

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(21) **201890505** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки  
2018.11.30

(51) Int. Cl. *C11D 9/00* (2006.01)  
*C11D 13/18* (2006.01)

(22) Дата подачи заявки  
2016.10.12

---

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БРУСКА МЫЛА, ИМЕЮЩЕГО ОТДЕЛЬНЫЕ ОБЛАСТИ С КОНКРЕТНЫМИ ВЫБРАННЫМИ КОМПОНЕНТАМИ**

---

(31) 15190270.7

(32) 2015.10.16

(33) EP

(86) PCT/EP2016/074510

(87) WO 2017/064141 2017.04.20

(71) Заявитель:

**ЮНИЛЕВЕР Н.В. (NL)**

(72) Изобретатель:

**Астолфи Рафаэл, Бассо Жоржи Луис,  
Леопольдино Серхио Роберто (BR),  
Видигаль Луис Фелипе Коста (ZA),  
Виджаякришнан Венугопал (IN),  
Яровой Юрий Константинович (US)**

(74) Представитель:

**Нилова М.И. (RU)**

(57) Настоящее изобретение относится к способу получения композиций брусков мыла, содержащих матрицу бруска, преимущественно содержащую мыло с длинной цепью, и вкрапленные области, которые преимущественно содержат мыла с более короткими цепями. Новые бруски согласно настоящему изобретению являются достаточно твердыми для применения на крупносерийном производстве с обеспечением преимуществ, заключающихся в значительном увеличении объема образующейся пены, например, благодаря доставке мыл с короткими цепями из областей с концентрированным содержанием. Неожиданно было установлено, что, даже когда мыла в областях с концентрированным содержанием составляют небольшой процент от общего количества применяемых мыл, они образуют наблюдаемый набор пиков, характерных для каппа-фазы.

**201890505**  
**A1**

**201890505**  
**A1**

## **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БРУСКА МЫЛА, ИМЕЮЩЕГО ОТДЕЛЬНЫЕ ОБЛАСТИ С КОНКРЕТНЫМИ ВЫБРАННЫМИ КОМПОНЕНТАМИ**

### **ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ**

5

Настоящее изобретение относится к композициям брусков, преимущественно состоящим из мыла жирной кислоты, и, в частности, к способу получения указанных композиций. Настоящее изобретение относится к композициям брусков, имеющим области (которые можно определять, например, по набору пиков, характерных для каппа-фазы), например, с преимущественным содержанием мыл с более короткими цепями (полученных отдельно и добавленных), и эти области обычно составляют примерно от 3 до 25% (от общего объема бруска) конечной композиции бруска. Преобладающая матрица бруска (обычно составляющая примерно от 75% до 97% от конечного объема бруска) преимущественно содержит мыла с более длинными цепями, которые являются типичными структурообразующими и скрепляющими ингредиентами композиций брусков мыла. Обеспечивая бруски, в которых области с преимущественным содержанием мыл с короткими цепями вкраплены в матрицу бруска с преимущественным содержанием мыла с длинной цепью, авторы настоящего изобретения обеспечивают бруски, которые хорошо подходят для экструдирования (что определяют по приемлемым значениям твердости), но при этом обладают преимуществами, обеспечиваемыми мылами с более короткими цепями (например, улучшенное пенообразование), которые могут теряться или сводиться к минимуму при получении смеси мыл при помощи одностадийного процесса омыления. Кроме того, поскольку преимущества обеспечиваются областями с концентрированным содержанием, такие же преимущества можно достигать с применением гораздо более низких содержаний, например, мыл с короткими цепями.

30

### **УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ**

Бруски мыла для очищения обычно получают путем омыления (нейтрализации) триглицеридов жирных кислот. В указанном процессе омыления

различные жиры (например, талловый жир, смеси пальмового и кокосового масел) омыляют в присутствии щелочи (обычно NaOH) с получением щелочных солей жирных кислот (полученных из цепей жирных кислот, образующих глицерид) и глицерина. Затем глицерин обычно экстрагируют солевым раствором с получением  
5 разбавленного раствора мыла жирной кислоты, содержащего мыло и водную фазу (например, 70% мыла и 30% водной фазы). Затем раствор мыла обычно сушат (например, до примерно 15% воды) и оставшуюся массу обычно смешивают, измельчают, пропускают через шнек-пресс, нарезают и штампуют с получением брусков. Альтернативно, раствор мыла можно отливать в литейные формы,  
10 блистеры и т.п.

Длины цепей мыл жирных кислот, содержащихся в конечном бруске, варьируются в зависимости от исходного жирового или масляного сырья (для целей настоящего описания термины “масло” и “жир” применяют  
15 взаимозаменяемо, за исключением случаев, когда контекст требует иного). Мыла жирных кислот с более длинными цепями (например, C<sub>16</sub> пальмитиновой или C<sub>18</sub> стеариновой) обычно получают из талловых и пальмовых масел, а мыла с более короткими цепями (например, C<sub>12</sub> лауриновой кислоты) обычно можно получать, например, из кокосового масла или пальмоядрового масла. Получаемые мыла  
20 жирных кислот также могут быть насыщенными или ненасыщенными (например, мыло олеиновой кислоты).

Как правило, мыла жирных кислот с большей молекулярной массой (например, C<sub>14</sub> - C<sub>22</sub> мыла) являются нерастворимыми и не подходят для  
25 образования пены, хотя они могут способствовать приданию пене, образованной другими растворимыми мылами, кремообразности и большей стабильности. Наоборот, мыла с меньшей молекулярной массой (например, C<sub>8</sub> - C<sub>12</sub>) и мыла с цепью олеиновой кислоты быстро образуют пену. Тем не менее, мыла с более длинными цепями (обычно насыщенные, хотя они также могут содержать  
30 некоторое количество ненасыщенных фрагментов, таких как цепь олеиновой кислоты) являются желательными, поскольку они помогают бруску поддерживать структуру и не растворяться слишком быстро. Ненасыщенные мыла (например,

олеиновой кислоты) являются растворимыми и способствуют образованию более плотной кремообразной пены, как и мыла с более длинными цепями.

5 Поскольку, как отмечено выше, все жиры добавляют, омыляют и сушат в начале процесса, омыление материалов как с длинными цепями, так и с короткими цепями происходит совместно, и конечные мыла равномерно распределяются в объеме конечного бруска после завершения процесса. При совместном омылении мыл с разными длинами цепей не образуются области с концентрированным содержанием мыл с конкретной длиной цепи.

10

Как правило, на стадии омыления или сушки (где температура очень высокая, например, выше 100°C) совместно с жирами можно добавлять агенты для ухода за кожей, которые будут составлять часть конечного бруска. Тем не менее, при добавлении указанных ингредиентов к конкретным вариантам продукции их  
15 обычно добавляют в процессе смешивания (при более низких температурах), чтобы избежать осложнений на производстве. Полезные агенты обычно являются жидкостями, пастами или мягкими частицами, и их можно добавлять на указанной более поздней стадии. Добавление полезных агентов (например, силиконов; увлажнителей, таких как глицерин или сорбит; смягчающих веществ, таких как  
20 изопропилпальмитат) в процессе омыления/сушки обеспечивает их тщательное и однородное перемешивание. Это так даже для полезных агентов, которые имеют относительно высокие температуры плавления (например, выше 50°C, обычно выше 60°C). Такие полезные агенты можно легко смешивать при температурах, обычно применяемых для омыления (от 90 до 120°C), а нагревание и  
25 эффективность перемешивания обеспечивают полную однородность и равномерное распределение полезного агента в объеме матрицы конечного мыла.

Как отмечено выше, некоторые полезные агенты (которые называют “заключительные материалы добавки”) можно добавлять и обычно добавляют  
30 после омыления и сушки и непосредственно перед тем, как лапшу из мыла (например, лапшу из мыла, содержащую полезные агенты, которые добавляют на стадии омыления) подвергают смешиванию, измельчению, пропуску через

шнек-пресс и т.п. Как правило, указанный второй тип полезных агентов представляет собой агенты, которые улучшают эстетические характеристики бруска, особенно визуальные, тактильные и ольфакторные свойства, как непосредственно (отдушки), так и косвенно (консерванты).

