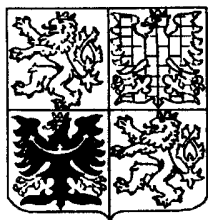


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 18.03.93
(32) 20.03.92
(31) 92/854932
(33) US
(40) 13.09.95

(21) 2301-94

(13) A3

6(51)

C 11 D 10/04

C 11 D 17/00

(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;
Quiram Daniel Jonathan, Norfolk, VA, US;
Evans Marcus Wayne, Cincinnati, OH, US;

(54) Kosmetická, čistící tyčinka s neutrálním pH a
způsob její přípravy

(57) Vynález poskytuje pevnou, obzvláště jemnou, kosmetickou, čistící tyčinku s neutrálním pH sestávající z: 5 až 50 % hmotnostních monokarboxylové kyseliny, která je z 20 až 65 % hmotnostních neutralizována; 20 až 65 % hmotnostních anionické a/nebo neionické podpory pevnosti tyčinky a 15 až 55 % hmotnostních vody vztaženo na celou tyčinku; kde tvoří volná monokarboxylová kyselina 35 až 80 % hmotnostních ze směsi volné a neutralizované monokarboxylové kyseliny, u které je neutrální pH 6,3 až 8,0, kde je kation neutralizované monokarboxylové kyseliny ze skupiny sestávající ze sodíku, hořčíku, vápníku, hliníku a jejich směsí, a kde tato tyčinka obsahuje pevný strukturní skelet z krystalické fáze sestávající z vzájemně spojeného, otevřeného trojrozměrného pletiva sestávajícího z podstatné části ze zmíněné monokarboxylové kyseliny. Dále je popsán způsob její přípravy.

Kosmetická, čistící tyčinka s neutrálním pH a způsob její přípravy

Oblast techniky

Drožd ovný VLÁČNÍK	Došlo	27 11 95	Cl.	11 7 6 6 5

Vynález se týká kosmetických, čistících tyčinek založených na základě karboxylových kyselin.

Dosavadní stav techniky

Tyčinky s neutrálním pH jsou již známé. Předchozí tyčinky s neutrálním pH nemohly obsahovat podstatné množství hygroskopických materiálů, měkkých pevných látek a kapalin, včetně vody, aniž by se staly měkkými nebo lepkavými se špatným otěrem. Věříme, že pevné kosmetické, čistící tyčinky s neutrálním pH, které mají nízký otěr, definované v tomto dokumentu, jsou nové a nečekaně pevné, s dobrým otěrem.

U. S. patent č. 3,557,006 - Ferrara a kol., vydaný 19. 1. 1971 popisuje složenou mýdlovou tyčinku, která má při používání kyselé pH. Další reference, které se týkají této problematiky jsou: U. K. patent specifikace 513,696 - Mangeot, přijatý 19. 8. 1939, Japonská patentová žádost č. 54-151410, podaná 21. 11. 1979 a vydaná 6. 6. 1985 a U. S. patent č. 4,606,839 - Harding, vydaný 19. 8. 1986.

Některé komerční tyčinky s neutrálním pH jsou: DOVE®, CARESS® a OLAY®.

U. S. patent č. 2,988,511 - Mills, vydaný 13. 6. 1961, který je zde zahrnut jako reference, popisuje tyčinku s nízkým otěrem.

Otěr tyčinky označovaný též jako těžkopádnost tyčinky je měkká pevná látka, nebo kaše, která se tvoří na povrchu tyčinky když se ponoří do vody a

spotřebiteli je pokládán za nepříjemný, neatraktivní a neekonomický.

Nicméně zkoušení osobních, kosmetických, čistících tyčinek použitých v dnešní průměrné koupelně ukazuje, že je stále ještě potřeba zlepšit otěr kosmetické, čistící tyčinky.

Otěr tyčinky je zejména špatný u tyčinek s neutrálním pH, které obsahují vyšší hodnoty ($50\% \pm 10\%$ hmotn.) syntetického tenzidu.

O tvorbě pevných vláken mýdlového jádra z laurátu sodného informuje v roce 1940 L. Marton a kol. v Journal of American Chemical Society (Vol. 63, str. 1990 - 1993).

Japonský patent J5 7030-798 z 30. 6. 1980 popisuje transparentní formovanou nebo litou mýdlovou tyčinku.

Předmětem předkládaného vynálezu je vyrobit pevnou, jemnou, kosmetickou, čistící tyčinku s neutrálním pH a nízkým otěrem, která obsahuje relativně vysoké množství vlhkosti v přítomnosti syntetického tenzidu a měkkých pevných látek, jako jsou vodorozpustné polyoly a uhlovodíkové tuky.

Podstata vynálezu

Vynález poskytuje pevnou, obzvláště jemnou, kosmetickou, čistící tyčinku s neutrálním pH, která obsahuje: 5 až 50 % hmotnostních monokarboxylové kyseliny, která je z 20 až 65% hmotnostních neutralizována; 20 až 65% hmotnostních anionické a/nebo neionické podpory pevnosti tyčinky a 15 až 55% hmotnostních vody vztaženo na hmotnost celé tyčinky,

u které tvoří volná monokarboxylová kyselina 35 až 80% hmotnostních ze směsi volné a neutralizované monokarboxylové kyseliny,

u které je neutrální pH od 6,3 do 8,0 ,

u které je kation neutralizované monokarboxylové kyseliny ze skupiny sestávající ze sodíku, hořčíku, vápníku, hliníku a jejich směsí, a

tato tyčinka obsahuje pevný strukturní skelet z krystalické fáze, který obsahuje vzájemně spojené, otevřené trojrozměrné pletivo, které je z podstatné části složeno ze zmíněné monokarboxylové kyseliny.

Vynález poskytuje pevnou, obzvláště jemnou, kosmetickou, čistící tyčinku s neutrálním pH, která obsahuje: 5 až 50 % hmotnostních monokarboxylové kyseliny, která je z 20 až 65 % hmotnostních neutralizována; 15 až 65 % hmotnostních anionické a/nebo neionické podpory pevnosti tyčinky, která s výhodou obsahuje přinejmenším 5 % hmotnostních celé tyčinky, syntetického tenzidu a 15 až 55 % hmotnostních celé tyčinky, vody,

u které je kation neutralizované monokarboxylové kyseliny ze skupiny sestávající ze sodíku, hořčíku, vápníku, hliníku a jejich směsí,

u které neutralizovaná karboxylová kyselina a syntetický tenzid dohromady tvoří s výhodou 10 až 65 %, ještě výhodněji 25 až 50 % hmotnostních celé tyčinky

a tato tyčinka obsahuje pevný strukturní skelet z krystalické fáze, který obsahuje vzájemně spojené, otevřené trojrozměrné pletivo, které je z podstatné části složeno ze zmíněné monokarboxylové kyseliny.

Termíny "karboxylová kyselina" a monokarboxylová kyselina" se používají jako zaměnitelné, pokud není specifikováno jinak, a jsou v tomto dokumentu definovány tak, že zahrnují "volnou" karboxylovou kyselinu a neutralizovanou karboxylovou kyselinu, které jsou obsaženy v tyčince, pokud není specifikováno jinak.

Termín "s neutrálním pH", jak se používá v tomto dokumentu znamená, že tyčinka (1% hmotn.roztok) má pH 6,3 až 8, 0

a zejména 6,5 až 7,5.

"Slabě kyselá", jak se používá v tomto dokumentu, znamená, že tyčinka (1%hmotn.) má pH 4,8 až 6, která se liší od tyčinky s neutrálním pH. Slabě kyselá, kosmetická pH tyčinka je předmětem přihlášky US 854,931 podané 20.03.1992 která je zde zahrnuta jako reference. V této žádosti je neutralizováno maximálně 15% hmotnostních karboxylové kyseliny.

Termíny "neutralizovaná karboxylová kyselina", "mýdlo", "soli mastné kyseliny" a "soli monokarboxylové kyseliny" se v tomto dokumentu používají jako zaměnitelné.

Pevná, kosmetická, čistící tyčinka má hodnotu penetrace od 0 až do 12 mm měřenou při 25°C, s výhodou při 50°C, pomocí Standardní vážené penetrometrické sondy vážící 247 g, která má kónickou jehlu připojenou k hřídeli délky 9 palců (22.9 cm), která váží 47 g s 200 g na vrcholku hřídele, se kterými dosahuje celkové hmotnosti 247 g, kónická jehla má na vrcholku rozměr 19/32 palce (1.51 cm) a na špičce 1/32 palce (0.08 cm).

V dalším bodě poskytuje předkládaný vynález pevnou, kosmetickou, čistící tyčinku s neutrálním pH, která obsahuje přinejmenším dvě fáze a 5 až 50 % hmotnostních celkového množství směsi volné a neutralizované kyseliny; 15 až 65 % hmotnostních anionické a/nebo neionické podpory pevnosti tyčinky, která je s výhodou tvořena přinejmenším 5% hmotnostních celé tyčinky, syntetickým tenzidem a 15 až 55% hmotnostních celé tyčinky, vody.

Zvlášť překvapivý aspekt předkládaného vynálezu je, že je vyžadována anionická a/nebo neionická podpora pevnosti tyčinky, aby tyčinka byla přijatelně pevná. Tato podpora pevnosti tyčinky zahrnuje rozpouštědla jako je propylenglykol a syntetické tenzidy jako je 2-hydroxyethansulfonát sodný, který obvykle způsobuje změkčení tyčinky u běžných typů tyčinek, zejména v

~~5.1
55843~~

přítomnosti relativně vysokého množství vody.

V dalším bodě obsahuje tyčinka podle předkládaného vynálezu pevný strukturní skelet z krystalické fáze, který obsahuje vzájemně spojené, otevřené trojrozměrné pletivo prodloužených krystalů, které je z podstatné části složeno ze směsi volné a neutralizované karboxylové kyseliny.

Další fáze v tyčince podle předkládaného vynálezu je směs vodné fáze. Vodná směs (pokud se měří sama, bez karboxylové kyseliny) má hodnotu penetrace vyšší než 12 mm až ke kompletní penetraci při 25°C.

Přesněji je strukturní skelet relativně pevné, vzájemně spojené, otevřené, trojrozměrné pletivo prodloužených krystalů monokarboxylové kyseliny.

"Prodloužené krystaly" jsou destičky a/nebo vlákna.

Termíny "strukturní skelet", "skeletální struktura", "jádro" a "skeletální tvar" se v tomto dokumentu používají často jako zaměnitelné.

Termín "tvarovaná pevná látka" tak, jak se používá v tomto dokumentu, zahrnuje tvary jako jsou tyčinky, koláčovité kusy a podobně. Termín "tyčinka" tak, jak se používá v tomto dokumentu, znamená totéž pokud není specifikováno jinak.

Termín "pletivo" tak, jak se používá v tomto dokumentu, znamená vzájemně spojenou, krystalickou, síť skeletu s mezerami nebo otvory, které lze pozorovat při zvětšení od 1000x do 5000x rastrovacím elektronovým mikroskopem.

Trojrozměrné pletivo lze pozorovat užitím rastrovacího elektronového mikroskopu. Příprava vzorku pro rastrovací elektronový mikroskop zahrnuje zlomení tyčinky (tvarované pevné látky), aby se získal čerstvý povrch pro testování. Zlomený vzorek je zmenšen (žiletkou) na obdélník 10 mm x 15 mm tloušťky 5 mm. Vzorek je upevněn na hliníkový stolek rastrovacího

elektronového mikroskopu pomocí stříbrného nátěrového lepidla. Připevněný vzorek je pokryt $3 \cdot 10^{-8}$ m zlata/palladia v zařízení na pokovování rozprašováním Pelco. Před pokrytím je vzorek podroben na hodinu působení vakua, které stačí k dostatečnému odstranění vlhkosti z tyčinky, aby se zajistila přijatelná kvalita pokrytí. Po pokrytí je vzorek umístěn do komory rastrovacího elektronového mikroskopu a zkoumán za standardních podmínek rastrovacím elektronovým mikroskopem Hitachi Model S570, aby bylo vidět skeletní (jaderný) tvar.

