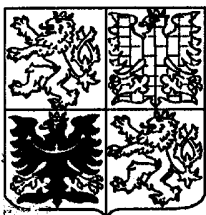


ČESKÁ  
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD  
PRŮMYSLVÉHO  
VLASTNICTVÍ

# ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 18.03.93  
(32) 20.03.92  
(31) 92/854927  
(33) US  
(40) 15.02.95

(21) 2298-94

(13) A3

6(51)

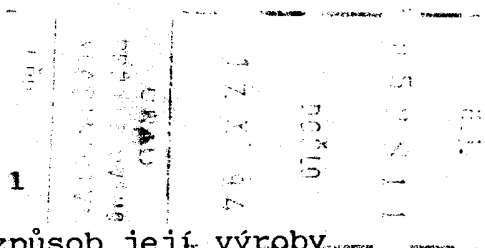
C 11 D 17/00  
C 11 D 11/00  
C 11 D 10/04

(71) THE PROCTER AND GAMBLE COMPANY,  
Cincinnati, OH, US;

(72) Kacher Mark Leslie, Mason, OH, US;  
Taneri James Eden, West Chester, OH, US;  
Schmidt Diane Grob, Cincinnati, OH, US;  
Wong Teresa Kin, Cincinnati, OH, US;

(54) Ztuhlá kostka o pH pokožky a způsob její výroby

(57) Vynález popisuje ztuhlou kostku o pH pokožky, která obsahuje: od 10 do 50 % hmot. v podstatě volné monokarboxylové kyseliny, s výhodou kyseliny myristové, behenové nebo 12-hydroxystearové, od 15 do 65 % hmot. ve vodě rozpustného organického aniontového a/nebo neiontového pomocného činidla zpevňujícího kostku, s výhodou kokoylisethionátu sodného nebo lauroylisethionátu sodného a od 15 % hmot. do 40 % hmot. vody. Tato ztuhlá kostka se vyrábí postupem sestávajícím z následujících stupňů: I. míchá se roztavená směs obsahující v podstatě volnou karboxylovou kyselinu, vodu a pomocné činidlo zpevňující kostku při teplotě 79 až 96 °C, II. tato směs se v chladícím zařízení, kterým je škrabákový nástěnný výměník tepla, ochladí na výstupní teplotu 43 až 91 °C a III. průtlačným lisováním se vylisuje polotuhá látka jako měkký kolík, který se dále chladí a krystaluje, dokud se nevytvoří osobní, čistící, ztuhlá kostka o pH pokožky. Tato ztuhlá kostka o pH pokožky má při 25 °C hodnotu průniku od 0 do 12 mm.



Ztuhlá kostka o pH pokožky a způsob její výroby

### Oblast techniky

Tento vynález se týká ztuhlé kostky o pH pokožky a způsobu její výroby.

### Dosavadní stav techniky

USA patent č. 3 835 058 (White, vydaný 10. září 1974), který je zde zahrnut jako citace, popisuje ztuhlou kostku a způsob výroby kostky mýdla.

Hodnota pH zdravé pokožky člověka je od 4,8 do 6. Pojem "slabě kyselý" znamená pH od 4,8 do 6, čímž se liší od pojmu neutrální nebo alkalické pH. Osobní čistící ztuhlá kostka s trojrozměrnou strukturou je popsána v doprovázející USA patentové přihlášce 07/731 163 (Taneri, Kacher a spol., podaná 15. července 1991). Vytvoření struktury tvarovaného, pevného, trojrozměrného skeletu (jádra) je popsáno v doprovázející USA patentové přihlášce č. 07/617 827 (Kacher, Taneri, Camden, Vest a Bowles, podaná 26. listopadu 1990). Kacher a spol. specificky neuvádějí ztuhlé kostky o pH pokožky.

Předpokládá se, že pevné čistící kostky s nízkým otěrem s pH pokožky nebo se slabě kyselým pH, jak jsou definovány v tomto spisu, jsou nové. USA patent č. 3 557 006 (Ferrara a spol., vydaný 19. ledna 1971) popisuje kompozitní mýdlovou kostku, která má při používání kyselého pH. Viz také anglický patentový spis 513 696 (Mangeot, přijatý 19. října 1939). Japonská patentová přihláška č. 54-151410, podaná 21. listopadu 1979 a publikovaná 6. června 1985, popisuje slabě kyselý čistící krém, ale nepopisuje používané pevné látky.

Komerční kostky s neutrálním pH, např. Dove<sup>(R)</sup>, Caress<sup>(R)</sup> a Olay<sup>(R)</sup>, obvykle obsahují pouze maximálně asi 5 hmot. % vlhkosti. Tyto kostky s neutrálním pH známé z odborné literatury

jsou měkké nebo mají relativně špatný otěr. Kostky s neutrálním pH známé z odborné literatury obsahující značné množství hydro-skopických materiálů, změkčujících pevných látek nebo kapalin, včetně vody, jsou měkké nebo lepkavé a mají špatný otěr.

V literatuře jsou popsány čisticí kostky se sníženým otěrem. Například USA patent č. 2 988 511 (Mills, vydaný 13. června 1961), který je zde zahrnut jako citace, popisuje kostku s nízkým otěrem.

Otěr kostky, někdy označovaný také jako trvanlivost kostky, je dán tím, že se na povrchu kostky při ponoření do vody vytvoří měkká pevná látka nebo kaše. Tato vlastnost je zákazníci považována za nepříjemnou, nepřítažlivou a neekonomickou.

Osobní čisticí kostky s nízkým otěrem a vysokým obsahem vlhkosti jsou popsány v USA patentu č. 4 606 839 (Harding, vydaný 19. srpna 1986). Harding používá mýdlo z oleje kokosového ořechu a/nebo oleje palmového jádra.

Zkoumání používaných osobních čisticích kostek v dnešní průměrné koupelně však ukazuje, že stále ještě existuje potřeba zlepšit otěr čisticích kostek.

Otěr kostek je zvláště špatný v prostředcích s neutrálním pH, které obsahují vyšší množství ( $50 \pm 10$  % hmot.) syntetického povrchově aktivního činidla.

Tvorba pevných mýdlových sodných solí mastných kyselin vláken laurátu sodného je popsána L. Martonem a spol. v J. Amer. Chem. Soc. (63, 1990 (1940).). Tato práce však nepopisuje užitečnost sodné soli mastných kyselin. Tvarované pevné látky, jak jsou zde definovány, nebyly Martonem a spol. popsány. Tvorba těchto vláken sodné soli mastných kyselin také nepopisuje volné mono- a/nebo dikarboxylové kyseliny.

Japonský patent J5 7030-798 (30. července 1980) popisuje

kostku mýdla z průhledné pevné látky, kde složkou mastných kyselin tvořících mýdlo jsou kyselina myristová, palmitová a stearová. Je popsáno průhledné mýdlo, v němž alespoň 90 % hmot. mastných kyselin, z nichž toto mýdlo sestává, jsou kyselina myristová, palmitová a stearová. Produkt je popsán jako průhledné, pevné mýdlo, které má dobrou pěnicí schopnost a dobré tuhnoucí vlastnosti, dobrou stabilitu při skladování a nízkou dráždivost lidské pokožky. Ze způsobu výroby a složení průhledné kostky mýdla, jejichž příklady jsou uvedeny v jap. spisu JS 7030-798, se nezdá, že by toto mýdlo obsahovalo syntetické povrchově aktivní činidlo.

Předmětem tohoto vynálezu je tedy výroba pevné, mírné, čistící kostky s nízkým otěrem s pH kůže, která obsahuje relativně vysoké množství vlhkosti v přítomnosti syntetického povrchově aktivního činidla a změkčovacích pevných látek, jako jsou například ve vodě rozpustné polyoly a uhlovodíkové tuky.

#### Podstata vynálezu

Tento vynález poskytuje pevnou, ultramírnou, čistící kostku se slabě kyselým pH jako pokožky, která obsahuje (vzhledem k hmotnosti této kostky) celkem od 10 do 50 % hmot. v podstatě volné karboxylové kyseliny, s výhodou kyseliny myristové, behenové nebo 12-hydroxystearové, od 15 do 65 % hmot. ve vodě rozpustného organického aniontového a/nebo neiontového pomocného činidla zpevňujícího kostku, s výhodou kokoylisethionátu sodného nebo lauroylisethionátu sodného, a od 15 do 40 % hmot. vody. Tato pevná, ultramírná, ztuhlá kostka s nízkým otěrem má hodnotu průniku 0 až 12 mm.

Ztuhlá kostka se vyrábí podle následujících stupňů:

I. míchá se roztavená směs (79 až 96 °C) obsahující v podstatě volnou karboxylovou kyselinu, vodu a pomocné činidlo zpevňující kostku, popřípadě se tato směs částečně vysuší,

II. tato směs se ve ztužovacím zařízení, kterým je škrabákový nástěnný výměník tepla, ochladí na teplotu 43 až 91 °C,

III. průtlačným lisováním se vylisuje polotuhá látka jako měkký kolík, tento měkký kolík se dále chladí a krystalizuje dokud se nevytvoří osobní čistící ztuhlá kostka o pH pokožky.

Tento vynález poskytuje pevnou, ultramírnou, ztuhlou kostku se slabě kyselým pH jako pokožka, která obsahuje (vzhledem k hmotnosti této kostky) celkem od 10 do 50 % hmot. v podstatě volné karboxylové kyseliny, od 15 do 65 % hmot. ve vodě rozpustného organického aniontového a/nebo neiontového pomocného činidla zpevňujícího kostku a od 15 do 40 % hmot. vody. Tato pevná, ultramírná, ztuhlá kostka s nízkým otěrem má hodnotu průniku od 0 do 12 mm.

Způsob výroby ztuhlé kostky o pH kůže: V jiném směru se tento vynález týká způsobu výroby ztuhlé kostky o pH kůže.

Postup výroby ztuhlé kostky o pH kůže zahrnuje následující stupně:

I. míchá se roztavená směs (76 až 96 °C) obsahující v podstatě volnou karboxylovou kyselinu, vodu a pomocné činidlo zpevňující kostku, popřípadě se tato směs částečně vysuší,

II. tato směs se ve ztužovacím zařízení, kterým je škrabákovský nástěnný výměník tepla, ochladí na chladicí teplotu 43 až 91 °C,

III. průtlačným lisováním se vylisuje polotuhá látka jako měkký kolík, tento měkký kolík se dále chladí a krystalizuje dokud se nevytvoří osobní čistící ztuhlá kostka o pH pokožky.

Pojem "ve vodě rozpustný", pokud jde o "pomocné činidlo zpevňující kostku", znamená rozpustnost alespoň 4 dílů v 10 dílech vody při teplotách stupně I.