5

Примеры добавок (как “не заключительных” материалов, которые можно добавлять при омылении, так и “заключительных” материалов, которые можно добавлять после омыления и на стадии смешивания) включают, но не ограничиваются следующими: отдушки; опалесцирующие агенты, такие как жирные спирты, этоксилированные жирные кислоты, твердые сложные эфиры и  $TiO_2$ ; красители и пигменты; перламутровые агенты, такие как слюды, покрытые  $TiO_2$ , и другие интерференционные пигменты; пластинчатые зеркальные частицы, такие как органические блестки; охлаждающие добавки, такие как ментол и имбирь; консерванты, такие как диметилолдиметилгидантоин (Glydant XL 1000), парабены, сорбиновая кислота и т.п.; антиоксиданты, такие как, например, бутилированный гидрокситолуол (БГТ); хелатирующие агенты, такие как соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) и тринатрия этидронат; стабилизаторы эмульсии; вспомогательные загустители; буферные агенты и их смеси.

20

Добавки обычно добавляют в количестве от примерно 0,1% до примерно 3%, предпочтительно от 0,1% до 0,5% и наиболее предпочтительно от примерно 0,2% до примерно 0,4% в расчете на общую массу композиции бруска. Как отмечено выше, различные добавки можно добавлять при омылении или после него.

25

Как указано выше, многие материалы добавок/полезные агенты имеют относительно низкие температуры плавления (ниже  $50^\circ C$ ). Наоборот, мыла, получаемые в процессе омыления (обычно получаемые с  $C_{16} Na^+/C_{18} Na^+/C_{18}:1 Na^+$ ), обычно имеют температуры плавления выше  $100^\circ C$ . Таким образом, указанные материалы не плавятся при проведении стадий обработки после омыления, на которых обычно добавляют заключительные добавки.

30

Неожиданно авторы настоящего изобретения обнаружили, что, если достигаются огромные преимущества вместо омыления всех жировых материалов (содержащих смесь соединений всех длин цепей) в одностадийном процессе омылять жиры, в которых 75% или более цепей, доступных для омыления и/или  
5 нейтрализации, представляют собой C<sub>14</sub> или более, отдельно (в другом потоке) от жиров, в которых 75% или более цепей, доступных для омыления и/или нейтрализации, представляют собой C<sub>12</sub> или менее.

В частности, в одном потоке можно получать мыла, в которых 75 масс.%  
10 или более относительно массы получаемых молекул мыла представляют собой C<sub>14</sub> или более, а в другом потоке можно получать мыла, в которых 75 масс.% или более относительно массы получаемых молекул мыла представляют собой C<sub>12</sub> и менее. Поскольку мыла получают на различных стадиях процесса, два типа мыл можно объединять и смешивать позже при гораздо более низких температурах. В  
15 результате смеси мыл не гомогенизируются и вместо этого образуют концентрированные области или домены (термины “области” и “домены” применяют взаимозаменяемо) с преимущественным содержанием мыл с короткими цепями, вкрапленные в матрицу с преимущественным содержанием мыл с длинными цепями, и указанные области лучше способны обеспечивать  
20 образование пены. Хотя время смешивания может быть продолжительным, обычно время смешивания составляет от 1 до 15 минут, предпочтительно от 2 до 10 минут. Раздельное омыление перед объединением двух смесей, при необходимости, также допускает применение различных противоионов в каждом из потоков, подвергающихся реакции омыления.

25

Кроме того, если два мыла (полученные на отдельных стадиях омыления) объединяют и смешивают при более низкой температуре, можно добавлять полезные агенты с более низкими температурами плавления по сравнению с агентами, применяемыми в указанном ранее “основном потоке” (обычно  
30 “заключительные” добавки), которые способны равномерно распределяться в объеме конечного бруска в течение типичного одностадийного процесса омыления. Поскольку указанные заключительные добавки добавляют в течение более

низкотемпературной части процесса, при объединении двух мыл они склонны оставаться в неоднородных областях, образуемых мылами с более короткими цепями, с которыми они приводятся во взаимодействие. Поскольку мыла с более короткими цепями концентрируются в отдельных областях, они гораздо лучше образуют пену (количественно и качественно) при использовании бруска. Кроме того, поскольку мыла с более короткими цепями быстрее солибилизируются при полоскании, полезные агенты, которые заключены в таких областях, также могут легко доставляться.

10 Хотя полезные агенты можно добавлять во время омыления или после омыления (при более низких температурах) одного из потоков, стадия, на которой мыла объединяют (при гораздо более низких температурах), позволяет вводить полезные агенты с низкой температурой плавления в области, которые образуются при объединении мыл и получении брусков. Тем не менее, выбор полезных агентов с конкретными температурами плавления все еще может являться важным. Если температуры плавления агентов слишком низкие, при смешивании двух мыл полезные агенты могут гомогенизироваться даже при относительно низкой температуре стадии смешивания, и агенты могут не оставаться в областях для доставки (например, они могут перемещаться и приводиться во взаимодействие с основной матрицей бруска); если температуры плавления слишком высокие, агенты могут оставаться в областях, но они также могут оставаться зернистыми и не обеспечивать эксплуатационных преимуществ. В целом, предпочтительно добавлять полезный агент с более низкой температурой плавления в поток, подвергающийся омылению, в котором образуются мыла с короткими цепями, но только после омыления (когда температура является более низкой) и перед смешиванием потоков, или добавлять агенты при объединении обоих мыл.

30 Авторами настоящего изобретения было установлено, что, как правило, при добавлении полезных агентов при температуре примерно от 30 до 50°C, предпочтительно от 25 до 45°C, более предпочтительно от 38 до 42°C, полезный агент (как добавленный после омыления и при получении мыла с короткой цепью, так и добавленный после смешивания двух потоков) имеет тенденцию оставаться с

мылами, образующими концентрированные области, а также обеспечивает желаемые эксплуатационные преимущества (например, они не являются слишком зернистыми).

5           Эффективность областей с мылом с короткой цепью можно дополнительно улучшать путем выбора противоионов, применяемых для омыления. Кроме того, теоретически можно достигать различных эксплуатационных преимуществ путем отдельного добавления (на более низкотемпературных стадиях) полученных отдельно твердых очищающих средств, не являющихся мылом.

10

В документе US 6730642 за авторством Aronson *et al.* описаны экструдированные многофазные бруски, в которых присутствует отдельно полученная дисперсная фаза, которая является более твердой, чем дисперсионная среда. Тем не менее, не описана разница в композициях длин цепей обеих фаз, и не  
15 представлено описание или предположение возможности второго омыления с применением преимущественно жиров с более короткими цепями, проводимого на стадии, отличной от первого омыления. Не представлено описание смешивания двух потоков в определенном низкотемпературном диапазоне. Кроме того, отдельные фазы смешивают только в эстетических целях. Не представлено  
20 никакого описания того, что при формировании областей с концентрированным содержанием мыл с короткими цепями можно обеспечивать улучшенное пенообразование и другие преимущества.

Нет ссылок, известных авторам настоящего изобретения, в которых  
25 описываются бруски мыла, имеющие основную матрицу бруска, содержащую преимущественно мыло с длинной цепью, и отдельные области или домены, содержащие преимущественно мыло с короткой цепью. Нет ссылок, в которых описывается способ получения таких брусков или преимущества, обеспечиваемые таким бруском. Кроме того, нет ссылок, в которых описывается выбор полезных  
30 агентов (предпочтительно добавляемых при получении мыл с короткими цепями и/или добавляемых в отдельном потоке при объединении и смешивании мыл с короткими цепями и мыла с длинной цепью), имеющих определенный диапазон



температур плавления (например, от 30° до 45°С), таким образом, что, как указано выше, при смешивании полезных агентов при более низких температурах они остаются в доменах с концентрированным содержанием, образованных мылами, но остаются в достаточной степени зернистыми, чтобы обеспечивать преимущества.

