、甜杏仁油、油菜籽油、小麦胚芽油和葡萄籽油等。也可使用合成的甘油三酯。其中,所述改性甘油三酯是诸如乙氧基化的和马来化的甘油三酯油的材料。在所述甘油三酯油当中,特别令人感兴趣的物料包括C₈-C₁₈,特别是C₈-C₁₂脂肪酸甘油三酯。也可以在本文中使用的专用的酯共混物诸如由Finetex以商标名Finsolv®销售的那些。另一类合适的酯是由二羧酸和二醇反应形成的液体聚酯,包括例如,由ExxonMobil以商标名PureSyn™ Ester销售的聚酯。

[0026] 适用于本文中的醚油包括,例如,一元醇(所述一元醇通常含有3-20个碳)的聚二醇(尤其是来自聚丙二醇(PPG),后者优选含有至少3个单体,例如3-20个)。随着PPG的分子量的增加,所述一元醇的链长可减小。例如,合适的醚油可以在具有长链脂肪醇的低分子量PPG(这样的油的实例是PPG-3肉豆蔻醚)和较高分子量PPG的低级烷基醚(这样的油的这种实例是PPG-14丁醚)之间变化。

[0027] 适用于本文中的醇包括,例如,油醇、异硬脂醇、己基癸醇、2-辛基十二烷醇(Eutanol® G)等。

[0028] 其中,所述合适的硅油是直链和环状聚二甲基硅氧烷,和有机官能(烷基和烷基芳基)的聚硅氧烷,以及羟基聚硅氧烷和氨基聚硅氧烷。

[0029] 所述载体油可以单独使用或以来自相同或不同类别的两种或更多种的组合形式使用。作为载体油特别令人感兴趣的是烃油(尤其是矿物油)、甘油三酯油和硅油。

[0030] 在一个或多个实施方案中,所有的或基本上所有的载体油,即所述载体油的按重量计多达90%、优选按重量计多达95%、更优选按重量计多达97%是非挥发性的。优选地,所述非挥发性载体油具有在23℃下小于0.5mmHg的蒸气压。从材料处理的角度来看,所述非挥发性油优选具有超过100℃、更优选超过150℃的沸点。

[0031] 在其他实施方案中,预期的是所述载体油的多达30wt.%、更特别多达15%是挥发性油。采用挥发性载体油替换所述非挥发性载体油的一部分可以提供某些感官优势。

[0032] 在主题组合物中,载体油以基于所述组合物的总重量的按重量计35-90%、优选按重量计40-80%的量存在。在至少一个特别令人感兴趣的实施方案中,总的载体油的按重量计50-100%、更特别按重量计70-100%、甚至更特别按重量计90-100%是通过一种或多种非挥发性油提供,所述非挥发性油优选选自烃油、甘油三酯油和硅油。在使用时,所述载体油有助于赋予光滑和保湿的肤感。

[0033] 如本文所用的,对“载体油”的提及不包括香料和一类通常被称为精油的源自植物的材料。

[0034] 所述固体清洁表面活性剂是合成的洗涤表面活性剂,即,具有高于25℃、优选高于

35℃、更优选高于40℃的熔点的合成洗涤剂。在一个或多个实施方案中,具有高于50℃的熔点的清洁表面活性剂是特别意在的。通常,所述固体清洁表面活性剂包括选自阴离子表面活性剂、两性离子表面活性剂、两性表面活性剂及其混合物中的一种或多种表面活性剂。

[0035] 在随后的表面活性剂描述中,碳含量应被理解为通过词语“约”修饰。

[0036] 所述阴离子表面活性剂可以是,例如脂族磺酸盐,例如伯烷烃(例如C₈-C₂₂)磺酸盐、伯烷烃(例如C₈-C₂₂)二磺酸盐、C₈-C₂₂烯烃磺酸盐、C₈-C₂₂羟基烷烃磺酸盐或烷基甘油基醚磺酸盐(AGES);或芳族磺酸盐,例如烷基苯磺酸盐。所述阴离子表面活性剂还可以是烷基硫酸盐(例如C₈-C₂₂烷基硫酸盐)或烷基醚硫酸盐(包括烷基甘油基醚硫酸盐)。其中,所述烷基醚硫酸盐是具有下式的那些:

[0037] $RO(CH_2CH_2O)_nSO_3M$

[0038] 其中R是具有8-22个碳原子、优选8-18个碳原子、更优选12-18个碳原子的烷基或烯基;n具有大于1.0、优选2-3的平均值;并且M是增溶阳离子,例如钠、钾、铵或取代的铵。月桂醚硫酸铵和月桂醚硫酸钠是优选的。所述阴离子表面活性剂还可以是烷基磺基琥珀酸盐(包括单-和二-烷基(例如C₈-C₂₂)磺基琥珀酸盐);烷基牛磺酸盐和酰基牛磺酸盐,烷基肌氨酸盐和酰基肌氨酸盐,磺基乙酸盐,C₈-C₂₂烷基磷酸盐和磷酸盐,烷基磷酸酯和烷氧基烷基磷酸酯,酰基乳酸盐,C₈-C₂₂单烷基琥珀酸盐和马来酸盐,磺基乙酸盐,酰基羟乙磺酸盐和酰基甘氨酸盐。

[0039] 磺基琥珀酸盐可以是具有下式的单烷基磺基琥珀酸盐:

[0040] $R^1O_2CCH_2(SO_3M)CO_2M$;

[0041] 和具有下式的酰氨基-MEA磺基琥珀酸盐:

[0042] $R^1CONHCH_2CH_2O_2CCH_2CH(SO_3M)CO_2M$;

[0043] 其中,在这样的式中,R¹为C₈-C₂₂烷基并且M是如上所述的增溶阳离子;或具有下式的酰氨基-MIPA磺基琥珀酸盐:

[0044] $RCONH(CH_2)CH(CH_3)(SO_3M)CO_2M$

[0045] 其中R和M如上所述。

[0046] 还包括烷氧基化的柠檬酸酯磺基琥珀酸盐;和诸如以下的烷氧基化的磺基琥珀酸盐:

[0047] $R-O-(CH_2CH_2O)_m-C(O)-CH_2CH(SO_3M)CO_2M$

[0048] 其中m = 1-20;且R和M如上所述。

[0049] 肌氨酸盐通常以式R²CON(CH₃)CH₂CO₂M表示,其中R²为C₈-C₂₀烷基,并且M为增溶阳离子。

[0050] 牛磺酸盐通常由下式识别:

[0051] $R^2CONR^3CH_2CH_2SO_3M$

[0052] 其中R²如上所述,R³为C₁-C₄烷基,并且M为增溶阳离子。

[0053] 另一类阴离子表面活性剂是诸如以下的羧酸盐:

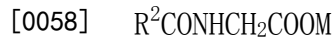
[0054] $R^2(CH_2CH_2O)_pM$

[0055] 其中R²如上所述,p是0-20,并且M为增溶阳离子。又一种可以使用的羧酸盐是例如可从Seppic以商标Monteine[®]获得的酰氨基烷基多肽羧酸盐。

[0056] 可用于本文中的又一类表面活性剂是酰基羟乙磺酸盐,特别是C₆-C₂₂酰基羟乙磺

酸盐。这些酯通常通过碱金属羟乙磺酸盐与具有6-22个碳原子和小于20的碘值的混合的脂族脂肪酸反应来制备,优选所述混合的脂肪酸的至少75%具有12-18个碳原子。所述酰基羟乙磺酸盐可以是烷氧基化的羟乙磺酸盐,例如在Iardi等人的美国专利第5,393,466号中描述的,通过引用将其并入本文。

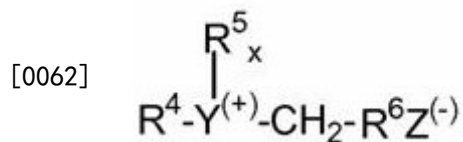
[0057] 酰基甘氨酸盐代表着又一类合适的阴离子表面活性剂。所述酰基甘氨酸盐通常通过下式表示:



[0059] 其中R²和M如上所述。合适的酰基甘氨酸盐包括,例如椰油酰基甘氨酸钠、硬脂酰基甘氨酸钠、月桂酰基甘氨酸钠、月桂酰基肌氨酸钠和椰油基甘氨酸钾。

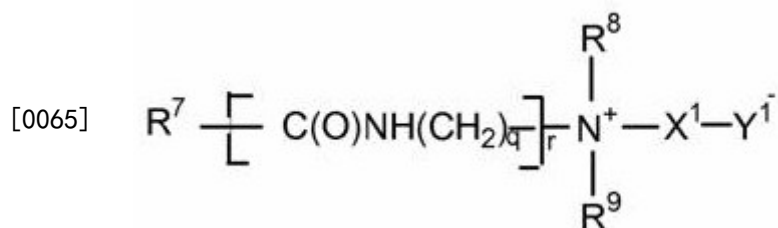
[0060] 整体而言,所述阴离子组分将占总的固体清洁表面活性剂的按重量计0-100%,优选按重量计30-100%,最优选按重量计40-90%或更高。