Prodloužené krystaly jsou složeny z vybraných směsí volné a neutralizované karboxylové kyseliny proto jsou odlišné od mýdel nebo zejména prodloužených krystalů neutralizovaných kyselin z U. S. patentové žádosti, seriové číslo 07/617,827 - Kacher a kol., podané 26. 11. 1990 nyní opuštěné ve prospěch U. S. patentové žádosti, seriové číslo 07/782,956, podané 1. 11. 1991, která je zde zahrnuta jako reference. V těchto případech jsou pH tyčinek z příkladů (1%hmotn. roztok) 9 až 10 na rozdíl od neutrálního pH 6,3 až 8. Protože lidská kůže je mírně kyselé (pH 4,8 až 6,0), je žádoucí, aby kosmetická tyčinka na čištění kůže měla podobné pH. Přípravky s neutrálním pH mohou obsahovat vyšší hodnoty volné karboxylové kyseliny a méně hrubého mýdla. Podpora pevnosti tyčinky, tak jak je definována v tomto dokumentu ani v jednom z těchto případů, na rozdíl od předkládaného vynálezu, není vyžadována.

V dalším bodě poskytuje předkládaný vynález kosmetickou, čistící tyčinku s neutrálním pH se zlepšenou pevností, která obsahuje zmíněnou strukturu skeletu. Některé tvarované pevné látky jsou v kosmetických, čistících tyčinkách, které obsahují překvapivě vysoké množství vodné fáze sestávající z vody, dalších kapalin a měkčících materiálů. Bez ohledu na přítomnost

relativně velkého množství vodné fáze si tyčinky podle předkládaného vynálezu uchovávají svou pevnost a výborné vlastnosti co se otěru týče, dokonce i když jsou ponechány namočený přes noc ve vodě. Bez vazby na nějakou teorii jsou tvarované pevné látky obsahující tyto fáze podobné relativně pevné mokré houbě.

Krystalická fáze obsahuje prodloužené krystaly ve formě vzájemně spojených destiček a/nebo vláken, obvykle ale destiček. S výhodou jsou krystaly složeny z karboxylových kyselin. Vzájemně spojené pletivo vláken a/nebo destiček dodává sílu trojrozměrné struktury, dokonce i v přítomnosti relativně velkého množství vody nebo jiných změkčujících materiálů, dokonce i když je ponecháno namočeno přes noc ve vodě.

Pevnost tyčinky, tj. sílu struktury skeletu lze měřit odporem k penetraci tyčinky za použití Standardní vážené penetrometrické sondy. Další podrobnosti viz Test tvrdosti tyčinky popsany dále. Tyčinka má dostatečnou pevnost nebo tuhost pokud vzorek kosmetické, čistící tyčinky tloušťky 20 mm nebo více má při 25°C penetraci od 0 mm do 12 mm, s výhodou od 1 mm do 10 mm, ještě výhodněji od 3 mm do 8 mm.

Předkládané tyčinky jsou odlišné od běžných průhledných tyčinek velikostí krystalů stejně jako dalšími charakteristikami. Krystaly nebo krystalové svazky, které tvoří vzájemně spojenou pletivovou strukturu podle předkládaného vynálezu mají s výhodou takovou velikost, že způsobují difrakci světla a proto tedy jsou větší než 400 nm ať v průměru nebo po délce. Na druhou stranu, běžné průhledné tyčinky získávají svou průhlednost tím, že obsahují krystaly o průměru nebo délce menší než je vlnová délka bílého světla, která je větší než 400 nm a následně nezpůsobují difrakci světla.

Bez vazby na nějakou teorii, předpokládáme, že skeletní struktura

obsahuje značné "prázdné" prostory, které jsou vyplněny měkkou a/nebo kapalnou vodnou fází. Překvapivou skutečností tohoto vynálezu je, že fyzikální vlastnosti tyčinky jako je tvrdost a malý otěr z větší části závisí na krystalické vzájemně propojené pletivové struktuře, dokonce i když ostatní fáze tvoří většinu přítomného materiálu. V běžných tyčinkách může mnoho složek ovlivňovat celkové fyzikální vlastnosti tyčinky, protože složky modifikují fázi a strukturu mýdla nebo syntetického tenzidu, který především určuje fyzikální vlastnosti tyčinky. Kombinace dvou nebo více fází (např. mýdlo a vodný roztok) dramaticky změní koloidní strukturu a následně fyzikální vlastnosti běžné tyčinky.

Běžné tyčinky jsou tedy limitovanější v typu, množství a složení materiálů změkčující fáze, které mohou být inkorporovány do tyčinky, než předkládaný vynález. Takové fáze zahrnují většinu materiálů, které jsou buď roztékavé kapaliny nebo materiály, které jsou měkčí než minimální přijatelná tvrdost tyčinky. Tyto fáze zahrnují vodné roztoky, fáze z kapalných krystalů tvořené vodou a tenzidem, polymery, především krystalické fáze, které obsahují tenzid a zejména hygroskopické tenzidy, které mají tendenci stát se měkkými a lepkavými po smíchání s vodou nebo jinými kapalnými fázemi včetně vodorozpustných organických látek (např. propylenglykol a glycerin), hydrofobních materiálů (např. minerální oleje, kapalné triglyceridy) nebo měkkými hydrofobními materiály, např. petrolatem, nízkotajícími parafíny a nízkotajícími triglyceridy.

Fyzikálně vyjádřeno, lze všechny tyto fáze charakterizovat tak, že se stanou roztékavými kapalinami nebo tak měkkými, že Standardní vážená penetrometrická sonda, tak jak je zde definována, bude penetrovat skrz 12 mm vzorek, jinak řečeno více než 12 mm. Tyto fáze mohou být selektivně

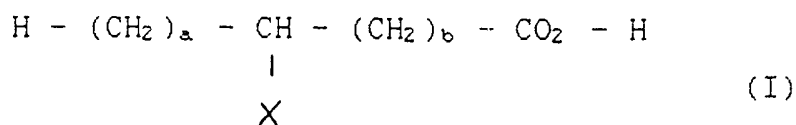
~~17665~~

zahrnutý do struktury podle předkládaného vynálezu aniž by došlo ke ztrátě vzájemně propojené pletivové struktury a určitých žádoucích fyzikálních vlastností.

Karboxylová kyselina

V preferovaném případě jsou prodloužené krystaly složeny z karboxylových kyselin, zejména takových, které jsou z 25% hmotnostních složeny z nasycených mastných alkylových řetězců.

Preferovaná tyčinka s neutrálním pH obsahuje nezbytně nasycenou monokarboxylovou kyselinu, ve které je přinejmenším 80% hmotnostních této monokarboxylové kyseliny obecného vzorce (I):



kde:

$$a + b = 10 \text{ až } 20$$

$$a \text{ i } b = 0 \text{ až } 20$$

$$\text{X} = \text{H}, \text{OR}, \text{O} - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{R}_1, \text{R} \text{ nebo jejich směs}$$

$$\text{R} = \text{C}_1 \text{ až } \text{C}_3 \text{ alkyl, H nebo jejich směs}$$

$$\text{R}_1 = \text{C}_1 \text{ až } \text{C}_3 \text{ alkyl}$$

Preferují se karboxylové kyseliny, u kterých $\text{X} = \text{H}$ a $a + b = 12 \text{ až } 20$ nebo $\text{X} = \text{OH}$, $a = 10 \text{ až } 16$, $b = 0$ nebo 12-hydroxystearová kyselina. 12-hydroxystearová kyselina tvoří vláknité prodloužené krystaly.

U kosmetické, čistící tyčinky s neutrálním pH se preferuje, aby neutralizovaná karboxylová kyselina byla sodná sůl a celkové množství volné karboxylové kyseliny a neutralizované karboxylové kyseliny bylo 15 až 35 %, ještě výhodněji 20 až 30% hmotnostních tyčinky.

U kosmetické, čistící tyčinky s neutrálním pH se preferuje, aby karboxylová kyselina byla monokarboxylová kyselina a volné karboxylové kyseliny bylo 50 až 80 %, s výhodou 60 až 70 % hmotnostních a neutralizované monokarboxylové kyseliny bylo 20 až 50 % hmotnostních, s výhodou 30 až 40 % hmotnostních směsi volné monokarboxylové kyseliny a neutralizované monokarboxylové kyseliny a aby $X = H$ a $a + b = 10$ až 20 nebo byla monokarboxylová kyselina kyselinou 12-hydroxystearovou.

Velmi preferovaná karboxylová kyselina je vybrána ze skupiny sestávající z kyseliny myristové, kyseliny behenové, kyseliny 12 - hydroxystearové a jejich směsí.

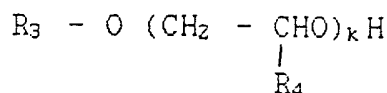
Podpora pevnosti tyčinky

Podpora pevnosti kosmetické, čistící tyčinky s neutrálním pH je s výhodou vybrána ze skupiny sestávající z:

I. 5 až 50 % , s výhodou 10 až 40 % , ještě výhodněji 20 až 30 % hmotnostních syntetického tenzidu, který je vybrán ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, parafínsulfonátů, alkylglycerylethersulfonátů, anionických acylsarkosinátů, methylacyltauratů, n-alkylbenzensulfonátů, N-acyl glutamátů, alkylglukosidů, esterů alfa-sulfomastných kyselin, acyl 2-hydroxyethansulfonátů, glukosamidů, alkylsulfosukcinátů, alkyletherkarboxylátů, alkyl esterů kyseliny fosforečné, ethoxylovaných alkyl esterů kyseliny fosforečné, methyl esterů glukosy, kondenzátů proteinů, alkylethersulfátů s 1 až 12 ethoxy skupinami a jejich směsí, u kterých tenzid obsahuje C_8 až C_{22} alkylenové řetězce a jejich směsi a

II. 0 až 40 % , s výhodou 30 % , ještě výhodněji 2 až 15 % a ještě výhodněji 2 až 10 % hmotnostních další složky rozpouštědla, která je vybrán ze skupiny sestávající z:

(a) netěkavých, vodorozpustných neionických organických rozpouštědel vybraných ze skupiny sestávající z polyolů struktury obecného vzorce (II):



kde $R_4 = H$ nebo C_1 až C_4 alkyl, $R_4 = H$ nebo CH_3 a $k = 1$ až 200, C_2 až C_{10} alkandiolů, sorbitolu, glycerinu, cukrů, derivátů cukrů, močoviny a ethanolaminů obecného vzorce (III)



kde $x = 1$ až 3, $y = 0$ až 2 a $x + y = 3$

(b) alkoholů, které obsahují od 1 do 5 atomů uhlíku a jejich směsí a

III. směsí (a) a (b).

Je překvapivé, že výše zmíněné podpory pevnosti tyčinky zvyšují pevnost tyčinky podle předkládaného vynálezu.

Syntetický tenzid obsahuje s výhodou C_{10} až C_{18} alkylenové řetězce a je to sodná sůl. Kosmetická, čistící tyčinka je preferována pokud je syntetický tenzid sodná sůl vybraná ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, alkylglycerylethersulfonátů, n-alkylbenzensulfonátů, esterů alfa-sulfomastných kyselin, acyl 2-hydroxy-ethansulfonátů, glukosamidů, ethoxylovaných alkylethersulfátů s 1 až 6 ethoxy skupinami a jejich směsí, u kterých tenzid obsahuje C_{10} až C_{18} alkylenové řetězce a jejich směsí.

Preferovaný syntetický tenzid je acyl 2-hydroxyethan-sulfonát sodný vybraný ze skupiny sestávající z kokoyl

2-hydroxyethansulfonátu sodného a lauroyl 2-hydroxyethansulfonátu sodného a jejich směsí.

Preferovaná další složka rozpouštědla je vybraná ze skupiny sestávající z polyolu obecného vzorce (II) kde $R_3 = H$ a $k = 1$ až 5, glycerinu, cukrů, cukerných derivátů, močoviny, ethanolaminů obecného vzorce (III) a jejich směsí. Ještě preferovanější další složky rozpouštědla jsou vybrány ze skupiny sestávající z propylenglykolu, sacharosy, laktosy, glycerinu a jejich směsí. Preferovaná podpora pevnosti tyčinky má rozpustnost přinejmenším 4 díly v 10 dílech vody při 170°–180°F (77°–82°C).

Preferované množství vody je od 20% do 30% hmotnostních celé tyčinky.