5

Параллельная заявка относится к композициям, имеющим области с концентрированным содержанием, как определено выше, а настоящая заявка относится к способу получения указанной композиции.

10

### **КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ**

Настоящее изобретение относится к способу получения композиции бруска мыла, которая содержит основную область с преимущественным содержанием мыл с длинными цепями, образующую основную матрицу (примерно 75-97% общего объема бруска), в которой находятся более мелкие области или домены с концентрированным содержанием; и области с концентрированным содержанием преимущественно мыл с короткими цепями находятся в объеме бруска, где указанный брусок содержит:

20

1) матрицу бруска (примерно 75-97% общего объема бруска), где 75 масс.% или более, предпочтительно 80 масс.% или более, более предпочтительно 82 масс.% или более, более предпочтительно 85 масс.% или более молекул мыла, образующихся при омылении (в расчете на исходные жиры, выбранные таким образом, что 75% или более цепей, доступных для омыления, представляют собой C<sub>14</sub> или более), имеют длину цепи C<sub>14</sub> или более (предпочтительно от C<sub>14</sub> до C<sub>24</sub>, более предпочтительно от C<sub>16</sub> до C<sub>18</sub> и C<sub>18:1</sub>); образующееся мыло предпочтительно составляет от 50 до 85 масс.% матрицы бруска (от 15 масс.% до 50 масс.% матрицы составляют другие материалы, определенные ниже), и (в результате выбора жиров и омыления в отдельном потоке) 75 масс.% или более мыла в конечной матрице имеют длину цепи C<sub>14</sub> или более; и

25

30

2) диспергированные в объеме основной матрицы мыла области или домены с концентрированным содержанием мыла (составляющие примерно от 3 до 25% общего объема бруска), полученного из жиров, где 75 масс.% или более, предпочтительно 80 масс.% или более, более предпочтительно 82 масс.% или более, более предпочтительно 85 масс.% или более молекул мыла, образующихся при омылении (в расчете на исходные жиры, выбранные таким образом, что 75% или более цепей, доступных для омыления или нейтрализации, представляют собой  $C_{12}$  или менее), имеют длину цепи  $C_{12}$  или менее, предпочтительно от  $C_8$  до  $C_{12}$ ; образующееся предпочтительно составляет 50-85% относительно массы областей бруска с концентрированным содержанием (от 15 масс.% до 50 масс.% составляют другие материалы), и 75 масс.% или более мыла в конечных областях (в результате выбора жиров и омыления в отдельном потоке) имеют длину цепи  $C_{12}$  или менее;

15 где мыла с длинными цепями, которые образуют матрицу мыла, получают отдельно (в отдельном потоке) и предпочтительно до получения мыл с короткими цепями, которые образуют области; при температурах, при которых мыла, получаемые в двух потоках, объединяют и предпочтительно смешивают (от 30° до 20 50°C, предпочтительно от 35° до 45°C), мыла не гомогенизируются, и в матрице мыла с длинной цепью образуются области из мыл с короткими цепями.

Полезные агенты можно добавлять при омылении любого из потоков (как правило, полезные агенты с высокой температурой плавления). Тем не менее, 25 предпочтительно полезные агенты с низкой температурой плавления добавляют при получении мыл с короткими цепями (при более низких температурах после омыления); или при последующем объединении двух потоков.

В частности, способ согласно настоящему изобретению включает:

30 а) омыление жирового материала, в котором 75% или более указанного материала (например, 75% этерифицированных цепей,

находящихся в применяемом триглицеридном материале) имеют длину цепи  $C_{14}$  или более (с получением мыла с длинной цепью);

5           b) омыление жирового материала, в котором 75% или более указанного материала (как определено для (a)) имеют длину цепи  $C_{12}$  или менее (с получением мыла с короткой цепью), во втором отдельном потоке;

          c) объединение мыл, полученных в потоке (a), с мылами, полученными в потоке (b), при температурах от  $30^{\circ}$  до  $50^{\circ}\text{C}$ ; и

          d) экструдирование объединенной смеси мыл с получением бруска.

10

Необязательно полезный(е) агент(ы) можно добавлять на стадии омыления любого из потоков (a) и (b). Необязательно полезный(е) агент(ы) с низкой температурой плавления можно добавлять в поток (b) на стадии, на которой температура процесса ниже (например,  $30^{\circ}$ - $60^{\circ}\text{C}$ ); или на стадии (c) при объединении потоков (например, при температуре от  $30^{\circ}$  до  $50^{\circ}\text{C}$ ).

15

Поскольку область из мыла с короткой цепью получают отдельно, жировые материалы, имеющие высокое содержание цепей с длиной  $C_{12}$  или менее, в процентах от общего количества цепей в исходном жире, можно применять при 20 гораздо более низких общих содержаниях жиров с получением каппа-фазы. Т.е. не наблюдается образование каппа-фазы в бруске, получаемом с применением одностадийного омыления, если общее количество получаемого мыла с длиной цепи  $C_{12}$  или менее составляет менее 20% (что может наблюдаться при применении жирового материала, в котором менее 20% цепей, доступных для омыления, имеют 25 длину  $C_{12}$  или менее). Наоборот, при применении отдельных потоков авторы настоящего изобретения получают каппа-фазу (наблюдаемую в областях с концентрированным содержанием) даже, при применении жирового материала, в котором количество цепей с длиной  $C_{12}$  или менее, доступных для омыления (и, соответственно, в масс.% от общего количества мыла с длиной цепи  $C_{12}$  или менее), 30 составляет всего 3 масс.%. Как правило, бруски согласно настоящему изобретению имеют общее содержание мыла с длиной цепи  $C_{12}$  или менее от 3 до 20 % и содержание мыла с длинной цепью от 80 до 97 масс.%. Следует понимать, что

указанные значения не являются ограничивающими. Т.е. можно применять жировой материал (общее содержание жира), содержащий более 20% доступных коротких цепей и менее 80% доступных длинных цепей.

- 5 Как правило, жировые материалы с короткими цепями согласно настоящему изобретению омыляют натрием, хотя можно применять натрий и/или калий. Также можно формировать область с концентрированным содержанием с применением отдельно полученной лапши моющего средства, не являющегося мылом. Наличие областей с концентрированным содержанием можно легко подтвердить с
- 10 применением данных рентгеновского анализа.

- Конечная матрица в дополнение к мылу (мыло обычно составляет примерно от 50 до 85%, обычно от 60 до 85 масс.% матрицы) содержит смягчающие вещества, наполнители, добавки (как указано выше) и воду. Смягчающие вещества могут
- 15 включать силиконы, многоатомные спирты, жирные кислоты и масла, содержащиеся в количестве примерно от 1 до 15 масс.% композиции основной матрицы. Добавки, как указано выше, и вода обычно содержатся в количестве от 5 до 25 масс.%, предпочтительно от 8 до 15 масс.%.

- 20 Области с концентрированным содержанием обычно содержат от 50 масс.% до 85 масс.% мыла (хотя обычно 75 масс.% или более указанного мыла составляет мыло с короткой цепью, 25 масс.% или менее, предпочтительно 15 масс.% или менее, более предпочтительно 10 масс.% или менее может составлять мыло с более
- 25 длинной цепью), и области также содержат смягчающее вещество, наполнитель, добавку и воду, как указано для матрицы. В одном из вариантов реализации область с концентрированным содержанием содержит от 70 до 85 масс.% мыла (>85% которого составляет мыло с длиной цепи C<sub>12</sub> или менее), от 1 до 10 масс.% смягчающего вещества, например, многоатомного спирта (такого как глицерин), от 5 до 15 масс.% воды и от 0,1 до 5 масс.% добавки.