[0061] 两性离子表面活性剂通过可被广泛地描述为脂族季铵、磷和铈化合物的衍生物的那些来例示,其中脂族基团可以是直链或支链,并且其中脂族取代基之一具有8-22个碳原子并且之一含有阴离子基团,例如,羧酸根(carboxy)、磺酸根、硫酸根、磷酸根或膦酸根。对于许多这些化合物而言的通式是:



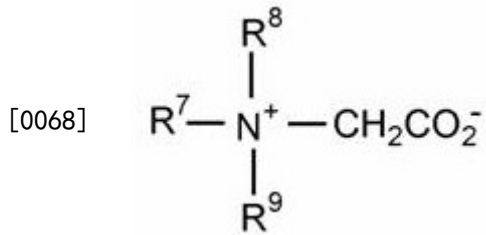
[0063] 其中R⁴含有具有8-22个碳原子的烷基、烯基或羟基烷基、0至约10个环氧乙烷部分和0至约1个甘油基部分;Y选自氮、硫和磷原子;R⁵是具有1-3个碳原子的烷基或单羟基烷基;当Y是硫原子时x是1,并且当Y是氮或磷原子时x是2;R⁶是具有1-4个碳原子的亚烷基或羟基亚烷基,并且Z是选自自由羧酸根、磺酸根、硫酸根、膦酸根和磷酸根基团的基团。

[0064] 可以在本发明中使用的两性洗涤剂包含至少一个酸基团。这可以是羧酸或磺酸基团。它们包含季氮并且因此是季酰胺。它们通常应包含具有7-18个碳原子的烷基或烯基。它们通常将符合以下总体结构式:

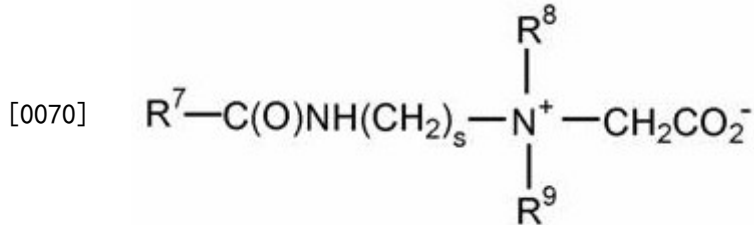


[0066] 其中R⁷是具有7-18个碳原子的烷基或烯基;R⁸和R⁹各自独立地为具有1-3个碳原子的烷基、羟基烷基或羧基烷基;q是2-4;r是0-1;X¹是任选被羟基取代的具有1-3个碳原子的亚烷基,并且Y¹是--CO₂--或--SO₃--。

[0067] 在上述通式范围内的合适的两性洗涤剂包括具有下式的简单甜菜碱:

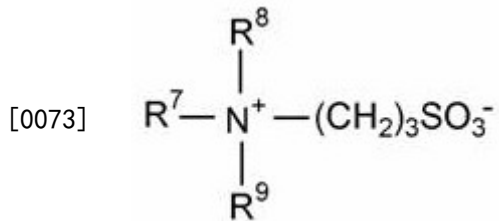


[0069] 和具有下式的酰氨基甜菜碱：

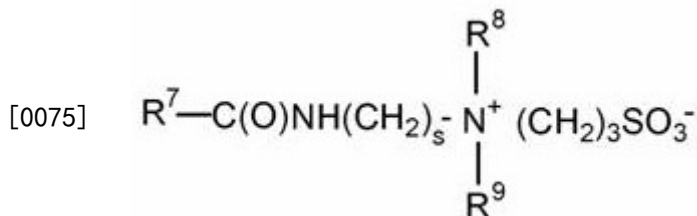


[0071] 其中s是2或3。在这两个式中， R^7 、 R^8 和 R^9 如前所述， R^7 可特别是源自椰子的烷基的混合物，使得所述基团 R^7 的至少一半、优选至少四分之三具有10-14个碳原子。优选地， R^8 和 R^9 是甲基。

[0072] 另一种可能性是所述两性洗涤剂是具有下式的磺基甜菜碱：



[0074] 或



[0076] 其中s如前所述，并且优选是2，或其中 $-(\text{CH}_2)_3\text{SO}_3^-$ 被 $-\text{CH}_2\text{C}(\text{OH})\text{HCH}_2\text{SO}_3^-$ 替换的这些的变体。在这些式中， R^7 、 R^8 和 R^9 如前所论述的。两性乙酸盐和双两性乙酸盐(diamphoacetate)也意欲涵盖在可以使用的可能的两性离子和/或两性化合物中。