Pojem "v podstatě volná karboxylová kyselina" tak, jak je zde definován, znamená, že "volná" karboxylová kyselina představuje od 85 do 100 % hmot. hmotnosti volné a zneutralizované karboxylové kyseliny přítomné v kostce. Jinými slovy, zneutralizovaná karboxylová kyselina je přítomna v množství od 0 do

15 % hmot. z hmotnosti volné a zneutralizované karboxylové kyseliny přítomné v kostce.

Zneutralizovaná karboxylová kyselina může mít kation, který je vybrán ze skupiny sestávající z kationtu sodíku, hořčíku, vápníku, hliníku a jejich směsí, ale znamená to pak kostku s v podstatě volnou karboxylovou kyselinou.

Pojem "zneutralizovaná karboxylová kyselina", "mýdlo", "soli mastných kyselin (FA)" a "soli monokarboxylových kyselin" tak, jak se zde tyto pojmy používají, jsou navzájem zaměnitelné.

Podle výhodného postupu výroby ztuhlé kostky roztavená směs stupně I s výhodou obsahuje kapalnou krystalickou střední fázi; tato roztavená směs má viskozitu od 100 Pa.s do 1000 Pa.s při rychlosti stříhu  $1 \text{ s}^{-1}$ , při čemž tato viskozita je od 5 Pa.s do 100 Pa.s při rychlosti stříhu  $5 \text{ s}^{-1}$ , od 10 Pa.s do 50 Pa.s při rychlosti stříhu  $20 \text{ s}^{-1}$  a od 0,5 Pa.s do 12 Pa.s při rychlosti stříhu  $50 \text{ s}^{-1}$ .

Poměr syntetického povrchově aktivního činidla k vodě, aby se vytvořila shora uvedená střední fáze, je od 2:1 do 1:2, výhodněji od 1,5:1 do 0,75:1.

Kapalnou krystalickou střední fázi lze identifikovat mikroskopem s polarizovaným světlem.

Viskozita roztavené směsi při postupu výroby ztuhlé kostky o pH pokožky je s výhodou od 100 Pa.s do 500 při rychlosti stříhu  $1 \text{ s}^{-1}$ , od 5 Pa.s do 65 Pa.s při rychlosti stříhu  $5 \text{ s}^{-1}$ , od 0,25 Pa.s do 2,5 Pa.s při rychlosti stříhu  $20 \text{ s}^{-1}$  a od 1 Pa.s do 5 Pa.s při rychlosti stříhu  $50 \text{ s}^{-1}$ . Syntetické povrchově aktivní činidlo pro vytvoření střední fáze znamená s výhodou sodnou sůl obsahující alkylenové řetězce s 10 až 18 atomy uhlíku, která je vybrána ze skupiny sestávající z alkylglycerylether-sulfonátů, acylisethionátů, amidů glukosy a jejich směsí, vý-

hodněji znamená acylisethionát sodný a nejvýhodněji kokoylisethionát sodný, laurylisethionát sodný a jejich směsi.

Postup výroby ztuhlé kostky s pH pokožky je výhodný, jestliže kostka obsahuje škrob v množství od 0,5 do 30 % hmot. z hmotnosti uvedené kostky a jestliže je tento škrob vybrán ze skupiny sestávající z kukuřičného škrobu a dextrinu.

Postup výroby ztuhlé kostky s pH pokožky je výhodný, jestliže teplota výstupu ze ztužovacího zařízení je 60 až 82 °C. Vysoce výhodný postup je takový, při němž viskozita ve stupni I je dostatečná pro to, aby nebylo nutné žádné chlazení ve stupni II, takže se uvedená směs průtlačně lisuje jako měkký kolík.

Postup výroby vodné roztavené směsi ve stupni I s výhodou obsahuje od 20 do 30 % hmot. vody, od 15 do 25 % hmot. karboxylové kyseliny a od 20 do 30 % hmot. syntetického povrchově aktivního činidla.

Shora uvedený postup je výhodný, jestliže vodná roztavená kapalina se vyrábí bez jakéhokoliv neutralizačního stupně. Ve vodné směsi uvedené karboxylové kyseliny obsahující jiné složky se však může vytvořit jisté množství sodného mýdla.

Shora uvedený postup je výhodný, jestliže 2 až 15 % hmot. z hmotnosti kostky znamená "sůl zvyšující krystalizaci", která se vybere ze skupiny sestávající ze síranu, chloridu, octanu, isethionátu a citrátu sodného a jejich směsí.

Shora uvedený postup je výhodný, jestliže uvedená vodná roztavená kapalná fáze obsahuje od 2 do 40 % hmot. pomocného činidla zpevňujícího kostku, které je vybráno ze skupiny, která je popsána v tomto spisu.

Pomocná činidla pro zpevňování kostek zvyšují množství v podstatě volné karboxylové kyseliny rozpuštěné v uvedené konti-

nuální roztavené vodné fázi ze stupně I.

Shora uvedený postup je výhodný, jestliže uvedená vodná fáze obsahuje od 20 do 95 % hmot., s výhodou od 35 do 75 % hmot. vody z hmotnosti uvedené vodné fáze.

Výhodná kostka má hodnotu průniku pro 25mm vzorek kostky při 25 °C od 3 mm do 9 mm.

Pevná čistící kostka má hodnotu průniku od 0 do 12 mm při 25 °C, s výhodou při 50 °C, pokud se používá standardní penetrometrická sonda Standard Weighted Penetrometer Probe o hmotnosti 247 g s konickou jehlou připevněnou k tyčce (22,9 cm) o hmotnosti 47 g s 200 g na vršku uvedené tyčky, což je celkem 247 g, uvedená konická jehla měří na horním konci 1,51 cm a na špičce 0,08 cm.

Jelikož zdravá lidská pokožka je mírně kyselé (pH od asi 4,8 do asi 6,0), je žádoucí, aby kostka pro čištění pokožky měla podobné, mírně kyselé pH. Takové prostředky mohou dále obsahovat vysoká množství karboxylové kyseliny, při čemž obsahují velmi málo, pokud vůbec obsahují nějaké tvrdé mýdlo.

V jiném směru tento vynález poskytuje pevnou, ultramírnou, čistící kostku se slabě kyselým pH jako pokožka, obsahující alespoň dvě fáze s celkovým množstvím od 10 do 50 % hmot. volné karboxylové kyseliny nebo směsi volné a zneutralizované karboxylové kyseliny, od 15 do 65 % hmot. aniontového a/nebo neiontového pomocného činidla zpevňující kostky, kde alespoň 10 % hmot. uvedené kostky znamená syntetické povrchově aktivní činidlo, a od 15 do 40 % hmot. vody. Všechna hmotnostní % jsou uvedena vzhledem k hmotnosti uvedené kostky.

Jedním zvláště překvapivým aspektem tohoto vynálezu je, že k vytvoření přijatelné pevné kostky je potřebné aniontové a/nebo neiontové pomocné činidlo zpevňující kostky. Tato zpevňovací činidla obsahují ko-rozpouštědla, jako je propylengly-

kol, a syntetická povrchově aktivní činidla, jako je acylisethionát sodný. Zpevňovací činidla kostek typicky vedou u konvenčních kostek ke změknutí kostek, zvláště v přítomnosti relativně vysokých množství vody.

V jiném směru kostka podle tohoto vynálezu obsahuje strukturu rigidního skeletu s krystalickou fází, která obsahuje do sebe zapadající otevřenou trojrozměrnou síť prodloužených krystalů sestávající v podstatě z uvedené v podstatě volné karboxylové kyseliny.

Jinou fází v kostce podle tohoto vynálezu je vodná směs fází. Vodná směs (jestliže se měří samotná bez karboxylové kyseliny) má hodnotu průniku větší než 12 ml až úplný průnik při 25 °C.

Podrobněji uvedeno, struktura skeletu je relativně rigidní, vzájemně do sebe zapadající, otevřená, trojrozměrná síť prodloužených krystalů volné nebo v podstatě volné monokarboxylové kyseliny.

Pojem "prodloužené krystaly" znamená destičky a/nebo vlákna.

Pojem "struktura skeletu", "skeletální struktura", "jádro" a "část skeletu" jsou často používány jako vzájemně zaměnitelné.

Pojem "tvarovaná pevná látka" tak, jak je zde tento pojem používán, zahrnuje takové formy, jako jsou kostky, koláče a podobné. Pojem "kostka" tak, jak se zde používá, zahrnuje totéž, pokud není jinak uvedeno.

Pojem "síť" tak, jak se zde používá, znamená síť do sebe zapadajícího krystalického skeletu s prázdnými místy nebo otvory, pokud se díváme řádkovacím elektronovým mikroskopem se zvětšením od 1000x do 5000x.

Trojrozměrnou síť lze vidět řádkovacím elektronovým mikroskopem (SEM). Příprava vzorku pro SEM zahrnuje zlomení kostky (tvarované pevné látky) jednoduše tlakem, takže se pro zkoumání získá čerstvý povrch. Velikost zlomeného vzorku se pak zmenší (žiletkou) tak, aby se získal pravouhelník o velikosti 10 mm x 15 mm a tloušťce 5 mm. Tento vzorek se pak připevní na hliníkovou podložku SEM stříbrným malířským lepidlem. Připevněný vzorek se potáhne potahovacím zařízením pro potahování kovem rozprašováním Pelco Sputter Coater zlatem/paladiem o síle 30 nm. Před potažením se vzorek vystaví působení vakua po dobu, která je dostatečná pro to, aby se tyčinka zbavila vlhkosti. Tím se zajistí přijatelná kvalita potahu. Po potažení se vzorek přenesení do komůrky SEM a zkoumá se za standardních pracovních podmínek řádkovacím elektronovým mikroskopem Hitachi Model S570, aby byla vidět část skeletu (jádra).

Prodloužené krystaly sestávají z v podstatě volné karboxylové kyseliny a jsou tedy jiné než u mýdla, primárně zneutralizované karboxylové kyseliny, prodloužených krystalů obvykle podle USA patentové přihlášky č. 07/617 827 (Kacher a spol., podané 26. listopadu 1990), nyní opuštěné ve prospěch USA patentové přihlášky č. 07/782 956, podané 1. listopadu 1991, která je zde zahrnuta jako odkaz.

V jiném směru tento vynález poskytuje zlepšenou, pevnou čistící kostku o pH pokožky, vyznačující se tím, že obsahuje uvedenou strukturu skeletu. Některé tvarované pevné látky jsou ve formě čistících kostek, které obsahují převapivě vysoká množství vodné fáze obsahující vodu, jiné kapaliny a změkčovací materiály. Přes přítomnost relativně velkých množství vodné fáze si výhodné kostky podle tohoto vynálezu udržují svoji pevnost a vynikající otěrové vlastnosti, i když se nechají přes noc nasáknout ve vodě. I když to není svázáno s žádnou teorií, tvarovaná pevná látka obsahující tyto fáze je podobná relativně rigidní vlhké houbě.