Общее количество получаемого мыла с длиной цепи  $C_{12}$  или менее в расчете на жир, имеющий доступную длину цепи  $C_{12}$  или менее, при учете обоих потоков обычно составляет от 3 до 20 масс.%, предпочтительно от 7 до 15 масс.%.

5 В зависимости от конкретной добавки, распределенной в области с концентрированным содержанием, область позволяет обеспечивать, например, парфюмерное действие или антибактериальное действие, намного сильнее, чем это возможно при включении добавки в одностадийном процессе и равномерном распределении в объеме бруска.

10

Мыло, находящееся в областях с концентрированным содержанием, получают отдельно (во втором отдельном потоке) и предпочтительно после (хотя порядок потоков не является критическим) получения мыл, которые образуют матрицу мыла.

15

Область с концентрированным содержанием (содержащая преимущественно мыла с более короткими цепями) также можно характеризовать при помощи рентгенограммы, например, по наличию набора пиков, характерных для каппа-фазы, который является характеристикой концентрированного содержания мыл с более короткими цепями в указанной области. Более конкретно, каппа-фазу обычно не наблюдают при отсутствии достаточного количества мыл с короткими цепями. Таким образом, в основной матрице, которая содержит 75 масс.% или более, предпочтительно 80 масс.% или более, более предпочтительно 82 масс.% или более мыла с длиной цепи  $C_{14}$  или более, указанную фазу не обнаруживают. Наоборот, на рентгенограммах брусков согласно настоящему изобретению отчетливо видна каппа-фаза, хотя общее количество мыл, имеющих длину цепи  $C_{12}$  или менее (в процентах от общего количества мыл, получаемых в обоих потоках), в конечном бруске относительно мало.

30

## **КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ФИГУР**

На фигуре 1 представлен способ смешивания основной матрицы мыла, содержащей мыло с более длинной цепью, и мыла с короткой цепью, которое образует отдельные области, представляющие собой домены каппа-фазы, даже при низком общем содержании натриевого мыла с короткой цепью в процентах от  
5 общего количества мыла, применяемого в бруске (как в примере).

На фигуре 2 представлен комбинированный мало- и широкоугловой рентгеновский спектр бруска, полученного при смешивании мыл с длинными и короткими цепями в процессе получения матрицы лапши (или брусков, обычно  
10 получаемых в способе с одним потоком). В области большого межатомного расстояния наблюдается основной пик при 43,1 Å, за которым расположена последовательность дифракционных пиков при  $d_0/2$ ,  $d_0/3$ ,  $d_0/4$ . Указанное межатомное расстояние (примерно 40 Å) является типичным как для дзета-фазы, образованной мылом с длинной насыщенной цепью (C18, C16), так и для эта-фазы,  
15 образованной мылом с длинной ненасыщенной цепью (C18:1) и смесью мыла с длинной ненасыщенной цепью и мыла с короткой насыщенной цепью. В области небольшого межатомного расстояния наблюдаются пики, характерные как для дзета-фазы: 2,75 Å (средний), 3,20 Å (слабый) и 3,92 Å (очень сильный), так и для эта-фазы: 4,10 Å (очень сильный), 4,25 Å (очень сильный) 4,40 Å (сильный). Как  
20 видно, если общее количество цепей C<sub>12</sub> или менее является относительно низким (от 3% до 20% в брусках согласно настоящему изобретению), образуется смесь дзета- и эта-фаз, и отсутствует каппа-фаза.

На фигуре 3 представлен комбинированный мало- и широкоугловой рентгеновский спектр мыла с короткой цепью из второго потока. В области  
25 большого межатомного расстояния наблюдается основной пик при межатомном расстоянии 31,8 Å. В области небольшого межатомного расстояния рентгеновский спектр состоит из четырех пиков: 2,99 Å (средне-сильный), 3,60 Å (средне-слабый), 3,93 Å (сильный) и 4,77 Å (средний). Такой набор пиков характерен для каппа-фазы  
30 и очень сильно отличается от набора пиков, наблюдаемых для мыла из основного потока.

На фигуре 4 представлен малоугловой рентгеновский спектр бруска, содержащего 15% лаурата натрия, добавленного в качестве второго потока. В области небольшого межатомного расстояния на спектре видны два основных пика при 43,1 Å и 31,8 Å, соответствующие объединенным дзета- и эта-фазам (мыло из основного потока) и каппа-фазе (мыло из второго потока), соответственно. Как видно, хотя цепи C<sub>12</sub> составляют небольшой процент от общего содержания жира (от 3 до 20%), они концентрируются и, таким образом, образуют наблюдаемую каппа-фазу.

## 10            **ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ**

За исключением примеров или случаев, где явно указано иное, все числа в настоящем описании, обозначающие количества материала или условия реакции, физические свойства материалов и/или применение, следует понимать, как модифицированные термином “примерно”. Все количества приведены в расчете на массу конечной композиции, если не указано иное.

Следует отметить, что при определении любого диапазона концентраций или количеств, любое конкретное более высокое значение концентрации или количества можно комбинировать с любым конкретным более низким значением концентрации или количества.

Во избежание неопределенности, следует считать, что термин “содержащий” означает “включающий”, но не обязательно “состоящий из” или “составленный из”. Другими словами, перечисленные стадии или варианты не обязательно являются исчерпывающими.

Описание настоящего изобретения, приведенное в настоящей заявке, охватывает все варианты реализации, указанные в пунктах формулы изобретения, которые комплексно зависят друг от друга, независимо от того, что пункты

формулы изобретения могут быть представлены без комплексной зависимости или избыточности.

Настоящее изобретение относится к способу получения композиции бруска мыла, содержащей примерно 75-97% общего объема матрицы, преимущественно содержащей мыло с длинной цепью. Мыла основной матрицы получают отдельно и предпочтительно перед добавлением мыл, которые применяют для образования областей, которые распределяются в матрице конечного бруска. Мыла матрицы получают в потоке (который можно называть “первым потоком”, отдельным от “второго потока”, в котором получают преимущественно мыла с короткими цепями), а затем добавляют второй поток при относительно более низкой температуре.

Некоторые полезные агенты (например, агенты, которые предназначены для смешивания в основной матрице и для которых нахождение в отдельных доменах не является критическим) можно добавлять и, как правило, добавляют в первый поток (а также можно добавлять при омылении отдельного второго потока). Обычно их добавляют при омылении, хотя их также можно добавлять после омыления (при более низкой температуре). Полезные агенты, которые имеют более низкую температуру плавления и которые предпочтительно не подвергать равномерному распределению в матрице, предпочтительно добавляют в поток, подвергающийся омылению, в котором получают мыла с короткими цепями, но после омыления (например, при более низких температурах, предпочтительно от 30°C до 60°C) или при смешивании второго и первого потоков. При смешивании двух потоков полезные агенты остаются в мылах из второго потока. Фактически это позволяет концентрировать конкретные компоненты (отдушки, антибактериальные агенты) в областях с концентрированным содержанием, где их можно доставлять более эффективно, чем при их доставке из основной матрицы мыла.

30

Более конкретно, жиры, выбранные для получения мыл основной матрицы, обеспечивают получение мыл жирных кислот с относительно низкой



концентрацией цепей  $C_{12}$  или менее. Например, 75% или более, предпочтительно 80% или более, более предпочтительно 82% или более, более предпочтительно 85% или более цепей, доступных для омыления, в выбранных жирах представляют собой  $C_{14}$  или более, и 25% или менее, предпочтительно 20% или менее, более предпочтительно 18% или менее, более предпочтительно 15% доступных цепей представляют собой  $C_{12}$  или менее. Наиболее предпочтительно, если это возможно, 100% цепей представляют собой  $C_{14}$  или более, и 100% конечных мыл в матрице представляют собой мыла с длинными цепями. Предпочтительно получать в матрице как можно меньше мыл с короткими цепями.