[0077] 两性离子表面活性剂和两性表面活性剂可一起占总的固体清洁表面活性剂的按重量计0-100%，且当存在时，将优选占总的固体清洁表面活性剂的按重量计10-60%。在一个或多个优选实施方案中，阴离子表面活性剂和两性表面活性剂一起占总的固体清洁表面活性剂的按重量计80-100%，更特别地90-100%。

[0078] 所述组合物可任选地，但较不常见地，包含其他类型的固体清洁表面活性剂，例如，非离子表面活性剂和阳离子表面活性剂。如果存在，则其总量通常为总的固体清洁表面活性剂的按重量计0.1-40%，且更特别地按重量计0.5-10%。

[0079] 在一个或多个实施方案中，具有相对高水平(例如基于所述组合物的总重量的按

重量计35-65%，且更特别地按重量计40-60%)的固体清洁表面活性剂的组合物是令人感兴趣的。在至少一个实施方案中，所述组合物包含基于所述组合物的总重量的按重量计35-55%的固体清洁表面活性剂。

[0080] 所述固体清洁表面活性剂以分散的颗粒形式存在于本主题组合物中。如本文所用，所有对固体清洁表面活性剂颗粒的“尺寸”和“尺寸分布”的提及是针对作为初级颗粒(primary particle)的颗粒；其中所述颗粒是聚集形式，这些参数是参照组成所述聚集体的颗粒给出的，而不是参照由所述颗粒组成的聚集体。优选地，所述固体清洁表面活性剂颗粒的尺寸在0.5-2000 μm 的范围内，进一步优选的是所述颗粒的按重量计至少50%、优选按重量计至少60%、更优选按重量计至少65%小于200 μm 的尺寸，并且所述颗粒的按重量计至少30%、优选按重量计至少40%、更优选按重量计至少50%小于150 μm 的尺寸。优选地，所述固体表面活性剂颗粒的按重量计不多于45%，更优选按重量计不多于30%大于500 μm 的尺寸。当提及颗粒时，尺寸指的是为初级颗粒形式的该颗粒的最大直径。

[0081] 除了影响产品稳定性、粘度和外观之外，所述固体清洁表面活性剂颗粒的尺寸和尺寸分布也可以影响使用时的性能，例如起泡速度和产品“感觉”。在至少一个实施方案中，理想的特性的组合通过具有其中所述颗粒的按重量计至少40%、优选按重量计至少60%、最优选按重量计至少80%具有1-200微米的粒度并且所述颗粒的按重量计小于20%、优选按重量计小于15%、最优选按重量计小于10%具有大于500微米的粒度的尺寸分布的固体清洁表面活性剂的颗粒提供，其中这样的颗粒的最大尺寸优选不大于2000微米，并且更优选不大于1000微米。在一个或多个实施方案中，所述固体清洁表面活性剂的颗粒的按重量计不多于30%、优选按重量计不多于15%是尺寸大于300微米的颗粒。

[0082] 大于200微米的粒度可以被认为是“砂砾质的(gritty)”；相应地，在一个或多个实施方案中，优选的是，固体表面活性剂范围的颗粒的按重量计至少95%、更优选按重量计至少97%、甚至更优选按重量计至少99%具有不大于200微米的尺寸。相对地，粒度小于5微米可能需要专门的处理。在一个或多个实施方案中，优选的是，所述固体清洁表面活性剂颗粒的按重量计至少97%、更优选按重量计至少99%、甚至更优选基本全部都具有5-200 μm 、更特别5-150微米、甚至更特别10-120微米的尺寸。在本主题组合物中，所述固体清洁表面活性剂的聚集导致疏松的网络结构的形成，其中，所述初级表面活性剂颗粒形成通常包含2至20个颗粒的量级的聚集体或簇。

[0083] 适用于本文中的所述固体清洁表面活性剂可以以自由流动的粉末、薄片、颗粒物的形式或以所述固体表面活性剂颗粒在载体油中的预分散体的形式供应。为了最小化与使用细粉末(特别是以大的生产规模)相关的处理问题，特别希望的是以固体表面活性剂在载体油中的预分散体的形式使用该粉末，其优选具有如上所述的粒度/尺寸分布。得到的作为颗粒物或薄片的固体清洁表面活性剂优选与载体油预先混合、然后高剪切混合，以将所述固体颗粒物或薄片碾磨或研磨成所希望的尺寸/尺寸分布。