Krystalická fáze obsahuje prodloužené krystaly ve formě

buď vzájemně do sebe zapadajících destiček a/nebo vláken, obvykle destiček. Výhodné krystaly jsou složeny z volných mastných kyselin. Do sebe zapadající síť vláken a/nebo destiček dává trojrozměrné struktuře pevnost, dokonce i v přítomnosti relativně vysokých množství vody nebo jiných změkčovacích materiálů, dokonce i když se nechají nasáknout přes noc ve vodě.

Pevnost kostky, t.j. pevnost struktury skeletu, lze měřit odporem kostky k pronikání standardní sondy průnikoměru Standard Weighted Penetrometer Probe. Pro detaily viz níže test tvrdosti kostky. Tato kostka je natolik dostatečně pevná nebo rigidní, že vzorek čistící kostky o tloušťce 20 mm nebo více má při 25 °C průnik od 0 do 12 mm, s výhodou od 1 do 10 mm, výhodněji od 3 mm do 8 mm.

Kostky podle vynálezu se odlišují od konvenčních průhledných kostek velikostí krystalů a také jinými vlastnostmi. Krystaly nebo krystalové uzly, které vytvářejí do sebe zapadající síťovou strukturu podle vynálezu, mají s výhodou takovou velikost, že ohýbají světlo a tedy jsou větší než 400 nm až v průměru nebo do délky. Na druhou stranu však průhledné kostky získávají svoji průhlednost tím, že mají průměr nebo délku krystalů menší než je vlnová délka bílého světla, která je větší než 400 nm, a tedy neohýbají světlo.

I když neexistuje žádná teorie, předpokládá se, že struktura skeletu je taková, že obsahuje v podstatě "prázdné" plochy, které jsou vyplněny měkkými a/nebo kapalnými vodnými fázemi. Překvapivým aspektem tohoto vynálezu je to, že fyzikální vlastnosti kostky, jako je tvrdost kostky a nízký otěr, nejvíce závisí na krystalické do sebe zapadající síťové struktuře, i když jiné fáze představují většinu z přítomných materiálů. U konvenčních kostek mohou mít dopad na celkové fyzikální vlastnosti kostky mnohé složky, protože tyto složky buď modifikují fázi a strukturu mýdla nebo syntetických povrchově aktivních složek, které primárně určují fyzikální vlastnosti kostek. Kombinace dvou nebo více fází (např. mýdla a vodného roztoku) dra-

stický mění koloidní strukturu a tedy i fyzikální vlastnosti konvenční kostky.

Konvenční kostky jsou tedy více omezeny, pokud jde o typ, množství a prostředek materiálů měkké fáze, které mohou být zahrnuty do kostky, ve srovnání s kostkami podle vynálezu. Mezi tyto fáze patří většina materiálů, které jsou buď tekutými kapalinami nebo materiály, které jsou měkčí než je minimální tvrdost přijatelné kostky. Mezi tyto fáze patří vodné roztoky, kapalně krystalické fáze sestávající z vody a povrchově aktivního činidla, polymery, zvláště krystalické fáze obsahující povrchově aktivní činidlo a zvláště hydroskopické povrchově aktivní látky, které mají tendenci stávat se měkkými a mazlavými, jestliže se smíchají s vodou nebo jinými kapalnými fázemi včetně ve vodě rozpustných organických látek (např. propylen-glykol a glycerin), hydrofobních materiálů (např. minerální oleje, kapalně triglyceridy) nebo měkkých hydrofobních materiálů, např. technická vazelina, nízkotající parafin a nízkotající triglyceridy.

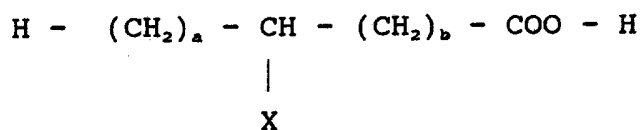
Ve fyzikálních pojmech se všechny tyto fáze mohou charakterizovat jako tekuté kapaliny nebo tak měkké, že penetrační sonda (Standard Weighted Penetrometer Probe), jak je zde definováno, pronikne skrz 12 mm silný vzorek, jinými slovy, je větší než 12 mm. Tyto fáze mohou být selektivně zahrnuty do struktury podle tohoto vynálezu bez toho, aby došlo ke ztrátě struktury vzájemně do sebe zapadající sítě a jistých žádoucích fyzikálních vlastností.

Tento vynález poskytuje pevnou, ultramírnou, čistící kostku s nízkým otěrem a s pH pokožky, která obsahuje prodloužené krystaly volné nebo v podstatě volné mono- a/nebo di-karboxylové kyseliny.

Volná karboxylová kyselina: Ve výhodném uspořádání tyto prodloužené krystaly sestávají z v podstatě volné karboxylové kyseliny, zvláště volné mastné kyseliny, z níž alespoň 25 %

hmot. má nasycené mastné alkylové řetězce. Volné mastné kyseliny je alespoň 85 % hmot. z celkového množství volné a zneutralizované karboxylové kyseliny v prostředku čistící kostky o pH pokožky.

Výhodná kostka o pH pokožky obsahuje monokarboxylovou kyselinu, při čemž alespoň 80 % hmot. této monokarboxylové kyseliny znamená sloučeninu následujícího obecného vzorce



v němž

a+b znamená číslo 10 až 20,

a a b znamenají nezávisle na sobě číslo 0 až 20,

X znamená atom vodíku, skupinu OR, skupinu  $\text{O}-\text{C}-\text{R}_1$ ,



skupinu R nebo jejich směsi,

R znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, atom vodíku nebo jejich směsi a

$\text{R}_1$  znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku.

Výhodné jsou takové karboxylové kyseliny, v nichž X znamená atom vodíku a a+b znamená číslo od 12 do 20 nebo X znamená hydroxylovou skupinu, a znamená číslo 10 až 16 a b znamená číslo 0, nebo 12-hydroxystearová kyselina jako monokarboxylová kyselina. 12-Hydroxystearová kyselina tvoří vláknité prodloužené krystaly.

Ultramírná, čistící kostka se slabě kyselým pH jako pokožka je výhodná, jestliže uvedená zneutralizovaná karboxylová kyselina znamená sodnou sůl a jestliže součet množství volné karboxylové kyseliny a zneutralizované karboxylové kyseliny je od 10 % hmot. do 40 % hmot., výhodněji od 15 do 30 % hmot. z hmotnosti kostky.

Ultramírná, čistící kostka se slabě kyselým pH jako pokož-

ka je výhodná, jestliže karboxylová kyselina znamená monokarboxylovou kyselinu a jestliže volná karboxylová kyselina je přítomna v množství od 95 do 100 % hmot. a zneutralizovaná karboxylová kyselina od 0 do 5 % hmot. v uvedené směsi volné monokarboxylové kyseliny a zneutralizované monokarboxylové kyseliny, při čemž celkové množství volné monokarboxylové kyseliny a zneutralizované monokarboxylové kyseliny je od 15 do 25 % hmot. z hmotnosti kostky a X znamená atom vodíku a a+b znamená číslo 10 až 20 nebo monokarboxylová kyselina znamená 12-hydroxystearovou kyselinu.

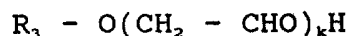
Velice výhodnou monokarboxylovou kyselinou je kyselina, která je vybrána ze skupiny sestávající z kyseliny myristové, behenové, 12-hydroxystearové kyseliny a z jejich směsí.

Pomocná činidla pro zpevňování kostek: Činidla pro zpevňování ultramírné, čistící kostky se slabě kyselým pH jako pokožka jsou ve vodě rozpustné organické látky, které jsou s výhodou vybrány ze skupiny sestávající z:

I. 10 až 50 % hmot. syntetického povrchově aktivního činidla, při čemž toto syntetické povrchově aktivní činidlo je vybráno ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, sulfonátů parafinu, sulfonátů alkylglyceryletherů, aniontových acylsarkosinátů, methylacyltaurátů, lineárních alkylbenzensulfonátů, N-acylglutamátů, alkylglukosidů, esterů  $\alpha$ -sulfo-mastných kyselin, acyl-isethionátů, amidů glukosy, alkylsulfosukcinátů, alkyletherkarboxylátů, esterů alkylfosfátů, esterů ethoxylovaných alkylfosfátů, esterů methylglukosy, kondenzátů proteinů, alkylethersulfátů s 1 až 12 ethoxyskupinami a jejich směsí, při čemž uvedená povrchově aktivní činidla obsahují alkylenové řetězce s 8 až 22 atomy uhlíku, a jejich směsí,

II. 0 až 40 % hmot. ko-rozpouštědla, které je vybráno ze skupiny sestávající z:

a) netěkavých, ve vodě rozpustných neiontových organických rozpouštědel, která jsou vybrána ze skupiny sestávající z polyolu obecného vzorce



|

R<sub>4</sub>

v němž R<sub>3</sub> znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, R<sub>4</sub> znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu a k znamená číslo od 1 do 200, alkandiolů se 2 až 10 atomy uhlíku, sorbitolu, glycerinu, cukrů, cukerných derivátů, močoviny a ethanolaminů obecného vzorce (HOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>NH<sub>y</sub>, v němž x znamená číslo 1 až 3, y znamená číslo 0 až 2 a x+y znamená číslo 3,

b) alkoholů s 1 až 5 atomy uhlíku a jejich směsí a  
III. směsí ad a) a ad b).

Je překvapující, že shora uvedená pomocná činidla zpevňující kostku zpevňují kostku podle tohoto vynálezu.

Kostka s výhodou obsahuje syntetické povrchově aktivní činidlo v množství od 10 do 40 % hmot. Syntetické povrchově aktivní činidlo s výhodou obsahuje alkylenové řetězce s 10 až 18 atomy uhlíku a je ve formě sodné soli.

Čistící kostka s pH kůže je výhodnější, jestliže obsahuje syntetické povrchově aktivní činidlo v množství od 20 do 30 % hmotnostních z hmotnosti kostky a jestliže je toto syntetické povrchově aktivní činidlo sodnou solí, která je vybrána ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, alkylglycerylethersulfonátů, lineárních alkylbenzensulfonátů, esterů α-sulfomastných kyselin, acyl-isethionátů, amidů glukosy, ethoxylovaných alkylethersulfátů s 1 až 6 ethoxylovými skupinami a jejich směsí, při čemž tato povrchově aktivní činidla obsahují alkylenové řetězce s 10 až 18 atomy uhlíku, a jejich směsí.

Množství ko-rozpouštědla se s výhodou pohybuje od 0 do 15 % hmot. z hmotnosti uvedené kostky.

Množství vody je s výhodou od 20 do 30 % hmot. z hmotnosti uvedené kostky.

Výhodným syntetickým povrchově aktivním činidlem je sodná sůl acylisethionátu, která je vybrána ze skupiny sestávající ze sodné soli kokoyl-isethionátu, sodné soli lauroyl-isethionátu a jejich směsí.