Ostatní složky kosmetické, čistící tyčinky

Čistící tyčinka může obsahovat 0.1 až 60 % hmotnostních ostatních složek vybraných ze skupiny sestávající z

0,5 až 3 % hmotnostních draselného mýdla

0,5 až 3 % hmotnostních triethanolamonného mýdla

1 až 40 % hmotnostních velmi jemných ve vodě nerozpustných materiálů vybraných ze skupiny sestávající z uhličitanu vápenatého a talku

0.1 až 20 % hmotnostních polymerní podpory zlepšení pocitu při styku s pokožkou

0.5 až 25 % hmotnostních hlinitokřemičitanové hlíny a/nebo jiných hlín,

kde hlinitokřemičitany a hlíny jsou vybrány ze skupiny sestávající ze zeolitů, kaolinu, kaolinitu, montmorilonitu, atapulgitu, ilitu, bentonitu, halloysitu a vápenatých hlín,

od 1% do 40% soli a hydrátů soli a jejich směsí

kde sůl a hydrát soli má kation vybraný ze skupiny sestávající

ze sodíku, draslíku, hořčíku, vápníku, hliníku, lithia, amonia, monoethanolamonia, diethanolamonia a triethanolamonia a kde sůl a hydrát soli má anion vybraný ze skupiny sestávající z chloridu, bromidu, síranu, metakřemičitanu, orthofosforečnanu, difosforečnanu, polyfosfátu, metaboritanu, tetraboritanu, hydrogenuhlíčitanu, uhličitane, hydrogenfosforečnanu, 2- hydroxyethansulfonátu, methylsulfátu a mono a polykarboxylátu, který má 6 uhlíkových atomů nebo méně

0,5 až 30 % hmotnostních škrobu

1 až 20 % hmotnostních amfoterního kotenzidu vybraného ze skupiny sestávající z alkylbetainů, alkylsultainů a trialkylaminoxidů a jejich směsí

0,1 až 40 % hmotnostních hydrofobního materiálu vybraného ze skupiny sestávající z mikrokystalického vosku, petrolata, karnaubského vosku, palmového vosku, vosku z candelilly, vosku z cukrové třtiny, triglyceridů odvozených z rostlin, včelího vosku, vorvaňoviny, lanolínu, vosku ze dřeva, šelakového vosku, triglyceridů odvozených z živočichů, montaru, parafínu, zemního vosku, ceresinu a Fischer-Tropschova vosku.

Preferované množství amfoterního kotenzidu je 2 až 10 % hmotnostních a je vybrán ze skupiny sestávající z kokobetainu, kokoamidopropylbetainu, kokodimethylaminoxidu a kokoamidopropylhydroxysultainu.

Tyčinka může s výhodou obsahovat 2 až 35 % hmotnostních hydrofobního materiálu, který obsahuje parafínový vosk s bodem tání od 49°C (120°F) do 85°C (185°F), petrolatum a jejich směsi, ještě výhodněji může tyčinka obsahovat od 3% do 15% hmotnosti celé tyčinky parafínového vosku.

Tyčinka může s výhodou obsahovat 1 až 20 % hmotnostních solí, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z chloridu

sodného, síranu sodného, hydrogenfosforečnanu sodného, difosforečnanu sodného, tetraboritanu sodného, octanu sodného, citrátu sodného, 2-hydroxyethansulfonátu sodného a jejich směsí.

Tyčinka může ještě výhodněji obsahovat sůl v množství 4 až 15 % hmotnostních a tato sůl je s výhodou vybrána ze skupiny sestávající z chloridu sodného a 2-hydroxyethansulfonátu sodného.

Tyčinka může s výhodou obsahovat 1 až 15 % hmotnostních velmi jemných ve vodě nerozpustných materiálů, 0,1 až 3 % hmotnostní polymerní podpory zlepšení pocitu při styku s pokožkou, která je vybrána ze skupiny sestávající z guaru, kvarternizovaného guaru a kvarternizovaných polysacharidů, 1 až 15 % hmotnostních hlinitokřemičitanů a/nebo jiných hlín a 1 až 15 % hmotnostních škrobu, kde škrob je vybrán ze skupiny sestávající z kukuřičného škrobu a dextrinu.

Směs vodné fáze obsahuje 20 až 95 % hmotnostních vody hmotnosti této vodné fáze. Vodná fáze může obsahovat 35 až 75 % hmotnostních vody hmotnosti této vodné fáze.

Tyčinka může obsahovat různé fáze, které nejsou karboxylovými kyselinami a obsahují kapičky nebo krystaly vybrané z vosků, petrolata a hlín.

U kosmetické, čistící tyčinky se preferuje, aby obsahovala karboxylovou kyselinu a vodu a nějaký syntetický tenzid a/nebo zesilovače pění vybrané ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, parafinsulfonátů, alkylglycerylethersulfonátů, acylsarkosinátů, methylacyltaurátů, n-alkylbenzensulfonátů, N-acyl glutamátů, alkylglukosidů, esterů alfa-sulfomastných kyselin, acyl 2-hydroxyethansulfonátů, alkylsulfosukcinátů, alkyletherkarboxylátů, alkyl esterů kyseliny fosforečné, ethoxylovaných alkyl esterů kyseliny fosforečné, methyl esterů glukosy, kondenzátů proteinů,

alkylaminoxidů, alkylbetainů, alkylsultainů, alkylethersulfátů s 1 až 12 ethoxy skupinami a jejich směsí kde tenzid obsahuje alkylové řetězce C_8 až C_{18} .

U kosmetické, čistící tyčinky se preferuje, aby syntetický tenzid byl hygroskopický; hygroskopický tenzid je definován jako tenzid, který absorbuje přinejmenším 20% hmotnostních své suché hmotnosti vody, při 26°C a relativní vlhkosti 80% během tří dnů a tyčinka relativně nebobtná.

U kosmetické, čistící tyčinky se preferuje, aby byl hygroskopický tenzid vybrán ze skupiny sestávající z alfa-sulfomastných kyselin, alkylsulfátů, alkyletherkarboxylátů, alkylbetainů, alkylsultainů, alkylaminoxidů, alkylethersulfátů a jejich směsí.

Preferovaný rámcový způsob výroby tyčinky

Způsob výroby preferované kosmetické, čistící tyčinky podle předkládaného vynálezu zahrnuje kroky:

I. tvorba homogenní, tekuté, roztavené, vodné směsi z vody, karboxylové kyseliny a podpory pevnosti tyčinky mícháním při teplotě od 50°C (120°F) do 95°C (205°F);

II. neutralizace 20 až 65 % hmotnostních karboxylové kyseliny z kroku I hydroxidem, který má kation vybraný ze skupiny sestávající ze sodíku, hořčíku, vápníku, hliníku a jejich směsí; s výhodou je podpora pevnosti tyčinky přidávána po neutralizaci, zejména pokud je podpora pevnosti tyčinky syntetický tenzid;

III. vlití homogenní, tekuté, roztavené směsi do formy a

IV. krystalizace tvarované, roztavené směsi ochlazením tak, aby vznikla požadovaná čistící tyčinka.

Tekutá, roztavená směs má s výhodou viskozitu $1 \cdot 10^{-2}$ až $4 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ při smykové rychlosti 1 až 5 sec^{-1} při 80°C , s výhodou

0,1 až 2 Pa.s, ještě výhodněji od 0,5 až 1 Pa.s.

V kroku I je teplota při míchání s výhodou od 75°C do 95°C.

Chlazení v kroku IV lze provádět v podmínkách okolní teploty.

Vodná směs z kroku I s výhodou obsahuje 20 až 30 % hmotnostních vody, 20 až 30 % hmotnostních karboxylové kyseliny a 20 až 30 % hmotnostních syntetického tenzidu.

U výše popsaného způsobu se preferuje, aby vodná roztavená tekutina byla neutralizována hydroxidem sodným.

U výše popsaného způsobu se preferuje, aby 2 až 15 % hmotnostních tyčinky tvořila "sól zlepšující krystalizaci" vybraná ze skupiny sestávající ze sodných solí síranu, chloridu, octanu, 2-hydroxyethansulfonátu, citrátu a jejich směsí.

U výše popsaného způsobu se preferuje, aby roztavená, vodná kapalná fáze obsahovala 2 až 40 % hmotnostních podpory pevnosti tyčinky vybrané ze skupiny popsané v tomto dokumentu.

Podpora pevnosti tyčinky zvyšuje množství karboxylové kyseliny rozpuštěné v roztavené vodné fázi z kroku I.

U výše popsaného způsobu se preferuje, aby vodná fáze obsahovala 20 až 95 %, s výhodou 35 až 75 % hmotnostních, vody z celkové hmotnosti vodné fáze.

Preferovaná tyčinka má hodnotu penetrace při 25°C od 3 mm do 9 mm.

U výše popsaného způsobu se preferuje, aby tyčinka obsahovala různé fáze, které nejsou karboxylovými kyselinami, obsahující kapičky nebo krystaly vybrané z vosků, petrolata, hlín a podobně.

Velmi preferovaná kosmetická, čistící tyčinka obsahuje různé kombinace jaderné struktury z vláken karboxylové kyseliny a/nebo destiček, vody, podpory pevnosti tyčinky, podpory

zlepšení pocitu při styku s pokožkou a další adjuvans kosmetické, čisticí tyčinky. Taková preferovaná tyčinka pak nemá žádný otěr.

Některé prostředky podle tohoto vynálezu obsahují výše definovaná pevná pletiva s vodou a bez vody. Tyto prostředky musí být tvořeny s vodou nebo jiným vhodným rozpouštědlovým systémem. Prostředky lze vyrobit s velkým množstvím vody a množství vody ve finálním prostředku lze snížit na hodnotu 1 nebo 2 % hmotnostních.

Nicméně, zvláštní výhodou některých struktur popsaných v tomto dokumentu je, že mohou být dehydratovány aniž by ztratily celistvost pletiva. Některé preferované tvarované pevné látky lze dehydratovat aniž se znatelně změní jejich vnější rozměry. Jiné tyčinky se srážejí, zatímco si udržují svůj trojrozměrný tvar. Některé tyčinky popsané v tomto dokumentu mají jedinečnou charakteristiku v tom, že se nerozpadají při dehydrataci.

Procenta, poměry a podíly v tomto dokumentu jsou vztaženy na celkovou hmotnost prostředku, pokud není jinak specifikováno. Všechna množství a rozsahy v tomto dokumentu jsou aproximace pokud není specifikováno jinak.

Některé preferované prostředky obsahují málo nebo žádné mastné kyseliny s krátkým řetězcem do deseti uhlíkových atomů nebo méně, jak ukazuje Tabulka A hmotnosti karboxylových kyselin.

Tabulka A

Celkový procentuální obsah (hmotnostní) nenasycených karboxylových kyselin nebo karboxylových kyselin s krátkým řetězcem (C_{10} nebo méně)

široký	preferovaný	preferovanější
0 - 15%	0 - 5%	0 - 1%

Množství některých klíčových preferovaných nepovinných složek pro komplexní, kosmetickou, čisticí tyčinku podle předkládaného vynálezu jsou popsána v tomto dokumentu. Žádná z těchto složek není nezbytná pro základní jadernou strukturu preferované tyčinky. Nula je nejnižší množství pro každou nepovinnou složku. Některé preferované tyčinky mohou obsahovat celkově 0,1 až 70 % hmotnostních takových složek. Idea je, že jádro tyčinek může obsahovat velká množství jiných složek vedle mastných kyselin, podpory pevnosti tyčinky, mýdla a vody.

Příklady vhodných syntetických tenzidů pro použití v tomto dokumentu, jako podpory pevnosti tyčinky nebo jako zesilovač pění "ko-tenzidy" jsou popsány v U. S. patentu č. 3,351,558 - Zimmerer, podaném 7.11.1967 ve sloupci 6 řádek 70 do sloupce 7 řádek 74, který je v tomto dokumentu uveden jako reference.

Příklady zahrnují vodorozpustné soli organických, sulfonových kyselin a alifatických esterů kyseliny sírové, to jest vodorozpustné soli produktů organických sulfonačních reakcí, které mají v molekulové struktuře alkylový zbytek délky od 10 do 22 atomů uhlíku a zbytek vybraný ze skupiny sestávající z esterových zbytků kyseliny sulfonové a kyseliny sírové.