[0084] 所述载体油和固体清洁表面活性剂一起优选占本主题组合物的按重量计60-100%，更特别地按重量计75-98%。

[0085] 固体清洁表面活性剂的初级颗粒可以以预聚集状态使用或可原位聚集。制备预聚集的表面活性剂颗粒的一种方式是使用其中将水性表面活性剂溶液被喷射和雾化成微米尺寸的液滴到热空气干燥室中、其中水被相对快速地蒸发以形成自由流动的颗粒的生产技

术。由于水分的存在,这些干燥的表面活性剂颗粒倾向于粘在一起,从而形成聚集体。预形成的聚集的表面活性剂颗粒是市售的,并且包括,例如可从Ajinomoto以商标名Amilite[®]GCS-11获得的N-椰油酰基甘氨酸钠粉末和可从Degussa以商标名Tego[®]Betaine CKD获得的椰油酰胺基丙基甜菜碱粉末。

[0086] 所述固体表面活性剂的初级颗粒的聚集也可以通过加入少量的水原位实现,即,优选基于所述组合物的总重量的按重量计0.05-5%、更优选按重量计0.1-4%、甚至更优选按重量计0.2-3%。过量的水可导致成块的和/或具有不希望的高粘度的产品。在一个或多个实施方案中,优选的是,水以基于所述组合物的总重量的按重量计小于5%、并且更特别地按重量计小于4%的量存在。相对地,不足的水可能无法提供期望的聚集。在特别令人感兴趣的一个或多个实施方案中,水以基于所述组合物的总重量的按重量计0.5-3%的量存在。在的其他实施方案中,本发明的组合物包含按重量计0.2-2%的水。

[0087] 在一个或多个实施方案中,水溶性聚合物是高度优选包含在本发明的组合物中的任选成分。水溶性聚合物通常在水中具有至少1%的25℃下的溶解度。这些聚合物可以是阳离子、阴离子、两性或/或非离子类型。已知它们提升使用时和使用后的皮肤/毛发感官感觉,并提升泡沫乳脂感(creaminess)、泡沫润滑性和泡沫稳定性。还已知水溶性阳离子聚合物提升油沉积。为了提供来自所述组合物的增强的使用时和使用后的益处,与水接触时容易溶解的聚合物对于本发明的油连续的组合物而言是特别有用的。

[0088] 所述水溶性聚合物(当存在时)的量通常是基于所述组合物的总重量的按重量计0.005-5%,更特别地按重量计0.01-3%。所述聚合物可以以细粉末形式或施以符合上面提到的总的水含量参数以水溶液形式加入到本发明的组合物中。所述水溶性聚合物通常具有相对高的分子量。

[0089] 聚合物材料(诸如水溶性聚合物)的平均分子量可通过各种不同的程序中的任一种来确定,视聚合物的具体类型而定。例如,流变性测量可用于获得粘均分子量并且凝胶渗透色谱法或光散射法可用于获得数均分子量。由这样的聚合物的供应商报告的平均分子量通常高于10,000道尔顿,并且经常为至少50,000道尔顿,并且更特别地,至少100,000道尔顿,其中用于测量它们的方式和报道平均分子量所依据的基础(例如,数均分子量,粘均分子量,或重均分子量)经历变化。通常,令人感兴趣的聚合物具有至少50,000道尔顿、并且更特别地至少100,000道尔顿、并且经常小于5,000,000道尔顿的数均分子量。

[0090] 水溶性聚合物的实例包括高分子量聚乙二醇,例如Polyox[®]WSR-205(PEG 14M), Polyox[®]WSR-N-60K(PEG 45M),和Polyox[®]WSR-301(PEG 90M);碳水化合物胶(carbohydrate gums),例如纤维素胶,羟乙基纤维素,羟丙基纤维素,羧甲基纤维素钠,甲基纤维素,乙基纤维素,瓜尔胶,刺梧桐树胶,黄蓍胶,阿拉伯胶(gum arabic),金合欢胶(gum acacia),琼脂胶,和黄原胶;改性的淀粉颗粒体和预胶化的冷水可溶性淀粉;阳离子聚合物,例如改性的多糖,包括可从Rhodia以商标名Jaguar[®]获得的阳离子瓜尔胶(cationic guar);阳离子改性的纤维素,例如来自Amerchol的UCARE Polymer JR 30或JR 40;来自Hercules的N-Hance[®] 3000,N-Hance[®] 3196,N-Hance[®] GPX 215或N-Hance[®] GPX 196;合成的阳离子聚合物,例如由Nalco销售的Merquat[®] 100,Merquat[®] 280,Merquat[®] 281和Merquat[®] 550。所述水溶性聚合物可以单独使用或以来自相同或不同类别的两种或更多种聚合物的组合的形式使用。高分子量聚乙二醇Polyox[®] WSR-301(PEG 90M)和Polyox[®] WSR-N-60K(PEG 45M)和