10

Способ согласно настоящему изобретению включает:

а) омыление жирового материала, в котором 75% или более указанного материала (например, 75% цепей любых применяемых триглицеридных материалов) имеют длину цепи  $C_{14}$  или более, с получением лапши мыла с длинной цепью;

15

б) омыление жирового материала, в котором 75% или более указанного жирового материала (например, 75% цепей любых применяемых триглицеридных материалов) имеют длину цепи  $C_{12}$  или менее, с получением лапши мыла с короткой цепью;

20

с) объединение (и предпочтительно смешивание) мыл, полученных в потоке (а), с мылами, полученными в потоке (б), при температурах от 30° до 50°C; и

д) экструдирование объединенной смеси мыл с получением бруска.

25

Необязательно полезный(е) агент(ы) можно добавлять на стадии омыления любого из потоков (а) и (б). Необязательно полезный(е) агент(ы) с низкой температурой плавления можно добавлять в поток (б) на стадии, на которой температура процесса ниже (например, 30°-60°C); или на стадии (с) при объединении потоков (например, при температуре от 30° до 50°C).

30

Поскольку область с мылом с короткой цепью получают отдельно, содержание жировых материалов, имеющих высокое содержание цепей с длиной  $C_{12}$  или менее в процентах от всех цепей в исходном жире, является низким (в процентах от общего количества жира), но при этом образуются области с

5 концентрированным содержанием мыла с короткой цепью, в которых наблюдают каппа-фазу. Как правило, содержание получаемого мыла, имеющего длину цепи  $C_{12}$  или менее, составляет от 3% до 20%, предпочтительно от 7 до 15%. Обычно такие малые количества не приводят к образованию области каппа-фазы в обычных

10 брусках, в которых все мыла получают совместно при помощи одностадийного процесса. Тем не менее, неожиданно была установлена возможность получения областей, в которых наблюдают каппа-фазу, даже при низких общих содержаниях мыл с короткими цепями.

Противоионы, применяемые при получении мыл с длинными цепями из

15 первого потока, обычно представляют собой натрий, или они могут представлять собой натрий или калий; мыла, которые образуют “области” или домены согласно настоящему изобретению, преимущественно имеют длину цепи  $C_{10}$  и  $C_{12}$ . Как правило, области с концентрированным содержанием содержат от 50 до 85% мыла, из которого 75% или более имеют длину цепи  $C_{12}$  или менее, хотя 25% или менее,

20 предпочтительно 15% или менее могут иметь длинную цепь. Опять же, противоион, применяемый для получения мыла, может представлять собой натрий и/или калий.

Мыла, преимущественно имеющие длину цепи  $C_{10}$  и  $C_{12}$ , обычно имеют

25 такой диапазон температур плавления, что при объединении с мылами основной матрицы и/или другими ингредиентами при температурах примерно от 30°C до менее 50°C, предпочтительно 30-45°C, температура плавления мыл, образующих основную матрицу, является достаточно высокой, чтобы мыла, образующие домены с концентрированным содержанием, оставались в отдельных областях, т.е.

30 не распределялись равномерно в мылах, образующих основную матрицу.

Полезные агенты можно добавлять в поток с мылом с длинной цепью (как правило, полезные агенты с более высокой температурой плавления). Некоторые полезные агенты (как правило, с более низкой температурой плавления) предпочтительно добавлять при получении мыл с более короткими цепями (после омыления при более низких температурах), но перед объединением двух мыл; или при смешивании мыл преимущественно с короткими цепями с мылами с длинными цепями. Полезные агенты, добавляемые к потоку с мылом с более короткой цепью, обычно выбирают таким образом, чтобы они имели такую температуру плавления (например, 30-45°C), что они не полностью плавятся при добавлении в смеситель при 30-45°C (например, при температуре объединения двух потоков мыла) и, таким образом, остаются в областях с концентрированным содержанием; при этом температура плавления указанных агентов является достаточно низкой для того, чтобы они не являлись зернистыми при накоплении в области с концентрированным содержанием. Т.е. они являются достаточно “мягкими” для того, чтобы не вызывать ощущение зернистости, но они достаточно растворимы для обеспечения эффективности при использовании после доставки из областей с концентрированным содержанием.

Вкратце, бруски согласно настоящему изобретению обеспечивают наличие областей или доменов с концентрированным содержанием, содержащих преимущественно мыла жирных кислот с короткими цепями и необязательно дополнительно содержащих выбранные полезные агенты (как правило, добавляемые при объединении мыл), имеющих определенную температуру плавления. Как указано выше, как правило, указанные добавки остаются в области, содержащей мыла с короткими цепями. Не ограничиваясь теорией, полагают, что полезные агенты “захватываются” областями. При добавлении указанных отдельно получаемых мыл с более короткими и более длинными цепями и необязательных полезных агентов на стадии, когда их смешивают при более низких температурах, области с концентрированным содержанием не распределяются равномерно в матрице бруска. Таким образом можно эффективно обеспечивать преимущества, связанные с наличием областей с концентрированным содержанием мыл с более короткими цепями (например, улучшенное пенообразование), а также

преимущества, обеспечиваемые добавлением необязательных полезных агентов (отдушек, антибактериальных агентов), захватываемых областями (улучшенное парфюмерное действие, повышенная антибактериальная активность).

- 5           Общее содержание цепей длиной  $C_{12}$  или менее, доступных для омыления, в жирах, применяемых в обоих потоках, обычно составляет примерно от 3 до 20%, предпочтительно от 7 до 15%. Таким образом, оно соответствует количеству мыла  $C_{12}$ , которое образуется после омыления. Как правило, при количестве мыла  $C_{12}$  20% или менее от общего объема бруска на рентгеновском спектре не наблюдают
- 10           каппа-фазу. Тем не менее, поскольку применяют отдельные потоки, мыло с длиной цепи  $C_{12}$  или менее является сконцентрированным, и наблюдается набор пиков, характерный для каппа-фазы. На фигуре 1 проиллюстрирован указанный способ. Фигура 2 представляет собой рентгеновский спектр матрицы бруска и иллюстрирует обычное отсутствие каппа-фазы в основной матрице (как в брусках,
- 15           получаемых при помощи одностадийного способа, особенно при общем количестве мыла, составляющем 20% или менее). На фигуре 3 представлены области с концентрированным содержанием, которые образуют каппа-фазу. На фигуре 4 представлен рентгеновский спектр бруска, содержащего 15% лаурата натрия, добавленного в виде отдельного потока; на фигуре наблюдается наличие каппа-
- 20           фазы и смеси эта- и дзета-фаз.

Краткое описание способа

Способ кратко описан ниже:

25

- Первая стадия – получение основного потока: омыление (как правило, с применением противоионов натрия) преимущественно нелауриновых масел каустической содой (термин “нелауриновые” обозначает жирные кислоты с длинными насыщенными (преимущественно  $C_{16}$  и  $C_{18}$ ) и ненасыщенными ( $C_{18:1}$ ,
- 30            $C_{18:2}$ , остаточные количества  $C_{18:3}$ ) цепями, содержащиеся в пальмовом масле, пальмовом стеарине, талловом жире и т.д.). Как указано выше, можно применять жиры, имеющие широкий диапазон длин цепей от  $C_{14}$  до  $C_{24}$ , но жиры, имеющие

длину цепи от C<sub>16</sub> до C<sub>18</sub>, являются предпочтительными. Полезные агенты с более высокой температурой плавления (и/или агенты, для которых не является критическим или важным равномерное распределение в объеме матрицы бруска) можно отдельно добавлять к указанному основному потоку. Полезные агенты также можно добавлять после омыления.

Вторая стадия – омыление жирных кислот или лауриновых масел (т.е. с длиной цепи от C<sub>8</sub> до C<sub>12</sub>, пальмоядровое масло, кокосовое масло и т.д.) выбранной щелочью (Na<sup>+</sup> и/или K<sup>+</sup>); жиры мыла, содержащие цепи длиной от C<sub>8</sub> до C<sub>12</sub>, являются предпочтительными. Как правило, при омылении на данной стадии не применяют полезных агентов с высокой температурой плавления. Полезные агенты с более низкой температурой плавления можно добавлять как после омыления (например, на заключительной стадии) при более низкой температуре, но перед смешиванием получаемых мыл в основном потоке мыла, так и на стадии смешивания; при смешивании полезные агенты остаются в областях с концентрированным содержанием.