Syntetické sulfátové tenzidy zvláštního zájmu jsou normální pevné soli alkalických kovů s estery kyseliny sírové s běžnými primárními alifatickými alkoholy, které mají od 10 do 22 atomů uhlíku. Tedy sodné a draselné soli alkylsírových kyselin získaných z vyšších alkoholů získaných redukcí loje nebo redukcí kokosového oleje, palmového oleje, stearinu, palmového jádrového oleje, babassového jádrového oleje nebo lze užít jiných olejů z kokosové skupiny.

Další alifatické estery kyseliny sírové, které lze použít včetně vodorozpustných solí esterů kyseliny sírové s nasycenými alkoholy neúplně

~~558/13~~

esterifikovanými karboxylovými kyselinami s vysokou molární hmotností, které tvoří mýdla. Takové syntetické tenzidy zahrnují vodorozpustné soli alkalických kovů esterů kyseliny sírové s monoglyceridy mastných kyselin vyšší molární hmotnosti, takové jako jsou sodné a draselné soli monoesteru mastné kyseliny z kokosového oleje s 1,2-hydroxypropan-3-sírovou kyselinou, monomyristoylethylenglykolsulfát sodný a draselný a monolauroyl diglycerol sulfát sodný a draselný.

Syntetické tenzidy a další nepovinné materiály užívané v běžných čistících produktech jsou také použitelné v předkládaném vynálezu. Ve skutečnosti jsou některé přísady, jako jsou určité hygroskopické syntetické tenzidy, které se normálně používají v kapalinách, a které lze velmi těžko přidat do normálních kosmetických, čistících tyčinek jsou velmi vhodné do tyčinek podle předkládaného vynálezu. Tedy vlastně všechny známé syntetické tenzidy, které lze použít v čistících produktech, lze použít v prostředcích podle předkládaného vynálezu. Patentová literatura čistících produktů je plná objevů syntetických tenzidů. Některé preferované tenzidy, stejně jako další složky čistících produktů popisují následující reference:

U.S. pat. č.	vydán	vynálezce(i)
4,061,602	12/1977	Oberstar a kol.
4,234,464	11/1980	Morshauser
4,472,297	9/1984	Bolich a kol.
4,491,539	1/1985	Hoskins a kol.
4,540,507	9/1985	Grollier
4,565,647	1/1986	Llenado
4,673,525	6/1987	Small a kol.
4,704,224	11/1987	Saud

4,788,006	11/1988	Bolich, Jr. a kol.
4,812,253	3/1989	Small a kol.
4,820,447	4/1989	Medcalf a kol.
4,906,459	3/1990	Cobb a kol.
4,903,635	5/1990	Simion a kol.
4,954,282	9/1990	Rys a kol.

Všechny tyto patenty jsou v tomto dokumentu uvedeny jako reference. Některé preferované syntetické tenzidy jsou uvedeny v příkladech tohoto dokumentu. Preferované syntetické tenzidové systémy jsou selektivně navrhovány pro pevnost tyčinky, stabilitu vzhledu tyčinky, pěnu, čištění a mírnost.

Mírnost tenzidu lze změřit bariérovým testem destrukce kůže, který je používán k stanovení dráždivého potenciálu tenzidů. V tomto testu zničí mírnější tenzid tenčí kožní bariéru. Destrukce kožní bariéry je měřena relativním množstvím radioaktivně značené vody ($^3\text{H} - \text{H}_2\text{O}$), která projde z testovacího roztoku skrz kožní epiderm do fyziologického pufru obsaženého v difusní komůrce. Tento test je popsán T. J. Franzem v J. Invest. Dermatol., 1975, 64, str. 190 - 195 a v U. S. patentu č. 4,673,525 - Small a kol., vydaném 16. 6. 1987, který je zde zahrnut jako reference, a který popisuje tyčinku založenou na základě mírného alkylglycerylethersulfonátového tenzidu, která obsahuje "standardní" směs alkylglycerylethersulfonátu. Bariérový test destrukce je používán pro výběr mírných tenzidů. Některé preferované, mírné syntetické tenzidy jsou popsány ve výše uvedených patentech Smalla a kol. a Rysa a kol. Některé specifické příklady preferovaných tenzidů jsou popsány v příkladech tohoto dokumentu.

Některé příklady mírných, dobrých zesilovačů pěnění detergentních

~~8.1.
JF 813~~

tenzidů jsou např. lauroylsarkosinát sodný, alkylglycerylethersulfonát, sulfonované estery mastných kyselin, parafínsulfonáty a sulfonované mastné kyseliny.

Množství příkladů dalších tenzidů je popsáno v patentech, které jsou v tomto dokumentu zahrnuty jako reference. Zahrnují další alkylsulfáty, anionické acylsarkosináty, kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný, methylacyltauráty, N-acylglutamáty, acyl-2-hydroxyethansulfonáty, alkylsulfosukcináty, alkylestery kyseliny fosforečné, ethoxylované alkylestery kyseliny fosforečné, tridecetsulfáty, proteinové kondenzáty, směsi ethoxylovaných alkylsulfátů a alkylaminoxidů, betainy, sultainy a jejich směsi. Včetně tenzidů, které jsou alkylethersulfáty s 1 až 12 ethoxy skupinami, zejména laurylethersulfáty amonné a sodné.

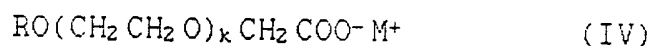
Alkylové řetězce jsou v těchto tenzidech jsou C_8 až C_{22} , s výhodou C_{10} až C_{18} . Alkylglykosidy a methylestery glukosy jsou preferované mírné neionické tenzidy, které lze míchat s jinými mírnými anionickými nebo amfoterními tenzidy v prostředcích podle předkládaného vynálezu. Alkylpolyglykosidové detergenty lze použít jako zesilovače pění. Alkylová skupina se může měnit v rozsahu od 8 do 22 a glykosidové jednotky na molekuly mohou být v rozsahu od 1.1 do 5, aby se dosáhlo vhodné rovnováhy mezi hydrofilní a hydrofobní částí molekuly. Preferovány jsou kombinace C_8 až C_{18} , s výhodou C_{12} až C_{16} alkylpolyglykosidů s průměrným stupněm glykosylace v rozsahu od 1.1 do 2.5.

Preferovány jsou sulfonované estery mastných kyselin, u kterých je délka řetězce karboxylové kyseliny C_8 až C_{22} , s výhodou C_{12} až C_{18} a délka řetězce alkoholu je C_1 až C_6 . Ty zahrnují alfa-sulfomethylaurát sodný, alfa-sulfomethylkokoát sodný a alfa-sulfomethyltallowát (směs kyselin odvozená z loje) sodný.

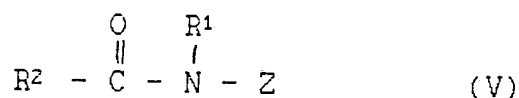
Aminoxidové detergenty jsou dobré zesilovače pění. Některé preferované aminoxidy jsou C_8 až C_{18} , s výhodou C_{10} až C_{16} , alkyldimethylamin-oxidy a C_8 až C_{18} , s výhodou C_{12} až C_{16} , mastné acylamidopropyl dimethylamin-oxidy a jejich směsi.

Alkanolamidy mastných kyselin jsou dobré zesilovače pění. Některé preferované alkanolamidy jsou C_8 až C_{18} , s výhodou C_{10} až C_{16} , monoethanolamidy, diethanolamidy a monoisopropanolamidy a jejich směsi.

Další detergentní tenzidy jsou alkylethoxykarboxyláty obecného vzorce (IV):



kde R je alkylová skupina C_8 až C_{22} , k je celé číslo v rozsahu od 0 do 10 a M je kation a amidy polyhydroxymastných kyselin obecného vzorce (V):



kde R^1 je H, C_1 až C_4 alkylová skupina, 2-hydroxyethyl, 2-hydroxypropyl nebo jejich směsi, R^2 je C_8 až C_{31} uhlovodík a Z je polyhydroxyuhlovodík lineární uhlovodíkový řetězec s přinejmenším 3 hydroxylovými skupinami vázanými přímo na řetězec nebo jeho alkoxylovaný derivát.

Betainy jsou dobré zesilovače pění. Preferovány jsou betainy C_8 až C_{18} , s výhodou C_{12} až C_{16} , alkylbetainy, např. kokobetainy nebo C_8 až C_{18} , s výhodou C_{12} až C_{16} , acylamidobetainy, např. kokoamidopropylbetain a jejich směsi.

Některé z preferovaných tenzidů jsou hygroskopické syntetické tenzidy, které adsorbují během tří dnů při $26^\circ C$ a relativní vlhkosti 80% přinejmenším 20% hmotnostních své suché hmotnosti. Hygroskopické tenzidy pomáhají zlepšit pěnivost tyčinky. Některé preferované hygroskopické syntetické tenzidy jsou vypsány níže. Poznamenáváme, že všechny nejsou hygroskopické.

C. i.
17665

23

Hygroskopičnost některých tenzidů

Hygroskopické tenzidy jsou v tomto dokumentu definované jako takové, které mají po 3 dnech při 26°C a relativní vlhkosti 80% minimálně 20% hmotnostních celkové získané vlhkosti.

Třída: anionické

Uvedená procenta jsou procenta hmotnostní.

Sulfonáty	celková % získané vlhkosti*
C ₈ glycerylethersulfonát sodný	39.8
C ₁₂ až C ₁₄ glycerylethersulfonát sodný	22.9
C ₁₆ glycerylethersulfonát sodný	71.4
kokomonoglyceridsulfonát sodný	3.5

sodné soli C₈ až C₁₆ alkylglyceryl ether sulfonátů

Alfa-sulfoestery a kyseliny	celková % získané vlhkosti*
alfa-sulfomethylaurát/myristát sodný	39.3
alfa-sulfomethylmyristát sodný	44.5
alfa-sulfohexyllaurát sodný	23.2
alfa-sulfomethyl/hexyl laurát a myristát sodný	26.3
alfa-sulfomethylpalmitát sodný	3.7
alfa-sulfomethylstearát sodný	4.2
sodná sůl 2-sulfolaurové kyseliny	0.2

sodná sůl 2-sulfopalmitové kyseliny	3.8
sodná sůl 2-sulfostearové kyseliny	0.0
$\text{Na}^+\text{R}_1 - (\text{SO}_3^-) - \text{CO}_2\text{R}_2$ $\text{R}_1 = \text{C}_8 \text{ až } \text{C}_{14} \text{ alkyl}; \text{R}_2 = \text{C}_1 \text{ až } \text{C}_8 \text{ alkyl}$	

Acyl-2-hydroxyethansulfonáty sodné	celková % získané vlhkosti
lauroyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	31.7
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	11.0

Sarkosináty	celková % získané vlhkosti
laurylsarkosinát sodný	8.8
stearylsarkosinát sodný	13.3
kokoylsarkosinát sodný	18.7

Alkylsulfáty	celková % získané vlhkosti
laurylsulfát sodný	28.2
1-laurethsulfát sodný	37.6
oleylsulfát sodný	20.3
cetearylsulfát sodný	4.7
cetyl sulfát sodný	2.25

$\text{Na}^+\text{R}_1(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{OSO}_3^-$ $\text{R}_1 = \text{C}_8 \text{ až } \text{C}_{14} \text{ alkyl}, \text{C}_{16} \text{ až } \text{C}_{20} \text{ alk(en)yl}$ s
přínejménším jednou dvojnou vazbou, $n = 0 \text{ až } 18$

Acylglutamáty	celková % získané vlhkosti
kokoylglutamát sodný	26.7
laurylglutamát sodný	17.8
myristylglutamát sodný	18.1

stearylglutamát sodný	12.0
-----------------------	------

Alkyetherkarboxyláty	celková % získané vlhkosti
----------------------	----------------------------

5-laurethkarboxylát sodný	32.3
---------------------------	------

20-palmitylkarboxylát sodný	50.2
-----------------------------	------

$\text{Na}^+\text{R}_1 - (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CO}_2^-$ $\text{R}_1 = \text{C}_8$ až C_{18} alkyl, $n = 1$ až 30

Sulfosukcináty	celková % získané vlhkosti
----------------	----------------------------

laurethsulfosukcinát disodný	33.6
------------------------------	------

Fosfáty	celková % získané vlhkosti
---------	----------------------------

monoalkyl (70% C_{12} /30% C_{14}) fosfát sodný	21.2
--	------

Třída: amfoterní

Betainy	celková % získané vlhkosti
---------	----------------------------

kokobetain	70.0
------------	------

kokoamidopropylbetain	48.2
-----------------------	------

palmitylamidopropylbetain	46.5
---------------------------	------

isostearamidopropylbetain	44.3
---------------------------	------

Sultainy	celková % získané vlhkosti
----------	----------------------------

kokoamidopropylhydroxysultain	59.5
-------------------------------	------

Aminoxidy	celková % získané vlhkosti
-----------	----------------------------

palmityldimethylaminoxid	34.0
--------------------------	------

myristyldimethylaminoxid	46.0
kokoamidopropylaminoxid	43.3
Odvozené od proteinů	celková % získané vlhkosti
Na/TEA C ₁₂ hydrolyzovaný keratin	34.7

3 dny, 26°C/relativní vlhkost 80%

Polymerní podpory zlepšení pocitu při styku s pokožkou jsou popsány v patentech Smalla a kol. a Medcalfa a kol. Popsány jsou kationické polysacharidy a kationické syntetické polymery. Kationické syntetické polymery používané v předkládaném vynálezu jsou kationické polyalkeniminy, ethoxypolyakyleniminy a poly(N - (-3 -(dimethylammonio)propyl) - N' - (3 - (ethylenoxyethylendimethylammonio) propyl) močovina dichlorid), který je dostupný od Miranol Chemical Company pod značkou Miranol A-15, CAS reg. č. 68555-36-2.