瓜尔胶衍生物诸如Jaguar[®] S、Jaguar[®] C17和Jaguar[®] C13以及合成的阳离子聚合物诸如Merquat[®] 100是特别理想的。

[0091] 任选地,本发明的组合物可以进一步包含一种或多种附加成分。这样的附加成分的非限制性的实例是,例如着色剂、颜料、遮光剂、香料(包封的或作为游离香料存在的)、情绪油(emotive oil)、维生素和维生素衍生物、磨料、光学试剂(包括例如,反射性颗粒和干涉颜料)、pH调节剂、植物提取物、精油、防腐剂、抗氧化剂、抗微生物剂、粘度改进剂、保湿剂、胡须润湿剂、感官试剂、脂肪酸皂和皮肤和/或毛发有益剂(例如,芦荟、尿囊素、泛醇、 α -羟基酸、磷脂质、植物油(botanical oil)和氨基酸(仅举几例))。任何个体的附加成分的选择和量取决于包括其中采用了该成分的所述组合物的具体成分、所需的特性和预期的用途在内的因素。例如,香料通常以所述组合物的按重量计0.1-3.0%或更高的量使用。对于许多组合物而言,这样的附加成分的总量为基于所述组合物的总重量的按重量计0.01-30%,更特别地按重量计0.1-15%,甚至更特别地按重量计1-10%。在一个或多个实施方案中,这样的附加任选成分的总量为按重量计0.5-5%。其他成分(例如脂肪酸皂)可以以基于所述组合物的总重量的按重量计多达10%的水平存在。

[0092] 通过将所述固体清洁表面活性剂分散在载体油中并在剪切下(优选在高剪切下)混合所得的分散体、根据需要加入水以实现颗粒聚集来方便地制备所述组合物。合意地进行混合直至实现了所需的所述固体清洁表面活性剂颗粒的尺寸和尺寸分布。可选地,预聚集的表面活性剂颗粒可被用作起始材料并相应地调整混合条件。可采用很少的热量或不施加热量进行混合,其中在名义上为环境温的温度下(即,不考虑通过剪切赋予所述混合物的热量)的混合是优选的。通常这样的温度在20-25°C的范围内。可以在剪切混合之前、期间和/或之后加入附加组分(视情况而定);例如,通常在即将完成剪切混合时和/或在剪切混合之后加入挥发性或剪切敏感组分,以使它们的降解或损失最小化。

[0093] 所述组合物可作为各种不同的个人护理产品中的任一种来配制,包括例如,沐浴露、手部清洁剂、面部清洁剂、卸妆剂、剃须组合物等。在使用时,所述组合物是用水稀释的组合物,通常以1-20、更特别地1-10的组合物对水的重量比,并在施用之前、期间或之后任选地借助于海绵、粉扑(pouf)、布、刷子等处理成泡沫。在用于其预期的应用之后,当其作为清洁剂、剃须组合物、卸妆剂等时,通常通过用水冲洗来除去残留的稀释产品。

[0094] 术语“包括”是指不被限制于任何随后陈述的要素,而是涵盖具有主要或次要的功能重要性的未指定的要素。换句话说,列出的步骤、要素或选项不必是穷举的。每当使用词语“包括”或“具有”时,这些术语意在等同于如上所定义的“包含”。在指定浓度或量的任何范围时,任何具体的较高浓度或量可以与任何具体的较低浓度或量相关联。所报道的范围包括其端点。除非另外指出,否则本文中提及的熔点是在环境压力,即1个大气压下。

[0095] 除了在操作实施例和对比实施例中,或另行明确说明之处,本说明书中所有表示材料的量、份数、百分数、比率和比例以及反应条件的数字应被理解为通过词语“约”修饰。

[0096] 下列实施例将更加充分地举例说明本发明的实施方案。这些实施例并不意在以任何方式限制本发明的范围。除非另有说明,否则在本文中和所附的权利要求中提到的所有的份数、百分数和比例都是按重量计。