Третья стадия – смешивание основного потока (содержащего омыленные мыла с более длинными цепями и необязательные добавки с более высокой температурой плавления) и второго потока (содержащего омыленные мыла с более короткими цепями и необязательные добавки с более низкой температурой плавления, предпочтительно только добавки с более низкой температурой плавления). Как правило, два потока смешивают в течение времени от 1 до 15 минут, предпочтительно от 2 до 10 минут. Авторы настоящего изобретения установили, что потоки можно смешивать гораздо дольше (хотя это приводит к увеличению длительности процесса) без влияния на улучшение пенообразования, обеспечиваемого областями с концентрированным содержанием. Смешивание проводят на поточной линии (например, смеситель с Z-образными лопастями), температурный профиль которой имеет максимум, составляющий 50°C, предпочтительно 30-45°C. При смешивании можно отдельно добавлять полезные агенты с более низкой температурой плавления (или, как указано выше, при более низких температурах на последующей стадии получения второго потока мыла, но

перед смешиванием обоих потоков); как правило, указанные агенты представляют собой агенты, которые предпочтительно не распределяются равномерно в объеме продукта и которые более эффективно доставляются из доменов.

- 5            Следует понимать, что “первая” и “вторая” стадии являются взаимозаменяемыми и не обязательно следуют друг за другом.

Композиции и способ их получения более подробно описаны ниже.

10            Основная матрица

- Основную матрицу бруска мыла (в которой распределены области или домены) получают преимущественно из мыл жирных кислот с более длинными цепями (от  $C_{14}$  до  $C_{22}$ ), как описано выше, которые обычно являются  
15            нерастворимыми и плохо образуют пену.

В частности, указанная область является структурообразующей и скрепляющей в бруске и содержит как можно меньше мыл с длиной цепи  $C_{12}$  или менее.

20

- В частности, указанная основная область может составлять 75-97% от общего объема бруска. Основная матрица обычно содержит от 50 до 85 масс.%, предпочтительно от 60 до 85 масс.% мыла, и обычно 75 масс.% или более, предпочтительно 85 масс.% или более, более предпочтительно 95 масс.%  
25            указанных мыл имеют цепи длиной  $C_{14}$  или более, предпочтительно от  $C_{14}$  до  $C_{24}$ , более предпочтительно от  $C_{16}$  до  $C_{24}$ . Указанные мыла включают мыла, имеющие частично ненасыщенные цепи, такие как ненасыщенная  $C_{18}$ . При указанных низких содержаниях мыл с короткими цепями обычно не наблюдают каппа-фазу (фигура 2).

30

Кроме того, противоион, применяемый при омылении исходного материала (исходного жира или масла), может представлять собой, например, натрий или калий.

5 Как правило, полезные агенты (особенно полезные агенты с высокой температурой плавления) добавляют в основной поток при омылении. Их также можно добавлять после омыления, но перед смешиванием основного потока мыла со вторым потоком. При смешивании со вторым потоком мыла обычно можно добавлять полезные агенты с более низкой температурой плавления, и указанные  
10 агенты остаются в областях с концентрированным содержанием.

Как указано выше, мыла матрицы предпочтительно получают отдельно от мыл, образующих области или домены согласно настоящему изобретению (добавляемых ко “второму потоку”). Важной частью настоящего изобретения  
15 является то, что при получении мыл, образующих домены согласно настоящему изобретению, и последующем смешивании их с мылами матрицы температура смешивания является более низкой, чем температура смешивания, при которой получают оба мыла. Таким образом, мыла матрицы не плавятся и равномерно смешиваются с мылами, образующими домены. Как правило, два мыла смешивают  
20 в течение времени от 1 до 15 минут, предпочтительно от 2 до 10 минут.

Как правило, мыла основного потока получают путем омыления нелауриновых масел и ненасыщенных жирных кислот, содержащихся, например, в пальмовом масле, пальмовом стеарине и т.д.  
25

Как указано выше, основная матрица содержит 50-85 масс.% мыл. Кроме того, она может содержать смягчающие вещества, наполнители, добавки и воду, добавленные, как указано выше.

30 Как правило, авторы настоящего изобретения могут добавлять силиконы и другие смягчающие вещества. Силиконы включают линейные, циклические и

замещенные силиконы. Другие смягчающие вещества включают многоатомные спирты, жирные кислоты и растительные, минеральные и животные жиры.

5 Предпочтительными многоатомными спиртами являются глицерин и сорбит. Предпочтительные жирные кислоты включают жирную кислоту из плодов бабассу и лауриновую кислоту. Типичные растительные масла включают подсолнечное масло, кукурузное масло и миндальное масло.

10 Смягчающие вещества могут составлять 1-15 масс.% матрицы.

Наполнители, такие как тальк, крахмал, карбонат кальция, могут составлять 1-25 масс.% основной матрицы.

15 Добавки могут включать отдушки и красители и обычно составляют до 0,1-5 масс.% основной матрицы.

#### Домены или области

20 Важным аспектом настоящего изобретения является получение мыл, образующих области или домены с концентрированным содержанием, которые получают отдельно от мыл, образующих основную матрицу. Указанные области преимущественно содержат мыла жирных кислот с более низкой молекулярной массой (с длиной цепи  $C_{12}$ , предпочтительно  $C_8 - C_{12}$  и менее).

25 В частности, области могут составлять примерно от 3 до 25%, предпочтительно от 5 до 20%, более предпочтительно от 5 до 15% от общего объема бруска. Области с концентрированным содержанием обычно содержат от 50 до 85% мыла, и обычно 85 масс.% или более, более предпочтительно 90 масс.% или более мыл представляют собой мыла с длиной цепи от  $C_8$  до  $C_{12}$   
30 (предпочтительно от  $C_{10}$  до  $C_{12}$ ).



Хотя области содержат большое количество мыл с длиной цепи  $C_{12}$  и менее, обычно они составляют только примерно от 3 до 20 масс.% от всех мыл в бруске. Тем не менее, поскольку мыла с длиной цепи  $C_{12}$  и менее являются сконцентрированными, наблюдается каппа-фаза (фигура 4).

5

Кроме того, противоион, применяемый при омылении жирной кислоты, может представлять собой натрий и/или калий. Применение конкретных противоионов может способствовать изменению характеристик.

10

Как правило, указанная стадия включает омыление жирных кислот или лауриновых масел (например, с длиной цепи от  $C_8$  до  $C_{12}$ , пальмоядрового масла, кокосового масла) щелочью, такой как щелочь натрия и/или калия.

15

Указанные мыла получают в отдельном “втором” потоке. Как указано выше, области содержат от 50 до 85% мыла. Кроме того, в них могут находиться смягчающие вещества, наполнители, добавки и вода. Смягчающие вещества, наполнители и добавки являются такими, как определено выше для матрицы. В одном из предпочтительных вариантов реализации области содержат от 70 to 90% мыла; от 1 до 15% смягчающего вещества (в частности, глицерина), от 5 до 15% воды и от 0,1 до 5% добавки. Как правило, при омылении жиров, образующих мыла с короткими цепями, не добавляют полезные агенты с высокой температурой плавления, хотя теоретически их можно добавлять. Как правило, полезные агенты с более низкой температурой плавления добавляют во второй поток на более поздней стадии (при более низких температурах, например от 30°C до 60°C).

20

25

Указанные агенты обычно добавляют перед объединением с мылами, получаемыми в основном потоке; при последующем объединении двух потоков полезные агенты с более низкой температурой плавления остаются в мылах второго потока. Как указано выше, полезные агенты с более низкой температурой плавления также можно добавлять при фактическом смешивании двух потоков.