Výhodným množstvím ko-rozpouštědla je množství od 2 do 15 % hmot. z hmotnosti kostky, při čemž toto ko-rozpouštědlo je vybráno ze skupiny sestávající ze shora uvedeného polyolu, v němž R<sub>1</sub> znamená atom vodíku a k znamená číslo od 1 do 5, glycerinu, cukrů, cukerných derivátů, močoviny, shora uvedených ethanolaminů a jejich směsí. Výhodnějším množstvím ko-rozpouštědla je množství od 2 do 10 % hmot. z hmotnosti kostky, při čemž ko-rozpouštědlo je vybráno ze skupiny sestávající z propylenglykolu, sacharosy, laktosy, glycerinu a jejich směsí. Výhodná pomocná činidla pro zpevňování kostek mají rozpustnost alespoň 4 díly hmot. v 10 dílech hmot. vody při 77 až 82 °C.

Výhodným množstvím vody je množství od 20 do 30 % hmot. z hmotnosti kostky.

Kostky s pH pokožky podle tohoto vynálezu se vyrábějí několikastupňovým postupem. Ztuhlé kostky o pH pokožky a způsob výroby, který vyžaduje zvláštní podmínky, je popsán v doprovázející USA patentové přihlášce č. (Karcher a spol., podané stejného dne, . března 1992), která je zde celá zahrnuta jako citace.

Další přísady čistících kostek: Čistící kostky o pH pokožky mohou obsahovat od 0,1 do 60 % hmot. jiných přísad čistících kostek, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z:

od 0,5 do 1 % hmot. uvedeného draselného mýdla,

od 0,5 do 1 % hmot. triethanolamoniového mýdla,

od 1 do 40 % hmot. velice jemných ve vodě nerozpustných materiálů, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z uhličitanu vápenatého a talku,

od 0,1 do 20 % hmot. polymerních pomocných činidel pro zlepšení pocitu na pokožce,

od 0,5 do 25 % hmot. hlinitokřemičitanové hlínky a/nebo jiných hlinek, při čemž uvedené hlinitokřemičitany a hlínky jsou vybrány ze skupiny sestávající ze zeolitů, kaolinu, kaolinitu, montmorilonitu, atapulgitu, ilitu, bentonitu, haloysitu a kalcinovaných hlinek,

od 1 do 40 % hmot. soli, hydrátů solí a jejich směsí, při čemž uvedená sůl a hydrát soli mají kation, který je vybrán ze skupiny sestávající z následujících kationtů: sodný, draselný, hořečnatý, vápenatý, hlinitý, lithný, amonný, monoethanolamoniový, diethanolamoniový a triethanolamoniový, při čemž uvedená sůl a hydrát soli mají anion, který je vybrán ze skupiny sestávající z následujících aniontů: chlorid, bromid, síran, metakřemičitan, orthofosforečnan, difosforečnan, polyfosforečnan, metaboritan, tetraboritan, uhličitan, hydrogenuhličitan, hydrogenfosforečnan, isethionát, methylsulfát a mono- a poly-karboxylát se 6 nebo méně atomy uhlíku,

od 0,5 do 30 % hmot. škrobu,

od 1 do 20 % hmot. amfoterního ko-rozpouštědla, které je vybráno ze skupiny sestávající z alkylbetainů, alkylsultainů, trialkylaminoxidů a jejich směsí,

od 0,1 do 40 % hmot. hydrofobního materiálu, který je vybrán ze skupiny sestávající z mikrokrystallického vosku, technické vazeliny, karnaubského vosku, palmového vosku, vosku candelila, vosku z cukrové třtiny, rostlinných triglyceridů, včelího vosku, vorvaňoviny, lanolinu, dřevného vosku, šelakového vosku, zvířecích triglyceridů, montaru, parafinu, zemního vosku, cere-sinu a Fischer-Tropschova vosku.

Výhodným množstvím uvedených amfoterních ko-rozpouštědel je množství od 2 % hmot. do 10 % hmot. Výhodné amfoterní ko-rozpouštědlo je vybráno ze skupiny sestávající z kokobetainu, ko-koamidopropylbetainu, kokodimethylaminoxidu a kokoamidopropylhydroxysultainu.

Kostka může s výhodou obsahovat od 2 do 35 % hmot. uvedeného hydrofobního materiálu obsahujícího parafinový vosk, který má teplotu tání od 49 °C do 85 °C, technické vazeliny a jejich

směsí. Kostka může s výhodou obsahovat od 3 do 15 % hmot. parafinového vosku z hmotnosti kostky.

Kostka může s výhodou obsahovat od 1 do 20 % hmot. uvedených solí, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z chloridu sodného, síranu sodného, hydrogenfosforečnanu sodného, difosforečnanu sodného, tetraboritanu sodného, octanu sodného, citranu sodného, isethionátu sodného a jejich směsí.

Výhodněji může kostka obsahovat sůl v množství od 4 do 15 % hmot. Tato sůl je s výhodou vybrána ze skupiny sestávající z chloridu sodného a isethionátu sodného.

Kostka může s výhodou obsahovat od 1 do 15 % hmot. velmi jemných ve vodě nerozpustných materiálů, od 0,1 do 3 % hmot. uvedeného pomocného polymerního činidla pro zlepšení pocitu na pokožce, při čemž toto činidlo je vybráno ze skupiny sestávající z guaru, kvarterního guaru a kvarterních polysacharidů, od 1 do 15 % hmot. shora uvedených hlinitokřemičitanových a/nebo jiných hlinek a od 1 do 15 % hmot. shora uvedeného škrobu, při čemž tento škrob je vybrán ze skupiny sestávající z kukuřičného škrobu a dextrinu.

Směs vodné fáze samotné obsahuje od 20 do 95 % hmot. vody z hmotnosti vodné fáze. Vodná fáze může obsahovat od 35 do asi 75 % hmot. vody z hmotnosti této vodné fáze.

Kostka o pH kůže může obsahovat rozmanité fáze bez karboxylových kyselin, které obsahují kapičky nebo krystaly vybrané ze skupiny sestávající z vosků, technické vazeliny a hlinek.

Shora uvedená čistící kostka o pH pokožky je výhodná, jestliže obsahuje volnou karboxylovou kyselinu, vodu a některé povrchově aktivní činidlo, které je vybráno ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, parafinových sulfonátů, alkylglycerylethersulfonátů, acylsarkosinátů, methylacyltaurátů, lineárních alkylbenzensulfonátů, N-acylglutamátů, alkylglukosidů, esterů

$\alpha$ -sulfo-mastných kyselin, acylisethionátů, alkylsulfosukcinátů, alkyletherkarboxylátů, esterů alkylfosfátů, esterů ethoxylovaných alkylfosfátů, esterů methylglukosy, kondenzátů proteinů, alkylaminoxidů, alkylbetainů, alkylsultainů, alkylethersulfátů s 1 až 12 ethoxyskupinami a jejich směsí, při čemž uvedená povrchově aktivní činidla znamenají činidla s alkylovými řetězci s 8 až 22 atomy uhlíku.

Shora uvedená čistící kostka o pH pokožky je výhodná, jestliže syntetické povrchově aktivní činidlo je hyroskopické, při čemž toto hyroskopické povrchově aktivní činidlo je definováno jako povrchově aktivní činidlo, které absorbuje alespoň 20 % hmot. své suché hmotnosti vody ve vodě při 26 °C a při 80% (hmot.) relativní vlhkosti během tří dnů, při čemž uvedená kostka relativně nebobtná.

Shora uvedená čistící kostka je výhodná, jestliže uvedené hyroskopické povrchově aktivní činidlo je vybráno ze skupiny sestávající z esterů  $\alpha$ -sulfo-mastných kyselin, alkylsulfátů, alkyletherkarboxylátů, alkylbetainů, alkylsultainů, alkylaminoxidů, alkylethersulfátů a jejich směsí.

Způsob výroby zmrazené kostky je výhodný, jestliže tato kostka obsahuje různé fáze bez karboxylových kyselin obsahující kapičky nebo krystaly, které jsou vybrány ze skupiny obsahující syntetická povrchově aktivní činidla, vosky, technickou vazelinu, hlinky a podobné.

Vysoce výhodná čistící kostka obsahuje různé kombinace struktury jádra destiček a/nebo vláken volné karboxylové kyseliny, vody, pomocných činidel zpevňujících kostky, mírných syntetických povrchově aktivních činidel, stabilizátorů vzhledu kostek, pomocných činidel způsobujících mírnost působení na kůži a dalších přísad čistících kostek. Taková výhodná kostka se pak může vyrobit tak, že v podstatě nemá žádný otěr.

Některé prostředky podle tohoto vynálezu obsahují shora

uvedenou rigidní síť s vodou a bez vody. Tyto prostředky musejí být tvořeny vodou nebo jiným vhodným rozpouštědlovým systémem. Tyto prostředky se mohou vyrábět s velkými množstvími vody; množství vody v konečném prostředku může být sníženo až na 1 nebo 2 % hmot.

Specielní výhodou některých zde popsanych struktur je však to, že mohou být dehydratovány bez ztráty integrity sítě. Některé výhodné tvarované pevné látky mohou být dehydratovány bez významné změny jejich vnějších rozměrů. Jiné kostky se srážejí, při čemž si zachovávají svoji trojrozměrnou formu. Některé kostky mají jedinečnou vlastnost, že se dehydratací nebortí.

Procenta, poměry a díly v tomto spisu jsou uvedeny jako hmotnostní z celkové hmotnosti prostředku, pokud není uvedeno jinak. Všechna množství a rozsahy jsou přibližné, pokud není jinak uvedeno.

Některé výhodné prostředky obsahují malé množství (vzhledem ke hmotnosti karboxylové kyseliny) nebo vůbec neobsahují mastné kyseliny s krátkým řetězcem s 10 nebo méně atomy uhlíku, jak je to uvedeno v tabulce A.

#### Tabulka A

Celkové množství (v % hmot.) nenasycených karboxylových kyselin nebo karboxylových kyselin s malou délkou řetěce (s 10 nebo méně atomy uhlíku)

| široké rozmezí | výhodné množství | výhodnější množství |
|----------------|------------------|---------------------|
| 0 až 15 %      | 0 až 5 %         | 0 až 1 %            |

V tomto spisu jsou uvedena horní a dolní množství některých klíčových výhodných případných přísad pro komplexní prostředky čistících kostek podle tohoto vynálezu. Žádná z těchto přísad není podstatná pro základní, výhodnou strukturu jádra

kostky. Nejnižší množství každé případné přísady je 0. Některé výhodné kostky mohou obsahovat celkem od 0,1 do až 70 % hmot. těchto přísad. Existuje idea, že jádro kostek může vedle mastných kyselin, pomocných zpevňovacích činidel kostek, mýdla a vody, obsahovat velká množství dalších přísad.

Příklady vhodných syntetických smáčecích činidel pro použití podle vynálezu, jako pomocná činidla zpevňující kostky nebo jako "ko-povrchově aktivní činidla" tvořící pěnu, jsou taková činidla, která jsou popsána v USA patentu č. 3 351 558 (Zimmerer, vydaný 7. listopadu 1967, sloupec 6, řádka 70 až sloupec 7, řádka 74). Tento patent je zde uveden jako citace.