实施例

[0097] 实施例1-实施例6

[0098] 这一系列的实施例示出了固体表面活性剂颗粒的聚集体对含有分散的表面活性剂颗粒的油连续的组物的稳定性的影响。

[0099] 通过以下步骤来制备含有两种不同的固体表面活性剂之一(即,月桂酰羟乙磺酸钠(SLI)粉末(Yongan Daily Chemical Co.)或椰油酰基甘氨酸钠(SCG)颗粒(来自Ajinomoto的Amilite®GCS-11))的简单的无水表面活性剂分散体:将约0.2g的固体表面活性剂(即,SLI粉末或SCG颗粒)加入至小型玻璃小瓶中的9.8g矿物油(Penreco Drakeol®7白色矿物油)并首先通过刮刀混合约30秒。然后使用旋涡混合器(来自Thermolyne的MaxiMix™ II)将分散体均匀混合约1分钟。在此机器混合之后,将所述颗粒在油中的分散体放置在载玻片上,并使用在50倍放大下的光学显微镜拍摄图片。评估所述分散体的粒度和粒度分布。

[0100] 在含SLI的分散体中,该粉末具有不规则的颗粒形状和从几微米到约200微米的尺寸;该颗粒是被分离、良好地分散且非聚集的。相比而言,在含SCG的分散体中,大部分的SCG颗粒为长度约30-300微米的不规则形状的颗粒聚集体的形式,其中组成所述聚集体的颗粒是球形的并且具有约10至约80微米的尺寸。

[0101] 所述SLI和SCG固体表面活性剂还用于制备如表1中描述的一系列清洁组合物。通过以下步骤来制备表1清洁组合物:首先将油加入到装备有3-叶片混合器(IKA)的玻璃罐。加入水溶性聚合物粉末(即Polyox™ WSR-301 PEG 90M或Jaguar® S瓜尔胶)和香料并与所述油混合。然后在室温下(20-25°C)混合的同时历时5-10分钟逐步地将所述固体表面活性剂加入到所述油。在加入所有的固体表面活性剂之后,在高速(1000-1500rpm)下将所述混合物混合另外3-6分钟,以将所述固体表面活性剂颗粒均匀地分散在油中。对于实施例4、5和6而言,在1000-1500rpm下混合的同时经1-3分钟缓慢地将去离子水加入至混合器。

[0102] 在制备后,将这些样品在室温下老化7天,并然后评估产品的稳定性和粘度,其结果报道于表1中。

[0103] 以油分离的函数的形式,使用被引入具有1.8英寸(4.6cm)的内径的4oz(118ml)圆筒玻璃罐中的约100g样品来确定稳定性。如果样品是不稳定的,则将发生油相的破坏和油/表面活性剂分散体的分离,在样品的顶部上产生油层。测量油层的高度,并除以样品的总高度并报告为“%油层分离”。0%的油层分离意味着该样品是稳定的,没有表面活性剂颗粒与油的任何可见的相分离。

[0104] 使用来自Texas Instruments的标准AR-G2应力控制流变仪(或等同物)并进行 $0.01-100\text{s}^{-1}$ 的稳定剪切速率扫描测量来测量老化样品的粘度,使用40mm锥和板几何结构,其中锥角为 2° 且样品间隙为61微米,每十倍(per decade)收集三个样品点,其中所有测量均在 23°C 的恒定温度下完成。

[0105]

表 1

成分(Wt.%)	实施例					
	1	2	3(对比)	4	5	6
白色矿物油(来自 Penreco 的 Drakeol [®] 7 Lt. Min. Oil) ¹	48.7	68.5	48.5	45.0	46.2	48.0
月桂酰羟乙磺酸钠粉末(来自 Yongan Daily Chemical Co.)	30.0		50.0	50.0	50.0	50.0
椰油酰基甘氨酸钠颗粒(来自 Ajinomoto 的 Amilite [®] GCS-11)	20.0	30.0				
水	0	0	0	3.5	2.5	0.5
PEG-90M (来自 Dow Chemical 的 Polyox [™] WSR-301 水溶性树脂) ²	0.3		-	-	0.3	0.3
瓜尔胶; CAS No. 9000-30-0(来自 Rhodia 的 Jaguar [®] S)	--	0.5	0.5	0.5	-	0.2
香料	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
%油层分离	0%	0%	27.4%	0%	0%	8.2%
在 0.01 秒 ⁻¹ 下的粘度 (kg·m ⁻¹ s ⁻¹)	18100	52310	291	21800	1826	493
在 1 秒 ⁻¹ 下的粘度(kg·m ⁻¹ s ⁻¹)	88.8	163.7	7.5	60.0	16.2	8.6