30

После получения мыла с короткими цепями, образующие домены (и необязательные добавки с низкой температурой плавления), смешивают с мылами

с длинными цепями, которые образуют основную матрицу. В частности, мыла, образующие домены, смешивают на поточной линии (смеситель) с мылом основного потока. Мыла хорошо включаются, но не смешиваются на микроструктурном уровне из-за низкотемпературных условий. Полагают, что  
5 именно отсутствие чрезмерной однородности приводит к образованию микродоменов. В частности, потоки смешивают при температуре примерно 50°C и менее, предпочтительно от 30°C до 45°C, таким образом, что мыла с более короткими цепями гомогенизируются, но остаются в виде отдельных доменов, вкрапленных в объем матрицы. Таким образом, указанные домены могут более  
10 эффективно обеспечивать преимущества, связанные с мылами с более короткими цепями (например, пенообразование), а также преимущества, связанные с любой добавкой /полезной добавкой, которые необязательно добавляют, как указано выше. Время смешивания обычно составляет от 1 до 15 минут, предпочтительно от 2 до 10 минут.

15

Следует отметить, что вместо второго потока, содержащего мыла с короткими цепями, также можно получать второй поток, содержащий фрагменты твердых моющих средств, не являющихся мылом. Затем их можно смешивать с мылом основного потока на поточной линии при более низких температурах с  
20 получением отдельных областей, содержащих моющее средство, не являющееся мылом.

### Способ

Как описано выше, способ получения мыла (основного потока и доменов) состоит из двух стадий:

5

Первая стадия – основной поток получают с применением только жиров с длинными углеродными цепями ( $\geq C_{14}$ ), предпочтительно при помощи каустической соды. Можно применять ненасыщенные жирные кислоты (например, олеиновые).

10

Вторая стадия – домен получают с применением жиров с короткими углеродными цепями ( $C_{12}$  или менее) и каустической соды и/или каустического поташа.

15

Первую и вторую стадии проводят независимо и необязательно в указанном порядке.

20

Только на поточной линии мыла с короткими цепями, образующие домены, смешивают с основным потоком. “Мыло, образующее домен,” предпочтительно является последним “ингредиентом/основой”, добавляемым в смеситель, предпочтительно смеситель с Z-образными лопастями.

25

Типичная конечная партия содержит:  
 примерно 92% мыла основного потока  
 1-2% красителя с отдушкой + окрашивающее вещество (смешивание в течение 9 - 12 минут);  
 примерно 7% доменов (смешивание в течение 1 - 10 минут).

30

После стадии смешивания массу мыл выгружают из смесителя и массу пропускают через вальцы и шнек-пресс.

После шнек-пресса заготовки мыла разрезают и штампуют.

Полученные бруски обычно имеют показатель твердости (измеренный в мм/с (кг) при 40°C) по меньшей мере 3 и предпочтительно в диапазоне от 3,0 до 5 кг.

5

### Протокол

#### Протокол испытания на твердость

10

### Принцип

30° конический зонд проникает в образец мыла/синтетического мыла с заданной скоростью до заданной глубины. Записывают сопротивление при определенной глубине. Указанное число может относиться к напряжению текучести.

15

Твердость (или напряжение текучести) можно измерять различными способами с применением пенетрометра.

20

### Приборы и оборудование

Анализатор текстуры TA-XT Express (Stable Micro Systems)

30° конический зонд – часть #P/30c (Stable Micro Systems)

25

### Способ отбора проб

Указанное испытание можно проводить на заготовках из шнек-пресса, конечных брусках или небольших кусочках мыла/синтетического мыла (лапша, гранулы или фрагменты). В случае заготовок кусочки размера, подходящего (9 см) для TA-XT, можно нарезать из более крупного образца. В случае гранул или фрагментов, которые являются слишком мелкими для установки в TA-XT, применяют устройство для сжатия для преобразования нескольких фрагментов лапши в одну пастилку, достаточно большую для проведения испытания.

30

Процедура

## Настройка TA-XT Express

- 5            Указанные настройки необходимо ввести в систему только один раз. Они сохраняются и загружаются всякий раз при включении прибора.
- Установите способ испытания
- 10           Нажмите MENU  
              Выберите TEST SETTINGS (нажмите 1)  
              Выберите TEST TPE (нажмите 1)  
              Выберите вариант 1 (CYCLE TEST) и нажмите ОК
- 15           Нажмите MENU  
              Выберите TEST SETTINGS (нажмите 1)  
              Выберите PARAMETERS (нажмите 2)  
              Выберите PRE TEST SPEED (нажмите 1)  
              Наберите 2 (мм с<sup>-1</sup>) и нажмите ОК
- 20           Выберите TRIGGER FORCE (нажмите 2)  
              Наберите 5 (г) и нажмите ОК
- 25           Выберите TEST SPEED (нажмите 3)  
              Наберите 1 (мм с<sup>-1</sup>) и нажмите ОК
- 30           Выберите RETURN SPEED (нажмите 4)  
              Наберите 10 (мм с<sup>-1</sup>) и нажмите ОК
- 35           Выберите DISTANCE (нажмите 5)  
              Наберите 15 (мм) для заготовок мыла или 3 (мм) для пастилок мыла и нажмите ОК
- Выберите TIME (нажмите 6)  
              Наберите 1 (CYCLE)
- Калибровка
- 40           Вкрутите зонд в держатель зонда.  
              Нажмите MENU

Выберите OPTIONS (нажмите 3)

Выберите CALIBRATE FORCE (нажмите 1) – прибор попросит пользователя проверить, пуста ли калибровочная платформа

5 Нажмите ОК для продолжения и дождитесь готовности прибора.

Поместите 2 кг калибровочный вес на калибровочную платформу и нажмите ОК

10 Дождитесь появления сообщения “калибровка завершена” и снимите вес с платформы.

Измерение образцов

Поместите заготовку на испытательную платформу.

15 Расположите зонд близко к поверхности заготовки (без касания) путем нажатия стрелок UP или DOWN.

Нажмите RUN

Снимите показания (г или кг) при целевом расстоянии (Fin).

20 После завершения прохода верните зонд в исходное положение.

Снимите образец с платформы и запишите его температуру.

Расчет и выражение результатов

25 Результат

Результатом указанного испытания являются снятые с ТА-ХТ показания “силы” ( $R_T$ ) в г или кг при целевой дистанции проникновения в сочетании с измерением температуры образца.

30 Полученное значение силы можно преобразовывать в напряжение растяжения согласно уравнению 2.

Уравнение для преобразования показаний ТХ-ХТ в напряжение растяжения имеет вид

35

$$\sigma = \frac{1}{C} \frac{R_T g_c}{A}$$

где:  $\sigma$  = напряжение растяжения

$C$  = “коэффициент относительного давления” (1,5 для 30° конуса)

$G_c$  = ускорение свободного падения

5  $A$  = площадь проекции конуса =  $\pi(d \tan \frac{1}{2} \theta)^2$

$d$  = глубина проникновения

$\theta$  = угол конуса

10 Для 30° конуса при 15 мм проникновении уравнение 2 имеет следующий вид:

$$\sigma \text{ (Pa)} = R_T \text{ (g)} \times 128,8$$

Указанное напряжение эквивалентно статическому напряжению текучести, измеренному пенетрометром.

15

Степень растяжения представляет собой

$$\dot{\epsilon} = \frac{V}{d \tan(\frac{1}{2} \theta)}$$

20 где  $\dot{\epsilon}$  = степень растяжения ( $\text{с}^{-1}$ )

$V$  = скорость конуса

Для 30° конуса, движущегося со скоростью 1 мм/с,  $\dot{\epsilon} = 0,249 \text{ с}^{-1}$

25

Коррекция температуры

Твердость (напряжение текучести) бруска из очищающего состава зависит от температуры. Для корректного сравнения показания, считываемые при целевом расстоянии ( $R_T$ ), следует подвергать коррекции до стандартной контрольной температуры (обычно  $40^\circ\text{C}$ ) в соответствии со следующим уравнением:

5

$$R_{40} = R_T \times \exp[\alpha(T-40)]$$

где  $R_{40}$  = показания при контрольной температуре ( $40^\circ\text{C}$ )

$R_T$  = показания при температуре  $T$

10

$\alpha$  = коэффициент для коррекции температуры

$T$  = температура, при которой исследуют образец.