Preferované kationické, polymerní podpory zlepšení pocitu při styku s pokožkou jsou takové kationické polysacharidy z třídy guarové gumy s molekulovými hmotnostmi od 1,000 do 3,000,000. Preferovanější molekulové hmotnosti jsou od 2,500 do 350,000. Tyto polymery mají polysacharidový hlavní řetězec, který obsahuje galaktomannanové jednotky a stupeň kationické substituce v rozsahu od 0.04 na anhydroglukosovou jednotku do 0.80 na anhydroglukosovou jednotku se substituující kationickou skupinou, která je aduktem 2, 3-epoxypropyltrimethylamonium chloridu s přirozeným, hlavním, polysacharidovým řetězcem. Příklady jsou JAGUAR C-14-S, C-15 a C-17 prodávané firmou Celanese. Aby se dosáhlo výhod popsaných v tomto vynálezu, musí mít polymer, jak strukturní, tak fyzikální charakteristiky, díky

kterým je vhodný, plně hydratovatelný a následně dobře zabudovatelný do mýdlové matrice.

Jemná, kosmetická, čistící tyčinka s neutrálním pH podle předkládaného vynálezu může obsahovat 0,5 až 20 % hmotnostních směsi silikonové gumy a silikonové kapaliny, kde poměr guma : kapalina je od 10 : 1 do 1 : 10, s výhodou od 4 : 1 do 1 : 4, nejvýhodněji od 3 : 2 do 2 : 3.

Směsi silikonové gumy a kapaliny byly popsány pro použití v šampónech a kondicionérech v U. S. patentech č.:

- 4,906,459, Cobb a kol., vydáný 6. 3. 1990;
- 4,788,006, Bolich, Jr. a kol., vydáný 29. 11. 1988;
- 4,741,855, Grote a kol., vydáný 3. 5. 1988;
- 4, 728,457, Fieler a kol., vydáný 1. 3. 1988;
- 4,704,272, Oh a kol., vydáný 3. 11. 1987 a
- 2,826,551, Geen, vydáný 11. 3. 1958.

Všechny tyto patenty jsou zde zahrnuty jako reference.

Silikonová složka může být v tyčince přítomna v množství, které je účinné pro zlepšení jemnosti kůže, například 0,5 až 20%, s výhodou 1,5 až 16% a nejvýhodněji 3 až 12 % hmotnostních prostředku. Silikonová kapalina, tak jak je zde definována, označuje silikon s viskozitami v rozsahu $5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ až $0,6 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$, s výhodou $0,35 \cdot 10^{-3}$ až $0,1 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$, při 25°C. Silikonová guma, tak jak je zde definována, označuje silikon s molekulovou hmotností od 200,000 do 1,000,000 a s viskozitou větší než $0,6 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Molekulová hmotnost a viskozita jmenovitě vybraných siloxanů bude určovat, zda se bude jednat o gumu nebo kapalinu. Silikonová guma a kapalina jsou spolu smíchány a zahrnuty do prostředků podle předkládaného vynálezu.

Ostatní složky podle předkládaného vynálezu jsou vybrány pro různé aplikace. Tj. vonné látky lze použít při přípravě produktů určených k čištění kůže, obecně v množstvích 0,1 až 2 % hmotnostních prostředku. Lze užít také alkoholy,

hydrotrophy, barviva, a plniva jako je talek, hlína, ve vodě nerozpustný, velmi jemný uhličitan vápenatý a dextrin. Cetearylalkohol je směs cetylalkoholu a stearylalkoholu. Stabilizační prostředky, např. ethylendiamintetraacetát sodný (EDTA), obecně v množství nižším než 1 % hmotnostní prostředku lze zahrnout do čistících produktů, aby se zabránilo degradaci barvy a vůně. Také lze užít antibakteriálních látek, obvykle v množstvích vyšších než 1,5 % hmotnostních. Výše zmíněné patenty popisují nebo referují takové složky a přípravky, které lze užít v tyčinkách podle tohoto vynálezu a jsou zde uvedeny jako reference.

Podpory zlepšení vzhledu tyčinky

Podpory zlepšení vzhledu tyčinky (držící vodu a/nebo bránící scvrkávání) jsou s výhodou vybrány ze skupiny sestávající z:

slučitelné soli a hydráty solí,
vodorozpustné organické látky jako jsou polyoly,
močovina,
hlinitokřemičitany a hlíny a
jejich směsi.

Některé z těchto vodorozpustných organických látek slouží jako kosolventy, kterých se užívá jako podpor pevnosti tyčinky. Také slouží k stabilizaci vzhledu tyčinky podle předkládaného vynálezu. Některé preferované vodorozpustné organické látky jsou propylenglykol, glycerin, ethylenglykol, sacharosa a močovina a ostatní slučitelné polyoly.

Zvláště vhodnou vodorozpustnou organickou látkou je propylenglykol. Ostatní slučitelné organické látky zahrnují polyoly, jako je ethylenglykol nebo

1,7-heptandiol, respektive mono- a polyethylen a propylenglykoly až do molekulové hmotnosti 8,000, jakékoliv mono- C_1 až C_4 alkylethery těchto látek, sorbitol, glycerol, glykosu, diglycerol, sacharosu, laktosu, dextrosu, 2-pentanol, 1-butanol, mono-, di- a triethanolamonium, 2-amino-1-butanol a podobně, zejména polyhydrogenované alkoholy.

Termín "polyol" tak, jak je zde používán, zahrnuje neredukující cukry, např. sacharosu. Sacharosa neredukuje Fehlingův roztok, a proto je definována jako "neredukující" disacharid. Pokud není specifikováno jinak, termín "sacharosa" tak, jak je zde používán, zahrnuje sacharosu, její deriváty a podobné neredukující cukry a podobné polyoly, které jsou stabilní při teplotách výroby mýdla do 210°F (98°C), např. trehalosa, rafinosa a stachyosa a sorbitol, laktitol a maltitol.

Slučitelné soli a hydráty solí se užívají k stabilizaci vzhledu mýdlové tyčinky pomocí zadržování vody. Některé preferované soli jsou chlorid sodný, síran sodný, hydrogenfosforečnan sodný, 2-hydroxyethansulfonát sodný, difosforečnan sodný, tetraboritan sodný.

Obecně lze použít slučitelné soli a hydráty solí včetně sodných, draselných, hořečnatých, vápenatých, hlinitých, litných a amonných solí anorganických kyselin a malých (6 uhlíků nebo méně) karboxylových nebo jiných organických kyselin, příslušné hydráty a jejich směsi. Anorganické ionty zahrnují chlorid, bromid, síran, metakřemičitan, orthofosforečnan, difosforečnan, polyfosfát, metaboritan, tetraboritan a uhličitán. Organické soli zahrnují octan, formiát, 2-hydroxyethansulfonát, methylsulfát a citrát.

Lze také užít vodorozpuštné soli aminů. Preferované jsou monoethanolamin, diethanolamin a triethanolamin (TEA) chloridové soli.

Hlinítokřemičitany a ostatní hlíny lze použít v předkládaném vynálezu.

Některé preferované hlíny jsou popsány v U. S. patentech č. 4,605,509 a 4,274,975, které jsou zde zahrnuty jako reference.

Další typy hlín zahrnují zeolit, kaolinit, montmorilonit, attapulgit, illit, bentonit a halloysit. Jiná preferovaná hlína je kaolin.

Vosky zahrnují vosky odvozené z ropy (parafín, mikrokrytalický vosk a petrolatum), vosky odvozené z rostlin (karnaubský, palmový, kandellila, vosk z cukrové třtiny a triglyceridy odvozené z rostlin), vosky odvozené z živočichů (včelí, mravenčí, vosk z vlny, šelak a triglyceridy odvozené z živočichů), minerální vosky (montar, zemní vosk a ceresin) a syntetické vosky (Fischerův-Tropschův).

Preferovaný vosk se užívá v příkladech tohoto dokumentu. Použitelný vosk má bod tání od 120°F do 185°F (49°- 85°C), s výhodou od 125°F do 175°F (52°- 79°C). Preferovaný parafín je plně rafinovaný parafín, který má bod tání v rozsahu od 130°F do 140°F (49°- 60°C). Takový vosk je bez chuti a bez zápachu a splňuje požadavky FDA pro použití při potahování potravin a na obaly potravin. Takové parafíny jsou snadno komerčně dostupné. Velmi vhodný parafín lze například získat z Standard Oil Company v Ohio pod obchodním názvem Factowax R-133.

Jiné vhodné vosky jsou prodávány firmou National Wax pod obchodními názvy 9182 a 6971, které mají bod tání 131°F a 130°F (55°C). Jiný vhodný vosk prodává firma Exxon pod obchodním názvem 158, který má bod tání 158°F (70°C).

Parafín je s výhodou přítomen v tyčince v množství od 5% do 20% hmotnostních. Parafínová složka se v produktu používá, aby zlepšila jemnost při působení na kůži, plastičnost, pevnost a zpracovatelnost. Také tyčince zajišťuje lesklý vzhled a hladký pocit při používání.

Parafínová složka je nepovinně doplňována mikrokrystalickým voskem. Vhodný mikrokrystalický vosk má bod tání v rozsahu, například, od 140°F (60°C) do 185°F (85°C), s výhodou od 145°F (62°C) do 175°F (79°C). Vosk by měl s výhodou splňovat požadavky FDA na mikrokrystalické vosky určené pro potraviny. Velmi vhodný mikrokrystalický vosk lze získat od firmy Witco Chemical pod obchodním názvem Multiwax X-145A. Mikrokrystalický vosk je v tyčince s výhodou přítomen v množství od 0,5% do 5% hmotnostních. Složka mikrokrystalického vosku poskytuje tyčince při pokojových teplotách pružnost.

Příklady provedení vynálezu

Následující příklady jsou ilustrativní a nejsou uvedeny proto, aby vymezovaly rámec vynálezu. Všechna množství a rozsahy, teploty, výsledky atd., které jsou v tomto dokumentu použity jsou aproximace, pokud není specifikováno jinak.

Popis testování z příkladů

Test tvrdosti tyčinky

1. Tvrdost tyčinky je stanovována měřením hloubky penetrace (v mm) při 25°C, tak jak je popsáno v tomto dokumentu. Tvrdost tyčinky při zvýšené teplotě může být měřena při 49°C.

Test otěru tyčinky

2. Stupeň otěru je stanovován (1) umístěním mýdlové tyčinky na zvýšené místo v kulaté misce o průměru 1400 mm; (2) přidáním 200 ml vody o pokojové

teplotě do misky tak, že spodní část tyčinky je ponořena 3 mm do vody; (3) ponecháním tyčinky ve vodě přes noc (17 hodin); (4) otočením tyčinky a kvalitativním stanovováním množství otěru, jeho charakteristik a hloubky otěru na stupnici kde 10 odpovídá žádnému otěru, 8.0 - 9.5 odpovídá nízkému množství otěru, 5.0 - 7.5 odpovídá mírnému otěru, který vykazuje většina tyčinek nabízených na trhu a 4.5 nebo méně odpovídá velmi špatnému otěru.