Mezi příklady patří ve vodě rozpustné soli organických sulfonových kyselin a alifatických esterů kyseliny sírové, to znamená ve vodě rozpustné soli organických sulfatačních reakčních produktů, které mají molekulární strukturu alkylové skupiny s 10 až 22 atomy uhlíku a skupinu, která je vybrána ze skupiny sestávající ze skupin esterů kyseliny sulfonové a kyseliny sírové.

Syntetická sulfátová detergentní činidla zvláštního zájmu jsou normálně pevné soli alkalických kovů esterů kyseliny sírové normálních primárních alifatických alkoholů s 10 až 22 atomy uhlíku. Mohou se zde používat sodné a draselné soli alkylsírových kyselin získané ze směsných vyšších alkoholů odvozených od redukce loje nebo redukce oleje kokosového ořechu, palmového oleje, stearinu, oleje palmového jádra, oleje jádra babassu nebo jiných olejů skupiny kokosového ořechu.

Mezi další alifatické estery kyseliny sírové, které se mohou vhodně používat, patří ve vodě rozpustné soli esterů polyhydroxyalkanolů s kyselinou sírovou neúplně estrifikované vysokomolekulárními mýdlo tvořícími karboxylovými kyselinami. Mezi tato syntetická detergentní činidla patří ve vodě rozpustné soli alkalických kovů esterů kyseliny sírové s monoglyceridy mastných kyselin o vyšší molekulové hmotnosti, jako jsou napří-

klad sodné a draselné soli monoesteru mastné kyseliny oleje kokosového ořechu, monoesteru 1,2-hydroxypropan-3-sírové kyseliny, monomyristoyl-ethylenglykolsulfát sodný a draselný a mono-lauroyldiglycerolsulfát sodný a draselný.

Je třeba poznamenat, že mírnost povrchově aktivních činidel je možné změřit testem destrukce bariéry pokožky, který se používá pro stanovení potenciálu dráždění povrchově aktivními činidly. Podle tohoto testu platí, že čím mírnější je povrchově aktivní činidlo, tím menší bariera pokožky je destruována. Destrukce bariéry pokožky se měří relativním množstvím radioaktivně označené vody ( $^3\text{H}-\text{H}_2\text{O}$ ), které projde z testovaného roztoku epidermem pokožky do fyziologického pufru obsaženého v difusní komůrce. Tento test je popsán T. J. Franzem v J. Invest. Dermatol. 64, 190 (1975) a v USA patentu č. 4 673 525 (Small a spol., vydaný 16. června 1987). Oba tyto spisy jsou zde zařazeny jako citace. Tyto spisy popisují mírný synbar na základě povrchově aktivního činidla alkyglycerylethersulfonátu (AGS) obsahujícího "standardní" alkyglycerylethersulfonátovou směs. Test destrukce bariéry se používá k tomu, aby se vybrala mírná povrchově aktivní činidla. Některá výhodná mírná syntetická povrchově aktivní činidla jsou popsána ve shora uvedených paten-tech Smalla a spol. a Ryse a spol. Některé specifické příklady výhodných povrchově aktivních činidel jsou použity v příkladech tohoto spisu.

Některými příklady dobrých pěnu zvyšujících čistících povrchově aktivních činidel s mírným působením jsou např. lauroylsarkosinát sodný, kokoylisethionát sodný, alkyglycerylethersulfonát, sulfonované mastné estery, sulfonáty parafinu a sulfonované mastné kyseliny.

Hydroskopická povrchově aktivní činidla jsou zde definována jako taková činidla, která po 3 dnech při 26 °C a při 80% (hmot.) relativní vlhkosti získají minimálně 20 % hmot. vlhkosti.

Mírné čisticí kostky s pH pokožky podle tohoto vynálezu mohou obsahovat od 0,5 do 20 % hmot. směsi silikonové gumy a silikonové kapaliny, v níž je poměr gumy ke kapalině od 10:1 do 1:10, s výhodou od 4:1 do 1:4, nejvýhodněji od 3:2 do 2:3.

Pro různé aplikace se vyberou další složky podle tohoto vynálezu. Například parfemy se mohou používat pro přípravu produktů čisticích pokožku obvykle v množství od 0,1 do 2,0 % hmot. z hmotnosti prostředku. Mohou se používat také alkoholy, hydrotropní činidla, barviva a plnidla, jako je talek, hlínka, ve vodě nerozpustný, velmi jemný uhličitán vápenatý a dextrin. Cetearylalkohol znamená směs cetyl a stearylalkoholu. Pro zabránění degradace barvy nebo vůně se mohou do čisticích produktů zahrnout ochranná činidla, např. sodná sůl ethylendiamin-tetraoctové kyseliny (EDTA), obvykle v množství menším než 1 % hmot. z hmotnosti prostředku. Lze přidat rovněž antibakteriální činidla, obvykle v množství až 1,5 % hmot. Shora uvedené patenty popisují nebo odkazují na takové složky a prostředky, které se mohou používat v kostkách podle tohoto vynálezu. Tyto patenty jsou zde zahrnuty jako odkazy.

Pomocná činidla ovlivňující vzhled kostek: Pomocná činidla ovlivňující vzhled kostek (činidla zadržující vodu a/nebo činidla bránící srážení) jsou s výhodou vybrána ze skupiny sestávající ze slučitelných solí a hydrátů solí, ve vodě rozpustných organických látek, jako jsou polyoly a močovina, hlinítokřemičitanů a hlinek a jejich směsí. Některé z těchto ve vodě rozpustných organických látek slouží jako ko-rozpouštědla, která se mohou používat jak pomocná činidla zpevňující kostky. Mohou sloužit také ke stabilizaci vzhledu kostek podle tohoto vynálezu. Některými výhodnými ve vodě rozpustnými organickými látkami jsou propylenglykol, glycerin, ethylenglykol, sacharosa, močovina a jiné slučitelné polyoly.

Zvláště výhodnou ve vodě rozpustnou organickou látkou je propylenglykol. Mezi další slučitelné organické látky patří polyoly, jako je například ethylenglykol nebo 1,7-heptan-diol,

respektive mono- a polyethylen a propylenglykoly s molekulovými hmotnostmi až 8 000, jakékoliv jejich monoalkyl(s 1 až 4 atomy uhlíku)ethery, sorbitol, glycerol, glukosa, diglycerol, sacharosa, laktosa, dextrosa, 2-pentanol, 1-butanol, mono-, di- a triethanolamonium, 2-amino-1-butanol a podobné, zvláště polyhydroxyalkoholy.

Pojem "polyol" tak, jak je zde používán, zahrnuje neredukující cukr, např. sacharosu. Sacharosa neredukuje Fehlingův roztok a je tedy klasifikována jako "neredukující" disacharid. Pokud není jinak uvedeno, pak pojem "sacharosa" tak, jak je zde používán, zahrnuje sacharosu, její deriváty a podobné neredukující cukry a podobné polyoly, které jsou v podstatě stabilní za teploty zpracování mýdel, tj. až 98 °C, např. trehalosa, rafinosa a stachyosa a sorbitol, laktitol a maltitol.

Slučitelné soli a hydráty solí se používají pro stabilizaci vzhledu kostky mýdla tím, že udržují vodu. Některými výhodnými solemi jsou chlorid sodný, síran sodný, hydrogenfosforečnan sodný, difosforečnan sodný a tetraboritan sodný.

Mezi slučitelné soli a hydráty solí obecně patří sodné, draselné, hořečnaté, vápenaté, hlinité, lithné a amonné soli anorganických kyselin a malých (se 6 nebo méně atomy uhlíku) karboxylových nebo jiných organických kyselin, odpovídající hydráty a jejich směsi, pokud jsou použitelné. Mezi anorganické soli patří chlorid, bromid, síran, metakřemičitan, orthofosforečnan, difosforečnan, polyfosforečnan, metaboritan, tetraboritan a uhličitan. Mezi organické soli patří acetát, formiát a citrát.

Mohou se používat také soli aminů rozpustné ve vodě. Výhodnými jsou chloridové soli monoethanolaminu, diethanolaminu a triethanolaminu (TEA).

V tomto vynálezu jsou použitelné hlinitokřemičitany a další hlinky. Některé výhodné hlinky jsou popsány v USA patentech

č. 4 605 509 a 4 274 975, které jsou zde zahrnuty jako citace.

Mezi další typy hlinek patří zeolit, kaolinit, montmorillonit, atapulgit, ilit, bentonit a haloysit. Jinou výhodnou hlinkou je kaolin.

Mezi vosky patří vosky odvozené od nafty (parafin, mikrokryсталický vosk a technická vazelina), vosky odvozené od rostlin (karnaubský, palmový vosk, candelila, vosk z cukrové třtiny a triglyceridy odvozené od rostlin), zvířecí vosky (včelí vosk, vorvaňovina, vlněný vosk, šelakový vosk a triglyceridy pocházející ze živočichů), minerální vosky (montar, ozokerit a cerezin) a syntetické vosky (Fischer-Tropschův vosk).

Výhodný vosk je používán ve zde uvedených příkladech. Použitelný vosk má teplotu tání (t.t.) od 49 °C do 85 °C, s výhodou od 52 °C do 79 °C. Výhodným parafinovým voskem je plně přečištěný naftový vosk s teplotou tání v rozmezí od 49 °C do 60 °C. Tento vosk je bezbarvý a bez chuti a vyhovuje požadavkům úřadu (FDA) jako potahový vosk pro potraviny a pro balení potravin. Tyto parafiny jsou komerčně snadno dostupné. Velice vhodný parafin se může získat například od firmy The Standard Oil Company of Ohio pod obchodním označením Factowax R-133.

Jiné vhodné vosky jsou prodávány firmou National Wax Co. pod obchodními názvy 9182 a 6971 s teplotami tání asi 55 °C. Jiný vhodný vosk je prodáván firmou Exxon Corp. pod obchodním označením 158 s t.t. 70 °C.

Parafin je v kostce s výhodou přítomen v množství od 5 do 20 % hmot. Parafinová složka se používá proto, že produktu poskytuje mírnost účinku na kůži, tvárlivost, pevnost a zpracovatelnost. Poskytuje také lesklý vzhled a hladký pocit kostky.

Parafinová složka je popřípadě doplněna mikrokryсталickým voskem. Vhodným mikrokryсталickým voskem je vosk s teplotou tání v rozmezí například od 60 °C do 85 °C, s výhodou od 62 °C do

79 °C. Tento vosk by měl s výhodou vyhovovat požadavkům úřadu (FDA) pro mikrokryсталické vosky kvality vhodné pro potraviny. Velmi vhodný mikrokryсталický vosk lze získat od firmy Witco Chemical Company pod obchodním označením Multiwax X-145A. Mikrokryсталický vosk je v kostce s výhodou přítomen v množství od 0,5 do 5 % hmot. Mikrokryсталický vosk dává kostce pružnost za teplot místnosti.