[0106] ¹由供应商报告为具有12.59的典型粘度(CST @ 40°C;ASTM D445)。

[0107] ²由供应商报告为具有约4,000,000的分子量和1650-5500的粘度(cPs)。

[0108] 如实施例4-6所论证的,将水加入至含有SLI粉末的组合物改善了组合物稳定性并增加了在0.01和1秒⁻¹两者下的粘度。此外,如实施例1和实施例2所论证的,不含有添加的水但含有预聚集的SCG表面活性剂的组合物是稳定的。在实施例1的情况下,尽管加入了非聚集的SLI粉末,也实现了稳定性。

[0109] 不希望受理论束缚,据信,水的加入诱导油相中的个体表面活性剂颗粒的相互作用,以形成表面活性剂颗粒聚集体,这可以增加组合物的粘度且促进油相稳定性。

[0110] 使用上述混合方法,通过加入另外的矿物油(Penreco Drakeol®7白色矿物油)将实施例4的组合物稀释至SLI含量为2wt.%.使用光学显微镜按照上述的程序检查稀释的实施例4组合物;所得显微照片的检查显示,该表面活性剂颗粒通常是聚集的,从而发现所述组合物展示出水诱导的表面活性剂聚集。

[0111] 实施例7-实施例13

[0112] 使用不同的油以及作为颗粒聚集的诱导剂的各种含水成分按照表2中描述的制剂制备油连续清洁组合物。

[0113] 通过以下步骤来制备作为成分报告的中和的脂肪酸分散体:将47.4份所指示的油、21.6份月桂酸、10.8份肉豆蔻酸和3.6份硬脂酸在装备有3-叶片顶置式混合器(IKA)的容器中组合并在搅拌下将所得的油/酸混合物加热至70-75°C;当所有的脂肪酸都已溶解时(通过透明溶液的形成来指示);历时5-10分钟将16.6份KOH在水中的45wt%溶液缓慢加入至脂肪酸/油溶液,以中和该脂肪酸;在70°C下混合另外的5分钟后,将混合物冷却至环境温度,得到细皂晶体在油中的分散体。

[0114] 通过以下步骤来制备表2的制剂:首先将所指示的油组分加入到装备有顶置式3叶片混合器的玻璃罐中。加入水溶性聚合物粉末(即Polyox™WSR-301(PEG-90M)或Jaguar®S瓜尔胶)和香料并与油混合。

[0115] 然后在室温下(20-25°C)混合的同时历时5-10分钟逐步地加入表面活性剂,以将固体表面活性剂颗粒均匀地分散在油中。在表面活性剂的加入完成之后,加入剩余的成分,并在高速(1000-1500rpm)下将混合物混合另外的3-6分钟。在室温下将制剂老化七天,然后评估产品的稳定性和粘度,其结果报道于表2中。

[0116]

表 2

	7	8	9	10 (对比)	11 (对比)	12 (对比)	13 (对比)
成分 (wt.%)							
白色矿物油(来自 Penreco 的 Drakeol [®] 7 Lt. Min. Oil)	45.70			48.50	-	-	-
矿物油(来自 Sonneborn 的 Hydrobrite [®] 1000)		50.31	48.80	-	-	-	58.80
大豆油				-	58.85	-	-
聚硅氧烷流体(二甲硅油; 350 cps)						68.85	
月桂酰羟乙磺酸钠粉末(来自 Yongan Daily Chemical Co.)	50.00	38.85	40.00	50.00	40.00	30.00	40.00
瓜尔胶; CAS No. 9000-30-0(来自 Rhodia 的 Jaguar [®] S)				0.50	-	-	-
PEG-90M (来自 Dow Chemical 的 Polyox [™] WSR-301 水溶性树脂)	0.30	0.15	0.2	-	0.15	0.15	0.20
香料	1.00	0.99	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Steol [®] 170(来自 Stepan 的 70%月桂醇聚醚硫酸钠)		9.70					
来自 Evonik 的 Tego [®] Betain CKD 粉末			5.00				
Tego [®] Betain F (28%椰油酰基氨基丙基甜菜碱钠)	3.00						
DC 1728 硅乳液(来自 Dow Corning 的 60%固体)			5.00				
总的游离水含量(来自含水成分)	2.2	2.9	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0
%明确的油层分离	0%	0%	0%	27.4%	25.8%	23.3%	12.2%
在 0.01 秒 ⁻¹ 下的粘度(kg·m ⁻¹)	128900	3599	2327	291	11	9	22
在 1 秒 ⁻¹ 下的粘度(kg·m ⁻¹)	1048	128	202	7.5	1	2	3

[0117] 这些实施例表明,各种含水成分而非单独的水可用于增强产品粘度,以防止或最小化悬浮的表面活性剂颗粒与所述油的分离。