Komerční mýdlové tyčinky, např. SAFEGUARD®, ZEST®, IVORY® a LAVA® mají otěry 5, 6, 6 a 6.

Rámcový způsob výroby tyčinek podle předkládaného vynálezu

Čistící tyčinky v příkladech jsou vyráběny následujícím obecným postupem, pokud není specifikováno jinak:

1. Volná mastná kyselina, propylenglykol, hydroxid sodný, chlorid sodný a voda (s vyloučením vody, která je přidávána spolu s ostatními surovinami) se smísí a zahřeje na 180°F (82°C).

2. Ostatní složky se přidávají s výhodou v následujícím pořadí, při teplotě dosahující 82°C: kokobetain, lauroylsarkosinát sodný nebo alfasulfomethylkokoát sodný, kaolinová hlína nebo hydratovaný zeolit (syntetický hlinitokřemičitan sodný) a parafín. Nakonec se přidá vonná látka.

3. Roztavená kapalná směs se nalije do tvarovacích forem.

4. Roztavená kapalina krystalizuje (tuhne) při ochlazování na pokojovou teplotu a vzniklé tyčinky se vyjmou z forem.

Tyčinky z příkladů jsou vyrobeny výše popsaným obecným postupem, pokud není specifikováno jinak.

~~Cy: 55813~~

Tabulka I

Srovnávací příklady hlavních mýdlových tyčinek

Srovnávací příklady:	A	B	C	D
Složka	%hmot.	%hmot.	%hmot.	%hmot.
myristát sodný	34.0	30.6	29.2	26.3
kyselina myristová	1.0	4.4	5.8	8.7
voda	65	65	65	65
poměr myristát sodný /				
kyselina myristová	34 : 1	7 : 1	5 : 1	3 : 1
penetrace (mm)	5.8	7.3	9.0	11.7
pH	9.5	*	*	*

*pH se dá obtížně měřit

Tabulka II

Měkké prostředky bez podpory pevnosti

Srovnávací příklady:	E	F
Složka	%hmot.	%hmot.
myristát sodný	23.4	17.5
kyselina myristová	11.6	17.5
voda	65	65
penetrace (mm)	12.0	17.1
poměr myristát sodný / kyselina		
myristová	2 : 1	1 : 1

V tabulkách jsou pevné tyčinky tvořeny převážně mýdlem a vodou bez požadavku na další přídavek podpory pevnosti tyčinky. Srovnávací příklady A, B, C a D mají poměry mýdlo/karboxylová kyselina 34 : 1, 7 : 1, 5 : 1 a 3 : 1 a hodnoty penetrace 5.8, 7.3, 9.0 a 11 mm. Pokud poměr mýdlo/karboxylová kyselina překročí 2 : 1, jsou získány nepříjemně měkké tyčinky. Srovnávací příklady E a F mají poměry mýdlo/karboxylová kyselina 2 : 1 a 1 : 1 a hodnoty penetrace 12.0 a 17.1 mm.

Tabulka III

Tyčinky s neutrálním pH s další složkou rozpouštědla oproti srovnávacímu příkladu G

Příklady:	srov. G	H	I
Složka	% hmot.	% hmot.	% hmot.
kyselina myristová	17.5	17.5	17.5
myristát sodný	17.5	17.5	17.5
propylenglykol	0.0	15.0	25.0
voda	65.0	50.0	40.0
penetrace [mm]	17.6	10.2	7.3

Příklady H a I ukazují, že přídavek další složky rozpouštědla propylenglykolu vede k překvapivému zlepšení struktury, které je demonstrováno vyšší tvrdostí tyčinek s vyšším množstvím propylenglykolu. Vodné fáze v H a I, které zahrnují propylenglykol a vodu, jsou (bez karboxylové kyseliny) řídké roztoky.

Tabulka IV

Preferované neutrální tyčinky

Příklady:	J	K
Složka	%hmot.	%hmot.
myristát sodný	8.3	7.5
kyselina myristová	13.9	12.5
lauroyl-2-hydroxyethansulfonát		
sodný	-	6.2
n-alkylbenzensulfonát sodný	0.6	0.5
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát		
sodný	27.5	18.5
hlína altowhite	4.0	3.6
laktosa	-	10.0
parafín	9.1	8.1
2-hydroxyethansulfonát sodný	3.4	3.1
chlorid sodný	0.3	0.3
vonné látky	-	0.6
glydant	-	0.2
různé méně významné látky	28.0	24.9
penetrace (mm)	6.1	6.6
otěr	9.5	8.0
pěna	2.5	4.0
pH	7	7

Preferované tyčinky s neutrálním pH jsou pevné tyčinky s výborným

otěrem a dobrou pěnivostí. Příklady J a K obsahují 22 % a 20% hmotnostních celkového množství monokarboxylové kyseliny, kde 37% a 37% hmotnostních je neutralizováno. Příklad J obsahuje 28% hmotnostních syntetického tenzidu, který podporuje pevnost tyčinky. Příklad K obsahuje 34% hmotnostních celkového množství podpory pevnosti tyčinky, z kterého je 24% hmotnostních syntetický tenzid a 10% hmotnostních další složky rozpouštěda.

Tabulka V

Nevyvážené přípravky - měkké srovnávací příklady

Srovnávací příklady:	L	M	N
Složka	% hmot.	% hmot.	% hmot.
myristát sodný	17.5	17.5	-
kyselina myristová	17.5	17.5	-
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	15.0	25.0	41.6
různé méně významné látky	1.0	1.6	-
voda	49.0	38.4	58.4
penetrace [mm]	14.3	13.0	21.7
pH	7.3	7.3	-

Srovnávací příklady L, M a N v Tabulce V netvoří pevné tyčinky a mají hodnoty penetrace 14.3, 13.0 a 21.7. Pozornost musí být zaměřena na vyvážení množství karboxylové kyseliny, podpory pevnosti tyčinky, vody, atd. Poměr kokoyl-2-hydroxyethansulfonátu sodného a vody je přibližně týž u srovnávacích příkladů M a N. Srovnávací příklad N je "vodná fáze" bez karboxylové kyseliny. Vyvážené přípravky viz příklady O a P.

~~Sij.~~
55812

Tabulka VI

Tyčinky s neutrálním pH s dostatečnou podporou pevnosti tyčinky

Příklady:	O	P
Složka	% hmot.	% hmot.
myristát sodný	9.7	9.0
kyselina myristová	16.2	15.0
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	35.0	40.0
n-alkylbenzensulfonát sodný	0.7	2.0
2-hydroxyethansulfonát sodný	4.0	5.0
chlorid sodný	0.3	0.3
oxid titaničitý	0.3	-
různé méně důležité látky	2.2	2.6
voda	31.6	26.1
penetrace (mm)	7.6	7.1

V Tabulce IV má zvýšení množství kokoyl-2-hydroxyethansulfonátu sodného a více volné mastné kyseliny oproti mýdлу za výsledek pevnější tyčinky s hodnotami penetrace 7.6 a 7.1.

Tabulka VII

Tyčinky s neutrálním pH bez a s kosolventem

Srovnávací příklady Q a S oproti R a T

Příklady:	srov. Q	R	srov. S	T
Složka	% hmot.	% hmot.	% hmot.	% hmot.
myristát sodný	17.5	17.5	17.5	17.5

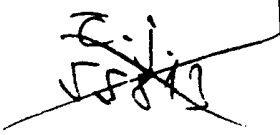
kyselina myristová	7.5	17.5	17.5	17.5
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát				
sodný	15.0	15.0	25.0	25.0
propylenglykol	-	5.0	-	5.0
různé méně důležité látky	1.0	1.0	1.6	1.6
voda	49.0	44.0	38.4	33.4
pH	7.3	7.3	7.3	7.4
penetrace [mm]	14.3	10.2	13.0	9.1
otěr	7.5	9.0	-	7.5

V Tabulce VII zvýší přísadek 5% hmotnostních propylenglykolu k příkladu R a T pevnost tyčinek ze srovnávacích příkladů přípravků Q a S.

Tabulka VIII

Tyčinky s neutrálním pH s karboxylovými kyselinami s různou délkou řetězce

Příklady:	U	V	W
Složka	% hmot.	% hmot.	% hmot.
laurát sodný (C ₁₂)	8.4	-	-
palmitát sodný (C ₁₆)	-	-	8.1
myristát sodný (C ₁₄)	-	8.1	-
kyselina laurová (C ₁₂)	14.0	-	-
kyselina myristová (C ₁₄)	-	13.5	-
kyselina palmitová (C ₁₆)	-	-	13.5



lauroyl-2-hydroxyethansulfonát			
sodný	7.0	6.7	6.7
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát			
sodný	21.1	20.3	20.3
n-alkylbenzensulfonát sodný	0.7	0.7	0.7
kukuřičný škrob	7.8	10.8	10.8
hlína altowhite	3.8	3.9	3.9
2-hydroxyethansulfonát sodný	6.1	3.6	3.6
chlorid sodný	0.3	0.3	0.3
vonné látky	0.6	-	0.6
glydant	0.2	0.2	-
různé méně významné látky	2.7	4.0	4.0
voda	27.4	27.9	27.3
pH	6.7	7.3	7.5
penetrace (mm)	11.7	5.7	4.8
otěr	5.0	9.5	9.5

Tabulky VIII a IX ukazují, že zvýšení délky řetězce karboxylové kyseliny zvýší pevnost tyčinek. Laurová kyselina (C_{12} , příklad U) má okrajovou penetrační hodnotu (11.7 mm) a špatný otěr. Myristová kyselina (C_{14} , příklad V), palmitová kyselina (C_{16} , příklad W), stearová kyselina (C_{18} , příklad X) a behenová kyselina (C_{22} , příklad Y) mají hodnoty penetrace 5.7, 4.8, 4.4 a 3.6. Navíc mají tyto tyčinky vynikající otěr.

Tabulka IX

Tyčinky s neutrálním pH s karboxylovými kyselinami s různou délkou řetězce

Příklady:	X	Y
Složka	% hmot.	% hmot.
stearát sodný (C ₁₈)	8.1	0.0
behenát sodný (C ₂₂)	-	8.1
kyselina stearová (C ₁₄)	13.5	-
kyselina behenová (C ₁₆)	-	13.5
lauroyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	6.7	6.7
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	20.3	20.3
n-alkylbenzensulfonát sodný	0.7	0.7
kukuřičný škrob	10.8	10.8
hlína altowhite	3.9	3.9
2-hydroxyethansulfonát sodný	3.6	3.6
chlorid sodný	0.3	0.3
vonné látky	0.6	0.6
glydant	0.2	0.2
různé méně významné látky	4.0	4.0
voda	27.3	27.3
pH	6.7	7.2
penetrace (mm)	4.4	3.6
otěr	9.5	9.5

Tabulka X

Tyčinky s neutrálním pH s různými karboxylovými kyselinami

Příklady:	Z	AA	BB
Složka	% hmot.	% hmot.	% hmot.
myristát sodný	13.8	-	2.9
stearát sodný	-	13.8	6.8
kyselina myristová	23.1	-	4.9
kyselina stearová	-	23.1	11.3
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát			
sodný	22.0	22.0	22.0
n-alkylbenzensulfonát sodný	1.0	1.0	1.0
parafín			
2-hydroxyethansulfonát sodný	5.7	5.7	4.0
chlorid sodný	0.5	0.5	0.5
různé méně významné látky	1.4	1.4	2.2
voda	32.0	32.0	31.9
pH	7.1	7.1	7.7
penetrace (mm)	8.8	7.3	7.2
otěr	9.5	10.0	8.5

Tabulka X ukazuje, že vzniká pevná tyčinka pokud je základní karboxylová kyselina buď kyselina myristová (př. Z), kyselina stearová (př. AA) nebo směs dvou karboxylových kyselin (př. BB).