### Příklady provedení vynálezu

Následující příklady jsou ilustrací vynálezu a nejsou zamýšleny jako omezení rozsahu tohoto vynálezu. Všechny hodnoty a rozmezí, teploty, výsledky atd, které jsou zde použity, jsou přibližné, pokud není jinak uvedeno.

#### Popis testování příkladů

##### 1. Test tvrdosti kostky

Tvrdost kostky se stanovuje tak, že se při 25 °C měří hloubka proniknutí (v mm) do kostky, jak je to popsáno v tomto spisu. Vedle toho se může měřit také tvrdost kostky za zvýšené teploty při 49 °C.

##### 2. Test otěru kostky

Test otěru kostky se stanovuje tak, že 1) kostka mýdla se umístí na prohlížečící přístroj v kulaté misce o průměru 1400 mm, 2) do misky se přidá 200 ml vody o teplotě místnosti tak, že spodek kostky je ponořen 3 mm ve vodě, 3) kostka se nechá nasáknout přes noc (15 hodin), 4) kostka se vyndá a kvalitativně se vyhodnotí otěr a hloubka otěru na stupnici, kde 10 znamená žádný otěr, 8,0 až 9,5 znamená malé množství otěru, 5,0 až 7,5 znamená mírný otěr podobný většině kostek na trhu a 4,5 nebo méně znamená velice špatný otěr.

Komerční kostky mýdel, např. Safeguard<sup>(R)</sup>, Zest<sup>(R)</sup>, Ivory<sup>(R)</sup>

a Lava<sup>(R)</sup> mají otěr 5, 6, 6 a 6.

Příklad Y je výhodnou kostkou o pH pokožky, která má vynikající pevnost i za zvýšené teploty skladování (49 °C), velmi malý otěr a dobrou pěnivost.

#### Příklady ztuhlé kostky o pH pokožky

Příklady, které jsou uvedeny níže, jsou vyrobeny postupem ztuhlé kostky. Tento postup poskytuje pevnou, mírnou, osobní, čistící, ztuhlou kostku s nízkým otěrem s pH pokožky obsahující strukturu skeletu, která má releativní rigidní, vzájemně do sebe zapadající, polokontinuální, otevřenou, trojrozměrnou, krystalickou síť volné karboxylové kyseliny, která se vyrobí podle následujících stupňů:

I. míchá se roztavená směs (79 až 96 °C) obsahující (vzhledem k hmotnosti kostky) od 10 do 50 % hmot. v podstatě volné monokarboxylové kyseliny, od 15 do 40 % hmot. vody a od 15 do 65 % hmot. aniontového a/nebo neiontového pomocného činidla zpevňujícího kostku, z něhož alespoň 10 % hmot. z hmotnosti kostky znamená syntetické povrchově aktivní činidlo, popřípadě se tato směs vysuší,

II. tato směs se ve ztužovacím zařízení, kterým je škrabákový nástěnný výměník tepla, ochladí na polotuhou látku při teplotě chlazení 43 až 91 °C,

III. tato polotuhá látka se průtlačným lisováním vylisuje jako měkký kolík, který se dále chladí a krystaluje, dokud se nevytvoří osobní, čistící, ztuhlá kostka o pH pokožky.

Následující příklady jsou vyrobeny podle následujícího obecného postupu.

#### Stupeň I - míchání

Při tvorbě směsi je výhodné následující pořadí přidávání jednotlivých složek:

1. volná karboxylová kyselina,

2. ko-rozpouštědla,
  3. pevná povrchově aktivní činidla, jako je kokoylisethionát sodný,
  4. kapalná nebo měkká povrchově aktivní činidla včetně vodných roztoků, past atd., jako je lineární alkylbenzensulfonát sodný,
  5. glydant, pokud se používá,
  6. isethionát sodný, pokud se používá,
  7. roztok chloridu sodného ve vodě,
  8. polovina celkového množství škrobu, pokud se používá,
  9. doplnění na celkové množství vody,
  10. doplnění na celkové množství škrobu, pokud se používá,
- a
11. parfem.

Tato roztavená směs se míchá při teplotě od 76 do 96 °C tak, aby se vytvořila roztavená vodná směs. Optimální teplota míchání závisí na složení příslušného prostředku. Teploty nad 99 °C mohou vést k oxidaci a mohou způsobit převaření a provzdušnění roztavené směsi.

Případné stupně - provzdušnění, přidání minoritních příměsí a případné bleskové vysušení

Provzdušnění (případné) uvedené směsi a přidání parfemu (pouze jestliže se suší) a dalších minoritních přísad se provádí pozitivním objemovým čerpadlem nebo jiným řadovým mixerm. Tyto příklady nejsou provzdušňovány nebo sušeny. Směs ze stupně I se popřípadě vysuší, aby se snížilo množství vody na žádoucí úroveň, s výhodou tak, aby množství vody bylo 20 až 30 % hmot. Teplota při bleskovém sušení je od 135 do 157 °C při tlaku od 15,3 do 69 kPa. V nejvýhodnějších případech podle tohoto vynálezu se nepoužívá žádný stupeň sušení.

Stupeň II - chladičí zařízení

Směs se ve škrabákovém nástěnném výměníku tepla (chladičí

zařízení) ochladí tak, aby částečně zkrystalovaly složky z původní teploty od 82 do 93 °C nebo od 93 do 104 °C (jestliže jsou sušeny) na konečnou teplotu s výhodou od 43 do 91 °C, výhodněji od 48 do 82 °C a nejvýhodněji od 65 °C do 79 °C. Tato konečná teplota, na kterou se odkazuje také jako na teplotu vývodu chladicího zařízení (FOT), je typicky maximální teplota, při které se vytvoří hladký kolík, který si udržuje svůj tvar jakmile je jednou vytlačen na pohyblivý pás (stupeň III). Zvláště překvapující je to, že některé výhodné kostky si na pásu udržují svůj tvar s v podstatě žádným chlazením (t.j. původní teplota se rovná FOT).

Roztavená směs je s výhodou tak hustá, jak je to možné, ale tak, aby ještě byla pumpovatelná. Hustá směs se může získat tak, že se vytvoří hexagonální kapalná krystalická fáze, která je zde označována také jako střední fáze, v horké roztavené směsi. Hexagonální fáze a odpovídající zvýšení viskozity se získá při poměru syntetického povrchově aktivního činidla k vodě od 1:2 do 2:1, s výhodou od 0,75:1 do 1,5:1, i když přesné rozmezí pro vytvoření hexagonální fáze bude záviset na zbytku prostředku a na typu syntetického povrchově aktivního činidla. Některé výhodné kostky obsahují také škrob, jako je kukuřičný škrob nebo dextrin, nebo jiný zahušťovací polymer pro další zahuštění roztavené směsi.

### Stupeň III - průtlačné lisování

Roztavená směs ze stupně II se průtlačně lisuje na pohyblivý pás jako měkký kolík, který se pak nechá chladnout a plně vykristalovat, označí se a zabalí. Kolíky se s výhodou tvoří průtlačným lisováním, jak je to uvedeno v USA patentu č. 3 835 059, viz výše. V některých případech některé prostředky krystalují v chladicím zařízení (stupeň II). Získá se tak polotuhá látka, která má dostatečnou viskozitu, aby stála na pásu, při čemž po vytlačení dochází k další krystalizaci, což vede ke ztvrdnutí kostky. Konečná krystalizace volné karboxylové kyseliny v těchto případech vytvoří vzájemně do sebe zapadající,

polokontinuální, otevřenou síťovou strukturu ve ztuhlé kostce podle tohoto vynálezu.

Kolík se s výhodou řeže a označuje za teploty od 32 do 55 °C, s výhodou od 35 do 44 °C.

Zvláštní výhodou tohoto vynálezu je, že průtlačné lisování probíhá s malou krystalizací nebo vůbec bez krystalizace v chladicím zařízení. V některých výhodných případech je viskozita směsi ve stupni I dostatečná, takže směs se může ve stupni III lisovat s minimálním chlazením a tedy s malou nebo žádnou krystalizací v chladicím zařízení. Ve výhodných případech skutečně všechna volná karboxylová kyselina zkrystaluje po tom, co je směs vylisována, a ve ztuhlé kostce podle tohoto vynálezu se tak vytvoří do sebe zapadající, polokontinuální, otevřená síťová struktura. Zvláště překvapující je to, že střední fáze je užitečná, jelikož odborníkům zabývajícím se výrobou mýdel je dobře známo, že vytvoření střední fáze vede k nezpracovatelné, nepumpovatelné husté hmotě a je tedy velice žádoucí vyhnout se této střední fázi. Nečekaně však bylo zjištěno, že střední fáze podle tohoto vynálezu mají velmi zeslabený otěr a jejich zdánlivá viskozita je přibližně nepřímo úměrná rychlosti stříhu. Horká roztavená střední fáze ve stupni I se zřetluje mícháním a pumpováním, čímž se dosáhne dobrého promíchání složek a usnadní se přenos směsi do chladicího zařízení ve stupni II. Avšak snížený stříh při průtlačném lisování nečekaně a překvapivě vede ke zvýšení viskozity, která je dostatečná pro to, aby prostředek stál na pásu jako kolík.

Tabulka I souhrnně uvádí výhodná a výhodnější rozmezí viskozity jako funkci rychlosti stříhu pro stupeň I.

Tabulka I

| rychlost stříhu<br>(s <sup>-1</sup> ) | rozmezí viskozity (Pa.s) |            |
|---------------------------------------|--------------------------|------------|
|                                       | výhodné                  | výhodnější |
| 1                                     | 100 až 1000              | 100 až 500 |
| 5                                     | 5 až 100                 | 10 až 65   |
| 20                                    | 1 až 50                  | 2,5 až 25  |
| 50                                    | 0,5 až 12                | 1 až 5     |

V případě kombinace lojového a kokosového mýdla dobře známých odborníkům při výrobě postupem tuhnutí, je roztavená směs mnohem méně citlivá na stříh. Pro snížení vlhkosti a zvýšení viskozity je typicky potřebný sušicí stupeň, kdy se původní směs o vysoké vlhkosti může míchat a pumpovat, při čemž směs se sníženou vlhkostí získaná sušením má dostatečnou viskozitu pro zpracování postupem podle stupně II s chladicím zařízením. Zvláště výhodné podle tohoto vynálezu je to, že sušení není potřebné.