Tabulka XI

Tyčinky s neutrálním pH se smíchanými karboxylovými kyselinami

Příklady:	CC	DD
Složka	% hmot.	% hmot.
myristát sodný	1.6	8.7
12-hydroxystearát sodný	3.4	1.0
kyselina myristová	3.4	14.6
12-hydroxystearová kyselina	7.6	1.6
lauroyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	18.3	-
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát " sodný	9.4	35.0
n-alkylbenzensulfonát sodný	2.5	0.7
lauroylsarkosinát sodný	4.0	-
kokobetain	8.0	-
hlína altowhite	5.5	-
2-hydroxyethansulfonát sodný	-	4.0
parafín	10.0	-
chlorid sodný	1.7	0.4
oxid titaničitý	0.3	-
různé méně významné látky	4.1	2.2
voda	20.5	31.9
pH	6.8	7.6
penetrace (mm)	5.9	5.4
otěr	8.5	9.5

Tabulka XI ukazuje, že směs karboxylových kyselin, kyseliny myristové a kyseliny 12-hydroxystearové tvoří pevné tyčinky; lauroyl-2-hydroxyethansulfonát sodný, kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný, n-alkylbenzensulfonát sodný a lauroylsarkosinát sodný jsou podpory pevnosti tyčinky v příkladě CC a kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný a n-alkylbenzensulfonát sodný jsou podpory pevnosti tyčinky v příkladě DD. Příklad CC navíc obsahuje 8% kokobetainu, amfoterního kotenozidu, zesilovače pění.

Tabulka XII

Tyčinky s neutrálním pH s jinými kationty než je sodný ion

Příklady:	EE	FF	GG
Složka	% hmot.	% hmot.	% hmot.
myristát hořečnatý	17.5	-	-
myristát vápenatý	-	17.5	-
myristát hlinitý	-	-	17.5
kyselina myristová	17.5	17.5	17.5
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát			
sodný	25.0	25.0	25.0
propylenglykol	5.0	5.0	5.0
voda	35.0	35.0	35.0
pentrace (mm)	5.5	8.3	5.6
otěr	10.0	8.0	10.0

Tabulky XII a XIII ukazují, že karboxylová kyselina může být neutralizována různými kationty. Myristát hořečnatý, vápenatý a hlinitý (příklady EE, FF a GG)

tvoří pevné tyčinky, ale myristát draselný a litný (srovnávací příklady HH a II) ne. K neutralizaci karboxylových kyselin v příkladech EE, FF a GG a srovnávacích příkladech HH a II se používá hydroxid hořečnatý, hydroxid vápenatý, hydroxid hlinitý, hydroxid draselný a hydroxid litný.

Tabulka XIII

Srovnávací Li a K kationty při neutrálním pH

Srovnávací příklady:

Složka	HH	II
	% hmot.	% hmot.
myristát vápenatý	8.3	-
myristát hlinitý	-	17.5
kyselina myristová	13.9	17.5
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	30.0	25.0
propylenglykol	-	5.0
hlína altowhite	4.0	-
parafín	9.0	-
2-hydroxyethansulfonát sodný	3.4	-
chlorid draselný	0.3	-
propylenglykol	-	5.0
různé méně významné látky	1.9	-
voda	28.7	35.0
pH	7.3	7.5
pentrace (mm)	20.9	15.5

Tabulka XIV

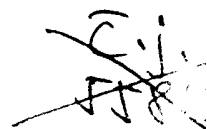
Tyčinky s neutrálním pH s různými syntetickými tenzidy jako podporou
pevnosti tyčinky

Příklady:	JJ	KK	LL	MM
Složka	% hmot.	% hmot.	% hmot.	% hmot.
myristát sodný	25.0	25.0	25.0	25.0
3-laurylsulfát sodný	10.0	-	5.0	-
laurylmethylestersulfonát sodný	-	10.0	5.0	-
lauroylsarkosinát sodný	-	-	-	5.0
propylenglykol	10.0	10.0	10.0	10.0
hlína altowhite	4.0	4.0	4.0	4.0
parafín	6.5	6.5	6.5	6.5
chlorid sodný	2.0	2.0	2.0	2.0
různé méně významné látky	1.1	4.1	2.6	2.2
voda	33.4	30.4	31.9	32.3
pH	6.6	-	-	-
pentrace (mm)	10.0	10.0	10.0	9.5

Tabulka XV

Tyčinky s neutrálním pH se směsmi různých syntetických tenzidů jako
podporou pevnosti tyčinky

Příklady:	NN	OO
Složka	% hmot.	% hmot.
myristát sodný	8.0	8.0
kyselina myristová	25.0	25.0



laurylmethylestersulfonát sodný	-	10.0
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	10.0	10.0
propylenglykol	10.0	4.0
hlína altowhite	4.0	3.0
parafín	6.5	5.0
chlorid sodný	2.0	2.0
různé méně významné látky	0.7	4.7
voda	33.9	28.3
pH	-	6.4
penetrace (mm)	6.0	10.6
otěr	10.0	8.5

V tabulkách XIV A XV jsou použity jako podpora pevnosti tyčinky různé syntetické tenzidy a všechny výsledné tyčinky jsou pevné. Příklady JJ, KK a LL obsahují 3-laurethsulfát sodný, laurylmethylestersulfonát sodný a směs těchto dvou tenzidů. Příklad MM obsahuje směs laurylmethylestersulfonátu sodného a lauroylsarkosinátu sodného, zatímco příklady NN a OO obsahují kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný a směs kokoyl-2-hydroxyethansulfonátu sodného a laurylmethylestersulfonátu sodného. 3-laurylsulfát sodný, laurylmethylestersulfonát sodný a lauroylsarkosinát sodný jsou velmi rozpustné tenzidy, které tvoří zředěné roztoky při poměrech tenzid/voda 0.4 : 1 nebo nižších a přesto tyto tenzidy působí jako podpora pevnosti tyčinky v příkladech JJ, KK, LL a MM dokonce i když je poměr tenzid/voda 0.3 : 1 a tenzidy v příkladech jsou pravděpodobně zcela rozpuštěny.

Tyčinky s neutrálním pH podle tohoto vynálezu jsou vyráběny

standardním způsobem. Ztuhlá tyčinka s neutrálním pH a způsob, který vyžaduje speciální podmínky je popsána v U.S. patentové žádosti ser. č.854,931 - Kacher a kol., podané 20.03.1992, která je zde zahrnuta jako reference. Následující prostředky příkladů PP, QQ a RR v Tabulce XVI mohou být užity standardním způsobem, ale jsou preferovány jako ztuhlé tyčinky s neutrálním pH.

Tabulka XVI

Preferované ztuhlé, neutrální tyčinky

Příklady: Složka	PP % hmot.	QQ % hmot.	RR % hmot.
myristát sodný	8.1	8.0	8.0
kyselina myristová	13.5	13.6	13.6
lauroyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	6.7	6.7	6.5
kokoyl-2-hydroxyethansulfonát sodný	20.3	28.1	28.0
n-alkylbenzensulfonát sodný	0.7	0.7	0.7
kukuřičný škrob	10.8	-	-
dextrin	-	7.4	7.3
hlína altowhite	3.9	-	-
parafín	-	0.9	0.9
Jaguar C145	-	-	1.0
2-hydroxyethansulfonát sodný	3.6	4.1	4.0
chlorid sodný	0.3	5.3	5.3
vonné látky	0.6	0.2	0.3

~~5.1.1~~
~~7.1.1~~

tetrasodná sůl kyseliny ethylen

diamintetraoctové	-	-	0.2
glydant	0.2	0.2	0.2
oxid titaničitý	-	-	0.1
různé méně významné látky	4.4	5.4	5.3
voda	26.9	19.5	18.5

Tabulka XVI ukazuje preferované kosmetické, čistící tyčinky s neutrálním pH vyrobené supra, ztuhlá tyčinka způsobem podle Kachera a kol. Tyčinky jsou pevné tyčinky a kombinují vynikající otěrové charakteristiky a dobrou pěnivost.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Pevná, obzvláště jemná, kosmetická, čistící tyčinka s neutrálním pH, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje (a) 5 až 50 % hmotnostních monokarboxylové kyseliny, která je z 20 až 65 % hmotnostních neutralizována; (b) 15 až 65 % hmotnostních vodorozpustné, organické, anionické a/nebo neionické podpory pevnosti tyčinky a (c) 15 až 55 % hmotnostních vody vztaženo na hmotnost tyčinky; a

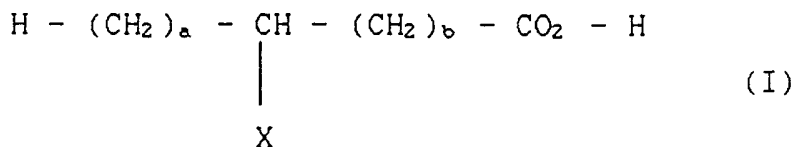
že volná monokarboxylová kyselina tvoří 35 až 80 % hmotnostních ze směsi volné a neutralizované monokarboxylové kyseliny;

že neutralizovaná monokarboxylová kyselina má kation vybraný ze skupiny sestávající ze sodíku, hořčíku, vápníku, hliníku a jejich směsí; a

že neutrální pH je 6,3 do 8,0, a

že čistící tyčinka má hodnotu penetrace od nuly do 12 mm, měřeno při 25°C.

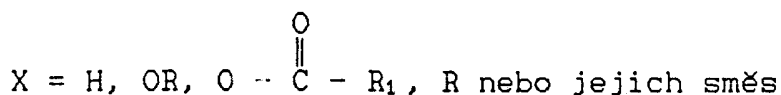
2. Čistící tyčinka s neutrálním pH podle nároku 1, v y z n a č u j í s e t í m, že přinejmenším 80 % hmotnostních monokarboxylové kyseliny má obecný vzorec (I):



kde:

$$a + b = 10 \text{ až } 20$$

$$a \text{ i } b = 0 \text{ až } 20$$



$R = C_1$ až C_3 alkyl, H nebo jejich směs

$R_1 = C_1$ až C_3 alkyl; a

že tyčinka má hodnotu penetrace nižší než 12 mm při 49°C ;

a

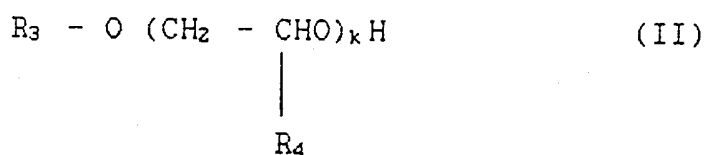
že podpora pevnosti tyčinky je s výhodou vybrána ze skupiny sestávající z:

I. 5 až 50 % hmotnostních syntetického tenzidu, který je vybrán ze skupiny sestávající z alkylsulfátů, parafínsulfonátů, alkylglycerylethersulfonátů, anionických acylsarkosinátů, methylacyltaurátů, n-alkylbenzensulfonátů, N-acyl glutamátů, alkylglukosidů, esterů alfa-sulfomastných kyselin, acyl 2-hydroxyethansulfonátů, glukosamidů, alkylsulfosukcinátů, alkyletherkarboxy- láť, alkylesterů kyseliny fosforečné, ethoxylovaných alkylesterů kyseliny fosforečné, methylesterů glukosy, kondenzátů proteinů, alkylethersulfátů s 1 až 12 ethoxy skupinami a jejich směsí, kde tenzidy obsahují C_8 až C_{22} alkylénové řetězce a jejich směsí a

kde celkové množství neutralizované monokarboxylové kyseliny a syntetického tenzidu je s výhodou 10 až 65 % hmotnosti celé tyčinky; a

II. 0 až 40 % hmotnostních další složky rozpouštědla, která je vybrána ze skupiny sestávající z:

(a) netěkavých, vodorozpustných neionických organických rozpouštědel vybraných ze skupiny sestávající z polyolů struktury obecného vzorce (II):



kde $R_3 = H$ nebo C_1 až C_4 alkyl, $R_4 = H$ nebo CH_3 a $k =$ 1 až 200, C_2 až C_{10} alkandiolů, sorbitolu, glycerinu, cukrů, derivátů cukrů, močoviny a ethanolaminů obecného vzorce (III)



kde $x = 1$ až 3 , $y = 0$ až 2 a $x + y = 3$

(b) alkoholů, které obsahují od 1 do 5 atomů uhlíku a jejich směsí a

III. směsí (a) a (b).

3. Čistící tyčinka s neutrálním pH podle nároku 1, v y z-
n a č u j í c í s e t í m, že neutralizovaná karboxylová
kyselina je sodná sůl;

že karboxylová kyselina tvoří 15 až 30 % hmotnosti
tyčinky;

že syntetický tenzid tvoří 10 až 40 % hmotnosti tyčinky
a syntetický tenzid obsahuje alkylenové řetězce C_{10} až C_{18} ;

že další složka rozpouštědla tvoří 20 až 30 % hmotnosti
tyčinky a

že monokarboxylová kyselina je vybrána z: $\text{X} = \text{H}$ a $a + b = 12$ až 20 , nebo $\text{X} = \text{OH}$, $a = 10$ až 16 , $b = 0$, nebo kyseliny
12- hydroxystearové nebo jejich směsí a

že tyčinka má hodnotu penetrace od 3 mm do 9 mm a

že tyčinka obsahuje pevný strukturní skelet z krystalické
fáze sestávající z vzájemně spojeného, otevřeného
trojrozměrného pletiva prodloužených krystalů sestávajícího
z monokarboxylové kyseliny.