## Tabulka II

Srovnání viskozity ztuhlé kostky mýdla

| srovnávací příklady          | Z<br>(% hmot.) | AA<br>(% hmot.) |
|------------------------------|----------------|-----------------|
| složka:                      |                |                 |
| sodná sůl talového oleje     | 45,6           | 49,4            |
| kokoát sodný                 | 24,5           | 15,6            |
| volná mastná kyselina        | 29,5           | 0,1             |
| chlorid sodný                | 0,4            | 0,5             |
| voda                         | 29,5           | 23,4            |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ ) | 1,3            | 1,0             |
| viskozita (Pa.s)*            | 40,4           | 271             |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ ) | 4,0            | 4,0             |
| viskozita (Pa.s)*            | 14,8           | 68,1            |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ ) | 18,5           | 18,5            |
| viskozita (Pa.s)*            | 4,81           | 37,5            |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ ) | 50,8           | 43,4            |
| viskozita (Pa.s)*            | 2,33           | 28,8            |

\* při 88 °C

Ve shora uvedené tabulce jsou uvedeny viskozity při různých rychlostech stříhu pro konvenční prostředek ztužené mýdlové kostky.

Srovnávací příklad Z je příklad před sušením, srovnávací příklad AA je po sušení, jak je to popsáno v případných stupních. Vlhkost se z 29,5 % hmot. z hmotnosti kostky ve srovnávacím příkladu Z sníží na 23,4 % hmot. ve srovnávacím příkladu AA.

Je velmi žádoucí, aby prostředek měl velmi vysokou viskozitu při nízkém stříhu, aby se tak minimalizovalo množství krystalizace potřebné pro průtlačné lisování a stání na pásu. Velice přijatelná je tedy viskozita 271 Pa.s při nízkém stříhu  $1,0 \text{ s}^{-1}$  u prostředku s nízkou vlhkostí (AA), ale u prostředku s vysokou vlhkostí (Z) je příliš nízká, 40,4 Pa.s při  $1,3 \text{ s}^{-1}$ . Na druhé straně je velmi žádoucí mít nižší viskozity při vysokém stříhu, aby se dosáhlo dobrého míchání a pumpovatelnosti ve stupni I. Viskozity při vyšším stříhu prostředku s vysokou vlhkostí (Z) (2,33 až 4,81 Pa.s) jsou tedy přijatelné, i když tyto viskozity u prostředku s malým obsahem vlhkosti (AA) jsou příliš husté (28,8 až 37,5 Pa.s). Výsledkem je, že u srovnávacího příkladu Z je pro zpracování prostředku ze stupně I ve stupni II nutný sušící stupeň.

Tabulka III

Ztuhlé kostky o pH pokožky (pH 5,5 až 6,0)

| příklady                                    | BB<br>(% hmot.) | CC<br>(% hmot.) | DD<br>(% hmot.) |
|---------------------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| složka:                                     |                 |                 |                 |
| 12-hydroxystearová kyselina                 | 16,2            | 14,1            | 14,5            |
| kokoylisethionát sodný                      | 44,5            | 38,7            | 38,1            |
| lineární alkylbenzensulfonát<br>sodný (LAS) | 1,5             | 1,4             | -               |
| alkylglycerylethersulfonát<br>sodný (AGS)   | 6,2             | 5,4             | 3,1             |
| lauroylsarkosinát sodný                     | 4,8             | 4,2             | 4,0             |
| hlínka altowhite                            | -               | -               | 3,9             |
| chlorid sodný                               | 0,2             | 0,2             | 0,1             |
| voda                                        | 23,0            | 33,0            | 33,5            |
| minoritní příměsi                           | 3,6             | 3,1             | 2,8             |
| průnik (mm)                                 | 11,0            | 0,3             | 7,0             |
| otěr                                        | 5,0             | 8,5             | 9,0             |
| FOT* (°C)                                   | 58              | 59-81           | 63-89           |

\* teplota na výstupu z chladicího zařízení

Ve shora uvedených případech se prostředek v příkladu CC vyrábí přidáním další vody k roztavené směsi z příkladu BB, což vede ke zvýšení množství vody z 23,0 % hmot. u BB na 33,0 % hmot. u CC. V těchto případech se roztavená směs ze stupně I přidáním vody stane viskoznější (CC). To vede k vyšší FOT ve stupni II u CC, FOT má pro BB maximum při 58 °C, zatímco u CC má maximum při 81 °C. CC je tedy tvrdší kostka než BB s průnikem 9,3 mm proti 11,0 mm a má zlepšený otěr, 8,5 proti 5,0. Příklad DD ukazuje, že dalšího zlepšení tvrdosti a otěru vzhledem k příkladu CC lze dosáhnout snížením množství některých syntetických povrchově aktivních činidel (1,4 % hmot. LAS a 5,4 % hmot. AGS u CC proti 0 % LAS a 4,0 % hmot. AGS u DD) a přidáním 3,9 % hmot. hlínky u DD.

## Tabulka IV

Výhodné ztuhlé kostky s pH pokožky

| příklady                         | EE<br>(% hmot.) | FF<br>(% hmot.) | GG<br>(% hmot.) |
|----------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| složka:                          |                 |                 |                 |
| 12-hydroxystearová kyselina      | 14,5            | 18,8            | 14,6            |
| lauroylisethionát sodný          | 34,5            | 32,3            | -               |
| kokoylisethioát sodný            | -               | -               | 34,8            |
| alkylglycerylethersulfonát sodný | -               | 2,7             | 3,0             |
| lauroylsarkosinát sodný          | 4,0             | 3,6             | 4,0             |
| kokobetain                       | 3,0             | 3,1             | -               |
| hlinka altowhite                 | 4,0             | 3,4             | 4,0             |
| chlorid sodný                    | 0,6             | -               | 0,1             |
| vůně                             | 0,6             | -               | 0,5             |
| minoritní příměsi                | 4,0             | 5,6             | 6,0             |
| voda                             | 34,8            | 33,5            | 32,8            |
| pH                               | 6,0             | -               | -               |
| průnik (mm)                      | 7,5             | 9,0             | 7,8             |
| otěr                             | 8,5             | 8,5             | 9,5             |
| FOT (°C)                         | 60              | 62-66           | 67              |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ )     | 1               | 1               | 1               |
| viskozita (Pa.s)*                | 209**           | 166**           | 225**           |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ )     | 5               | 5               | 5               |
| viskozita (Pa.s)*                | 60,7            | 27,2            | 44,0            |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ )     | 20              | 20              | 20              |
| viskozita (Pa.s)*                | 21,3            | 4,0             | 12,93           |
| rychlost stříhu ( $s^{-1}$ )     | 50              | 50              | 50              |
| viskozita (Pa.s)*                | 10,2            | 1,86            | 4,6             |

\* při 81 °C

\*\* extrapolováno

Ve shora uvedených případech, příklady EE, FF a GG, je ukázáno zeslabení otěru, při čemž roztavená směs ve stupni I má relativně nízkou viskozitu při vysokém střihu, 1,8 Pa.s až 10,2 Pa.s při  $50 \text{ s}^{-1}$ , dostatečnou pro to, aby umožňovala dobré míchání, a má velmi vysokou viskozitu při nízkém střihu, 166 až 225 Pa.s při  $1 \text{ s}^{-1}$ , co vede u vylisování protlačováním při relativně vysoké FOT (60 až 67 °C) k získání kostky s dobrou pevností a vynikajícím otěrem bez toho, aby byl zapotřebí stupeň sušení.

Prv 2298-99  
E.I.  
52871

P A T E N T O V É   N Á R O K Y

1. Ztuhlá kostka o pH pokožky, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje:

A) od 10 do 50 % hmot. v podstatě volné monokarboxylové kyseliny, při čemž ne více než 15 % hmot. v podstatě volné monokarboxylové kyseliny je zneutralizováno,

B) od 15 do 65 % hmot. aniontového a/nebo iontového pomocného činidla zpevňujícího kostku, při čemž toto činidlo obsahuje alespoň 10 % hmot. syntetického povrchově aktivního činidla z hmotnosti kostky a

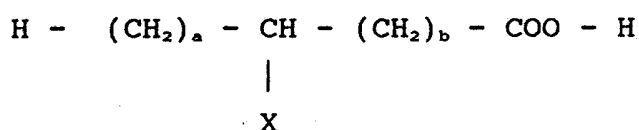
C) od 15 % hmot. do 40 % hmot. vody z hmotnosti kostky, při čemž tato ztuhlá kostka se vyrábí postupem sestávajícím z následujících stupňů;

I. míchá se roztavená směs obsahující v podstatě volnou karboxylovou kyselinu, vodu a pomocné činidlo zpevňující kostku při teplotě 79 až 96 °C,

II. tato směs se v chladícím zařízení, kterým je škrabákový nástěnný výměník tepla, ochladí na výstupní teplotu 43 až 91 °C a

III. průtlačným lisováním se vylisuje polotuhá látka jako měkký kolík, který se dále chladí a krystaluje, dokud se nevytvoří osobní, čistící, ztuhlá kostka o pH pokožky, při čemž roztavená směs ze stupně I obsahuje kapalnou krystalickou střední fázi, tato roztavená směs má viskozitu od 100 Pa.s do 1 000 Pa.s při rychlosti stříhu  $1 \text{ s}^{-1}$ , od 5 Pa.s do 100 Pa.s při rychlosti stříhu  $5 \text{ s}^{-1}$ , od 1 Pa.s do 50 Pa.s při rychlosti stříhu  $20 \text{ s}^{-1}$ , od 0,5 Pa.s do 12 Pa.s při rychlosti stříhu  $50 \text{ s}^{-1}$ , poměr syntetického povrchově aktivního činidla k vodě je od 2:1 do 1:2, ztuhlá kostka má při 25°C hodnotu průniku 0 až 12 mm, s výhodou pomocné činidlo zpevňující kostku zvyšuje rozpustnost karboxylových kyselin v roztavené směsi stupně I a roztavená směs má s výhodou viskozitu od 100 Pa.s do 500 Pa.s při rychlosti stříhu  $1 \text{ s}^{-1}$ , od 5 Pa.s do 65 Pa.s při rychlosti stříhu  $5 \text{ s}^{-1}$ , od 2,5 Pa.s do 25 Pa.s při rychlosti stříhu  $20 \text{ s}^{-1}$  a od 1 Pa.s do 5 Pa.s při rychlosti stříhu  $50 \text{ s}^{-1}$ .

2. Ztuhlá kostka o pH pokožky podle nároku 1, v y z n a -  
č u j í c í s e t í m , že teplota na výstupu z chla-  
dícího zařízení je od 65 do 82 °C, při čemž viskozita do-  
sažená ve stupni I je dostatečná k tomu, aby ve stupni II  
bylo zapotřebí malého chlazení nebo nebylo potřeba žádného  
chlazení pro to, aby se průtlačně vylisovala uvedená směs  
jako měkký kolík ve stupni III, a alespoň 80 % hmot. mono-  
karboxylové kyseliny znamená sloučeninu následujícího o-  
becného vzorce:



v němž

a+b znamená číslo 10 až 20,

a a b znamenají nezávisle na sobě číslo 0 až 20,

X znamená atom vodíku, skupinu OR, skupinu O-C-R<sub>1</sub>,



skupinu R nebo jejich směsi,

R znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, atom  
vodíku nebo jejich směsi a

R<sub>1</sub> znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku

a kostka má hodnotu průniku menší než 12 mm při teplotě  
49 °C a méně než 5 % hmot. monokarboxylové kyseliny (A) je  
zneutralizováno.