4. Čistící tyčinka s neutrálním pH podle nároku 3, v y z-
n a č u j í c í s e t í m, že neutralizovaná karboxylová
kyselina tvoří 30 až 40 % hmotnosti karboxylové kyseliny;

že neutralizovaná karboxylová kyselina je sodná sůl;

že monokarboxylová kyselina tvoří 20 až 30 % hmotnosti
tyčinky

že monokarboxylová kyselina $\text{X} = \text{H}$ a $a + b = 12$ až 20 ,
nebo je monokarboxylová kyselina je kyselina

12-hydroxystearová a

že voda tvoří 20 až 30 % hmotnosti tyčinky a

že monokarboxylová kyselina je s výhodou vybrána ze skupiny sestávající z kyseliny myristové, kyseliny behenové a kyseliny 12-hydroxystearové a jejich směsí.

5. Čistící tyčinka s neutrálním pH podle nároku 4, v y z-
n a č u j í c í s e t i m, že množství syntetického tenzidu
je 20 až 30 % hmotnosti tyčinky,

že celkové množství neutralizované monokarboxylové
kyseliny a syntetického tenzidu je 25 až 50 % hmotnosti tyčinky
a

že syntetický tenzid je sodná sůl a je vybrán ze skupiny
sestávající z alkylsulfátů, alkylglycerylethersulfonátů, n-
alkylbenzensulfonátů, esterů alfa-sulfomastných kyselin, acyl
2-hydroxyethansulfonátů, glukosamidů, ethoxylovaných
alkylethersulfátů s 1 až 6 ethoxy skupinami a jejich směsí, kde
tenzid obsahuje C_{10} až C_{18} alkylénové řetězce a jejich směsí a

že syntetický tenzid je s výhodou acyl 2-hydroxyethan-
sulfonát sodný a ještě výhodněji,

že je acyl 2-hydroxyethansulfonát sodný vybraný ze
skupiny sestávající z kokoyl 2-hydroxyethansulfonátu sodného
a lauroyl 2-hydroxyethansulfonátu sodného a jejich směsí.

6. Čistící tyčinka s neutrálním pH podle nároku 5, v y z-
n a č u j í c í s e t i m, že množství další složky
rozpouštědla tvoří 2 až 15% hmotnosti tyčinky, a že je vybrána
ze skupiny sestávající z polyolu obecného vzorce (II) kde R_3
 $= H$ a $k = 1$ až 5 , glycerinu, cukrů, cukerných derivátů,
močoviny, ethanolaminů obecného vzorce (III) a jejich směsí a

že další složka rozpouštědla tvoří s výhodou 2 až 10 %
hmotnosti tyčinky, a že je vybrána ze skupiny sestávající

z propylenglykolu, sacharosy, laktosy, glycerinu a jejich směsí.

7. Čistící tyčinka s neutrálním pH podle nároku 1, v y z-
n a č u j í c í s e t i m, že obsahuje 0.1 až 60 %
hmotnostních dalších složek mýdlové čistící tyčinky vybraných
ze skupiny sestávající z:

0.5 až 3 % hmotnostních draselného mýdla;

0.5 až 3 % hmotnostních triethylamoniového mýdla;

1 až 40 % hmotnostních velmi jemných ve vodě
nerozpusťných materiálů vybraných ze skupiny sestávající
z uhličitanu vápenatého a talku;

0.1 až 20 % hmotnostních polymerní podpory zlepšení
pocitu při styku s pokožkou

0.5 až 25 % hmotnostních hlinitokřemičitanové hlíny
a/nebo jiných hlín,

kde hlinitokřemičitany a hlíny jsou vybrány ze skupiny
sestavující ze zeolitů, kaolinu, kaolinitu, montmorilonitu,
atapulgitu, ilitu, bentonitu, halloysitu a kalcinovaných
hlinek,

1 až 40 % hmotnostních soli a hydrátů soli a jejich směsí
kde sůl a hydrát soli má kation vybraný ze skupiny sestávající
ze sodíku, draslíku, hořčíku, vápníku, hliníku, lithia, amonia,
monoethanolamonia, diethanolamonia a triethanolamonia a kde sůl
a hydrát soli má anion vybraný ze skupiny sestávající
z chloridu, bromidu, síranu, metakřemičitanu,
orthofosforečnanu, difosforečnanu, polyfosfátu, metaboritanu,
tetraboritanu, hydrogenuhličitanu, uhličitanu,
hydrogenfosforečnanu, 2- hydroxyethansulfonátu, methylsulfátu
a mono a polykarboxylátu, který má 6 uhlíkových atomů nebo méně

0.5 až 30 % hmotnostních škrobu

1 až 20 % hmotnostních amfoterního kotenzidu vybraného ze

skupiny sestávající z alkylbetainů, alkylsultainů a trialkylaminoxidů a jejich směsí

0.1 až 40 % hmotnostních hydrofobního materiálu vybraného ze skupiny sestávající z mikrokrytalického vosku, petrolata, karnaubského vosku, palmového vosku, vosku z candelilly, vosku z cukrové třtiny, triglyceridů odvozených z rostlin, včelího vosku, vorvaňoviny, lanolínu, vosku ze dřeva, šelakového vosku, triglyceridů odvozených z živočichů, montaru, parafínu, zemního vosku, ceresinu a Fischer-Tropschova vosku a

že množství amfoterního tenzidu je s výhodou 3 až 10 % hmotnostních a preferovaný amfoterní tenzid je vybrán ze skupiny sestávající z kokobetainu, kokoamidopropylbetainu, kokodimethylaminoxidu a kokoamidopropylhydroxysultainu a

že tyčinka s výhodou obsahuje 2 až 35 % hmotnostních hydrofobního materiálu, který má bod tání od 49°C (120°F) do 85°C (185°F) a je vybrán ze skupiny sestávající z petrolata a vosku a jejich směsí a

že tyčinka s výhodou obsahuje 3 až 15 % hmotnosti celé tyčinky parafínového vosku a

že tyčinka s výhodou obsahuje 1 až 20 % hmotnostních solí, které jsou vybrány ze skupiny sestávající z chloridu sodného, síranu sodného, hydrogenfosforečnanu sodného, difosforečnanu sodného, tetraboritanu sodného, octanu sodného, citrátu sodného, 2-hydroxyethansulfonátu sodného a jejich směsí a

že tyčinka ještě výhodněji obsahuje sůl v množství 4 až 15 % hmotnostních a tato sůl je s výhodou vybrána ze skupiny sestávající z chloridu sodného a 2-hydroxyethansulfonátu sodného a

že tyčinka s výhodou obsahuje 1 až 15 % hmotnostních velmi jemných ve vodě nerozpustných materiálů, 0.1 až 3 % hmotnostních polymerní podpory zlepšení pocitu při styku

s pokožkou, která je vybrána ze skupiny sestávající z guaru, kvarternizovaného guaru a kvarternizovaných polysacharidů, 1 až 15 % hmotnostních hlinitokřemičitanů a/nebo jiných hlinek a 1 až 15 % hmotnostních škrobu, kde škrob je vybrán ze skupiny sestávající z kukuřičného škrobu a dextrinu.

8. Čistící tyčinka s neutrálním pH, vyznačující se tím, že obsahuje přinejmenším dvě fáze a celkové množství 5 až 50 % hmotnostních směsi volné a neutralizované monokarboxylové kyseliny, 15 až 65 % hmotnostních anionické a/nebo neionické podpory pevnosti tyčinky a 15 až 55 % hmotnostních vody z hmotnosti tyčinky,

že volná monokarboxylová kyselina tvoří 35 až 80 % hmotnosti směsi volné a neutralizované monokarboxylové kyseliny a naopak neutralizovaná karboxylová kyselina tvoří 20 až 65 % hmotnosti směsi a

že jedna z fází obsahuje pevný strukturní skelet z krystalické fáze sestávající z vzájemně spojeného, otevřeného trojrozměrného pletiva prodloužených krystalů sestávajícího především ze směsi volné a neutralizované karboxylové kyseliny a

že druhá fáze je směs vodné fáze, která má (pokud je měřena samostatně) hodnotu penetrace větší než 12 mm až do úplné penetrace při 25°C a

že kosmetická, čistící tyčinka má hodnotu penetrace od nuly do 12 mm měřenou při 25°C pomocí Standardní vážené penetrometrické sondy vážící 247 g, která má kónickou jehlu připojenou k hřídeli délky 9 palců (22.9 cm), která váží 47 g s 200 g na vrcholku hřídele, se kterými dosahuje celkové hmotnosti 247 g, kónická jehla má na vrcholku rozměr 19/32 palce (1.51 cm) a na špičce 1/32 palce (0.08 cm) a

že směs vodné fáze obsahuje 20 až 95 % vody hmotnosti

této vodné fáze, a že vodná fáze s výhodou obsahuje 35 až 75 % vody hmotnosti této vodné fáze a

že tyčinka má hodnotu penetrace od 3 mm do 9 mm u 25 mm vzorku tyčinky a

že tyčinka s výhodou obsahuje různé fáze, které nejsou karboxylovými kyselinami a obsahují kapičky nebo krystaly vybrané z vosků, petrolata a hlinek

že tyčinka obsahuje různé fáze, které nejsou karboxylovými kyselinami a obsahují kapičky nebo krystaly syntetického tenzidu.

9. Způsob výroby pevné, čistící tyčinky s neutrálním pH v y z n a č u j í c í s e t i m, že obsahuje: (a) 5 až 50 % hmotnostních monokarboxylové kyseliny, která je z 20 až 65 % hmotnostních zneutralizována; (b) 15 až 65 % hmotnostních vodorozpustné, organické, anionické a/nebo neionické podpory pevnosti tyčinky, která je vybrána ze skupiny sestávající ze syntetického tenzidu a neionické další složky rozpouštědla a jejich směsí a (c) 15 až 55 % hmotnostních vody vztaženo na hmotnost tyčinky a že pevná čistící tyčinka má hodnotu penetrace 0 až 12 mm, měřeno při 25°C a způsob zahrnuje kroky:

I. tvorba homogenní, tekuté, roztavené, vodné směsi z vody, karboxylové kyseliny a podpory pevnosti tyčinky mícháním při teplotě od 50°C (120°F) do 95°C (205°F), s výhodou od 75°C do 95°C;

II. neutralizace 20 až 65 % hmotnostních karboxylové kyseliny z kroku I hydroxidem, který má kation vybraný ze skupiny sestávající ze sodíku, hořčíku, vápníku, hliníku a jejich směsí;

III. vlití homogenní, tekuté, roztavené směsi do formy a

IV. krystalizace tvarované, roztavené směsi ochlazením tak, aby vznikla požadovaná čistící tyčinka a

že tekutá, roztavená směs má viskozitu 0.01 až 4 Pa.s při smykové rychlosti 1 až 5 sec^{-1} při 65 až 95°C, s výhodou 0.1 až 2 Pa.s, ještě výhodněji 0.5 až 1 Pa.s a

že ochlazování v kroku III je s výhodou prováděno při teplotě místnosti

10. Způsob výroby pevné, čistící tyčinky s neutrálním pH podle nároku 9, v y z n a č u j í c í s e t í m, že podpora pevnosti tyčinky je přidávána po neutralizaci, a že karboxylová kyselina je neutralizována hydroxidem sodným a s výhodou tvoří neutralizovaná karboxylová kyselina 30 až 40 % hmotnosti monokarboxylové kyseliny,

že neutralizovaná karboxylová kyselina je sodná sůl,

že monokarboxylová kyselina tvoří 20 až 30 % hmotnosti tyčinky,

že syntetický tenzid tvoří 20 až 30 % hmotnosti tyčinky a

že voda tvoří 20 až 30 % hmotnosti tyčinky.