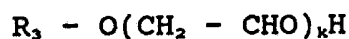
3. Ztuhlá kostka o pH pokožky podle nároku 1, v y z n a -  
č u j í c í s e t í m , že pomocné činidlo zpevňující  
kostku je vybráno ze skupiny sestávající z:

I. 10 až 50 % hmot. syntetického povrchově aktivního či-  
nidla, při čemž toto syntetické povrchově aktivní činidlo  
je vybráno ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, sulfoná-  
tů parafinu, sulfonátů alkylglyceryletherů, aniontových  
acylsarkosinátů, methylacyltaurátů, lineárních alkylben-  
zensulfonátů, N-acylglutamátů, alkylglukosidů, esterů α-  
sulfo-mastných kyselin, acyl-isethionátů, amidů glukosy,  
alkylsulfosukcinátů, alkyletherkarboxylátů, esterů alkyl-

fosfátů, esterů ethoxylovaných alkylfosfátů, esterů methylglukosy, kondenzátů proteinů, alkylethersulfátů s 1 až 12 ethoxyskupinami a jejich směsí, při čemž uvedená povrchově aktivní činidla obsahují alkylenevé řetězce s 8 až 22 atomy uhlíku, a jejich směsí a

II. 0 až 40 % hmot. ko-rozpouštědla, které je vybráno ze skupiny sestávající z:

a) netěkavých, ve vodě rozpustných neiontových organických rozpouštědel, která jsou vybrána ze skupiny sestávající z polyolu obecného vzorce



|

$R_4$

v němž  $R_3$  znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,  $R_4$  znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu a  $k$  znamená číslo od 1 do 200, alkandiolů se 2 až 10 atomy uhlíku, sorbitolu, glycerinu, cukrů, cukerných derivátů a močoviny,

při čemž v monokarboxylové kyselině  $X$  znamená atom vodíku a  $a+b$  znamená číslo od 12 do 20 nebo monokarboxylová kyselina znamená 12-hydroxystearovou kyselinu, množství vody je s výhodou od 20 do 30 % hmot. z hmotnosti kostky, množství povrchově aktivního činidla je s výhodou od 20 do 30 % hmot. z hmotnosti kostky, poměr syntetického povrchově aktivního činidla k vodě je od 2:1 do 1:2, syntetické povrchově aktivní činidlo znamená sodnou sůl, která je vybrána ze skupiny sestávající z alkylglycerylethersulfonátů, acylisethionátů, amidů glukosy a jejich směsí, při čemž povrchově aktivní činidla obsahují alkylenevé řetězce s 10 až 18 atomy uhlíku, a jejich směsí, a výhodněji povrchově aktivní činidlo znamená acylisethionát sodný a poměr syntetického povrchově aktivního činidla k vodě je od 1,5:1 do 0,75:1.

4. Ztuhlá kostka o pH pokožky podle nároku 3, v y z n a -  
č u j í c í s e t í m , že acylisethionát sodný je

vybrán ze skupiny sestávající z kokoylisethionátu sodného, lauroylisethionátu sodného a jejich směsí.

5. Ztuhlá kostka o pH pokožky podle nároku 1, 2, 3 nebo 4, v y z n a č u j í c í s e t í m , že tato kostka obsahuje od 0,1 do 60 % hmot. dalších přísad čistících kostek mýdla, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z:

od 0,5 do 1 % hmot. uvedeného draselného mýdla,  
od 0,5 do 1 % hmot. triethanolamoniového mýdla,  
od 1 do 40 % hmot. velice jemných ve vodě nerozpustných materiálů, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z uhličitanu vápenatého a talku,

od 0,1 do 20 % hmot. polymerních pomocných činidel pro zlepšení pocitu na pokožce,

od 0,5 do 25 % hmot. hlinitokřemičitanové hlínky a/nebo jiných hlinek, při čemž uvedené hlinitokřemičitany a hlínky jsou vybrány ze skupiny sestávající ze zeolitů, kaolínu, kaolinitu, montmorilonitu, atapulgitu, ilitu, bentonitu, haloysitu a kalcinovaných hlinek,

od 1 do 40 % hmot. solí, hydrátů solí a jejich směsí, při čemž uvedená sůl a hydrát soli mají kation, který je vybrán ze skupiny sestávající z následujících kationtů: sodný, draselný, hořečnatý, vápenatý, hlinitý, lithný, amonný, monoethanolamoniový, diethanolamoniový a triethanolamoniový, při čemž uvedená sůl a hydrát soli mají anion, který je vybrán ze skupiny sestávající z následujících aniontů: chlorid, bromid, síran, metakřemičitan, orthofosforečnan, difosforečnan, polyfosforečnan, metaboritan, tetraboritan, uhličitan, hydrogenuhličitan, hydrogenfosforečnan, isethionát, methylsulfát a mono- a poly-karboxylát se 6 nebo méně atomy uhlíku,

od 0,5 do 30 % hmot. škrobu,

od 1 do 20 % hmot. amfoterního ko-rozpouštědla, které je vybráno ze skupiny sestávající z alkylbetainů, alkylsulfatinů, trialkylaminoxidů a jejich směsí,

od 0,1 do 40 % hmot. hydrofobního materiálu, který je vy-

brán ze skupiny sestávající z mikrokryсталického vosku, technické vazeliny, karnaubského vosku, palmového vosku, vosku candelila, vosku z cukrové třtiny, rostlinných triglyceridů, včelího vosku, vorvaňoviny, lanolinu, dřevného vosku, šelakového vosku, zvířecích triglyceridů, montaru, parafinu, zemního vosku, ceresinu a Fischer-Tropschova vosku,

tato kostka s výhodou obsahuje škrob od 1 do 15 % hmot. z hmotnosti kostky, při čemž tento škrob je výhodněji v kostce obsažen v množství od 1 do 15 % hmot. z hmotnosti kostky a je vybrán ze skupiny sestávající z kukuřičného škrobu a dextrinu.

6. Způsob výroby ztuhlé kostky o pH pokožky, která obsahuje alespoň dvě fáze a celkově od 10 do 50 % hmot. v podstatě volné monokarboxylové kyseliny nebo směsi volné a zneutralizované monokarboxylové kyseliny, od 15 do 65 % hmot. ve vodě rozpustného organického aniontového a/nebo neiontového pomocného činidla zpevňujícího kostku a od 15 % hmot. do 40 % hmot. vody z hmotnosti kostky, při čemž volná karboxylová kyselina představuje od 85 do 100 % hmot. z uvedené směsi volné a zneutralizované karboxylové kyseliny a naopak, zneutralizovaná karboxylová kyselina představuje 0 až 15 % hmot. z uvedené směsi volné a zneutralizované karboxylové kyseliny, v y z n a č u j í c í s e t í m , že sestává z následujících stupňů:

I. míchá se roztavená (79 až 96 °C) směs obsahující v podstatě volnou karboxylovou kyselinu, vodu a pomocné činidlo zpevňující kostku, popřípadě se tato směs částečně vysuší,

II. tato směs se ve ztužovacím zařízení, kterým je škrobákový nástěnný výměník tepla, ochladí na polotuhou látku na teplotu 43 až 91 °C a

III. průtlačným lisováním se vylisuje polotuhá látka jako měkký kolík, ten se dále chladí a krystaluje, dokud se nezíská ztuhlá kostka o pH pokožky,

při čemž tato ztuhlá kostka má hodnotu průniku od 0

do 12 mm měřeno při 25 °C 247g sondou Standard Weighted Penetrometer Probe s konickou jehlou připevněnou na 22,9cm tyčce o hmotnosti 47 g s 200 g na vršku tyčky, celkově tedy o hmotnosti 247 g, kde tato konická jehla má na vršku 1,51 cm a na špičce 0,08 cm.

7. Způsob výroby ztuhlé kostky o pH pokožky podle nároku 6, v y z n a č u j í c í s e t í m , že roztavená směs obsahuje kapalnou krystalující střední fázi, při čemž tato roztavená směs má viskozitu od 100 Pa.s do 1 000 Pa.s při rychlosti stříhu  $1\text{ s}^{-1}$ , od 5 Pa.s do 100 Pa.s při rychlosti stříhu  $5\text{ s}^{-1}$ , od 1 Pa.s do 50 Pa.s při rychlosti stříhu  $20\text{ s}^{-1}$  a od 0,5 Pa.s do 12 Pa.s při rychlosti stříhu  $50\text{ s}^{-1}$ , roztavená směs má s výhodou viskozitu od 100 Pa.s do 500 Pa.s při rychlosti stříhu  $1\text{ s}^{-1}$ , od 5 Pa.s do 65 Pa.s při rychlosti stříhu  $5\text{ s}^{-1}$ , od 2,5 Pa.s do 25 Pa.s při rychlosti stříhu  $20\text{ s}^{-1}$  a od 1 Pa.s do 5 Pa.s při rychlosti stříhu  $50\text{ s}^{-1}$  a teplota na výstupu z chladicího zařízení ve stupni II je s výhodou 65 až 82 °C, při čemž výhodněji je viskozita dosažená ve stupni I dostatečná pro to, aby ve stupni II bylo zapotřebí pouze malé chlazení nebo aby nebylo potřeba žádného chlazení a pro to, aby uvedená směs průtlačným lisováním poskytla měkký kolík.
8. Způsob výroby ztuhlé kostky o pH pokožky podle nároku 6, v y z n a č u j í c í s e t í m , že roztavená směs obsahuje kapalnou krystalující střední fázi, při čemž poměr syntetického povrchově aktivního činidla k vodě při tvorbě uvedené střední fáze je od 2:1 do 1:2, s výhodou je voda přítomna v množství od 20 do 30 % hmot., v podstatě volná mnonokarboxylová kyselina je přítomna v množství od 15 do 25 % hmot. a pomocné činidlo zpevňující kostku znamená syntetické povrchově aktivní činidlo přítomné v množství od 20 do 30 % hmot. z hmotnosti pevné kostky, s výhodou tato kostka obsahuje rigidní strukturu skeletu krystalické fáze obsahující vzájemně do sebe zapadající, otevřenou, trojrozměrnou síť prodloužených krystalů se-

stávající v podstatě z a) volné monokarboxylové kyseliny nebo b) směsi volné a zneutralizované karboxylové kyseliny, při čemž kostka obsahuje také směs vodných fází, tato směs (pokud se měří samotná) má hodnotu průniku větší než 12 mm až úplný průnik při 25 °C, kostka má s výhodou hodnotu průniku od 3 do 9 mm při 25 °C a méně než 12 mm při 49 °C, tato kostka obsahuje různé fáze neobsahující karboxylové kyseliny, ale obsahující kapičky nebo krystalky, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z vosků, technické vazeliny a hlinek, a stupeň I zahrnuje stupeň sušení.

~~Zastupuje:~~