Коррекцию можно применять к напряжению растяжения.

15

Исходные и обработанные данные

Конечным результатом является скорректированная по температуре сила или напряжение, но также желательно записывать показания прибора и температуру образца.

20

#### Протокол исследования объема пены

#### ОПРЕДЕЛЕНИЯ:

25

Объем пены относится к количеству воздуха, которое указанная композиция бруска мыла способна захватить при применении в стандартных условиях.

#### ПРИНЦИП:

30

Пену получают квалифицированные специалисты с применением стандартизированного способа. Пену собирают и измеряют ее объем.



**ПРИБОРЫ И ОБОРУДОВАНИЕ:**

Емкость для ополаскивания - 1 на человека, емкость 10 литров

Мыльница для сушки мыла - 1 на образец

- 5 Резиновые хирургические перчатки - British Standard BS 4005 или эквивалент (см. примечание 14ii).

Диапазон размеров для всех специалистов

Высокий цилиндрический аналитический стакан - 400 мл, с 25 мл градуировкой (Pyrex n°1000)

- 10 Термометр - ртутные не допускаются

Стеклянная палочка - достаточно длинная для перемешивания в аналитическом стакане

**ПРОЦЕДУРА:**

15

Предварительная обработка бруска:

Надев указанный тип перчаток, хорошо промытых в обычном мыле, вымойте все испытываемые бруски по меньшей мере за 10 минут до начала серии испытаний. Мытье лучше всего осуществлять путем прокручивания их на 180° 20 раз под проточной водой.

20

Внесите в емкость примерно 5 литров воды с известной жесткостью и определенной температуры (см. примечание). Меняйте воду после испытания каждого из брусков мыла.

25

Возьмите брусок, погрузите его в воду и выньте его из воды. Прокрутите брусок в руках на 180° 15 раз. Положите брусок на мыльницу (см. примечание).

Пена образуется мылом, остающимся на перчатках.

30

Стадия 1: проведите одной рукой по другой руке (обе руки в одном направлении) 10 раз одним и тем же образом (см. примечание).

Стадия 2: обхватите правую руку левой рукой, или наоборот, и переместите пену к кончикам пальцев.

Повторите указанную процедуру пять раз.

5

Повторите стадии 1 и 2

Поместите пену в стакан.

10 Повторите всю процедуру получения пены из параграфа iii еще два раза, собирая всю пену в стакан.

Аккуратно перемешайте объединенную пену для получения больших мыльных пузырей с воздухом. Измерьте и запишите объем.

15

#### РАСЧЕТ И ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ:

Полученные данные состоят из шести результатов для каждого из испытываемых брусков.

20 Анализ данных проводят путем двухфакторного дисперсионного анализа с последующим применением критерия Тьюки.

Исполнители:

25 Опытные специалисты, способные воспроизводить получаемый объем пены с погрешностью меньше  $\pm 10\%$ . Рекомендуется обучать специалистов до тех пор, когда они смогут получать воспроизводимые результаты для ряда различных типов составов.

30 ПРИМЕЧАНИЯ:

Температура воды должна отражать местные условия, или, альтернативно, испытания можно проводить при более, чем одной температуре. После совершения выбора следует придерживаться выбранной температуры воды и указывать ее вместе с результатами.

5

Аналогично, жесткость воды следует поддерживать постоянной для серии испытаний и записывать. По возможности предпочтительно придерживаться подходящей жесткости воды.

10

Важно поддерживать постоянное количество действий при намыливании.

### Примеры

Для сравнения результатов исследований пенообразования и реологии (твердость) авторы настоящего изобретения получали следующие бруски:

Пример сравнения А	Пример сравнения В	Пример 1	Пример 2	Пример 3
100% основного потока мыла: стеариновое-олеиновое мыло из пальмового масла-пальмового стеарина;	Брусок, в котором все жиры/масла, смешанные вместе, представляют собой пальмовое масло-пальмовый стеарин/пальмовое масло;	7% C <sub>10</sub> натриевого мыла; 93% основного потока мыла (такого, как в А)	7% C <sub>12</sub> натриевого мыла; 93% основного потока мыла (такого, как в А)	7% C <sub>10</sub> -C <sub>12</sub> натриевого мыла; 93% основного потока мыла (такого, как в А)
Отсутствие коротких цепей	Короткие цепи, смешанные с длинными цепями	Короткие цепи в областях с концентрированным содержанием	Короткие цепи в областях с концентрированным содержанием	Короткие цепи в областях с концентрированным содержанием

5

Пример 4	Пример 5	Пример 6	Пример 7
7% C <sub>10</sub> калиевого мыла; 93% основного потока мыла (такого, как в А)	7% C <sub>12</sub> калиевого мыла; 93% основного потока мыла (такого, как в А)	7% C <sub>10</sub> -C <sub>12</sub> калиевого мыла; 93% основного потока мыла (такого, как в А)	7% капринового-лауринового-олеинового калиевого мыла; 93% основного потока мыла (как в А)
Короткие цепи в областях с концентрированным содержанием	Короткие цепи в областях с концентрированным содержанием	Короткие цепи в областях с концентрированным содержанием	В областях с концентрированным содержанием

Бруски 1-7 получали согласно настоящему изобретению, где основной поток мыла получали отдельно от потока мыла с более короткими цепями, и два потока объединяли и смешивали при температурах в диапазоне от 30 до 45°C. В примерах сравнения А и В жиры/масла всех длин цепей омыляли сразу.

10

Затем авторы настоящего изобретения сравнивали результаты исследований пенообразования и реологии для различных брусков:

Брусок	Объем пены (мл)	Твердость (кг) при 40°С при 15 мм проникновении
А	190	5,38
В	220	4,00
1	271	3,43
2	266	4,55
3	287	4,37
4	359	3,40
5	334	3,12
6	324	3,27
7	355	4,63

- 5 Как видно из данных, приведенных выше, бруски согласно настоящему изобретению, содержащие отдельные области или домены, вкрапленные в матрицу мыла, имеют значения твердости, сравнимые с брусками из примеров сравнения, в которых жиры/масла мыла омыляют совместно. Указанные значения гарантируют, что бруски можно экструдировать и формовать на крупносерийном производстве.
- 10 Как правило, значения твердости находятся в диапазоне от 3,00 до 5,00 кг, измеренных при 40°С при 15 мм проникновении. Указанный диапазон является приемлемым для промышленного производства брусков.

Кроме того, бруски сохраняют достаточную производственную твердость при обеспечении значительно увеличенного объема получаемой пены по сравнению с брусками из примеров сравнения. В частности, бруски из примеров сравнения образовывали пену с объемом 190 и 220 миллилитров, тогда как бруски согласно настоящему изобретению образовывали пену с объемом в диапазоне от 266 до 355 миллилитров. Не ограничиваясь теорией, полагают, что доставка мыл с более короткими цепями в домены или области позволяет брускам

максимизировать пенообразующее действие мыл с короткими цепями и, таким образом, увеличивает пенообразующую способность всего бруска.

**ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ**

1. Способ получения композиции бруска мыла, содержащей 75-97%, относительно общего объема бруска, матрицы, содержащей мыло с длинной цепью; и от 3 до 25%, относительно общего объема бруска, областей, вкрапленных в указанную матрицу, которые содержат мыла с короткими цепями:

где мыло с длинной цепью означает молекулы мыла, имеющие длину цепи  $C_{14}$  или более, и 75 % или более молекул мыла в матрице представляют собой мыла с длинными цепями;

где мыло с короткой цепью означает молекулы мыла, имеющие длину цепи  $C_{12}$  или менее, и 75 % или более молекул мыла в областях представляют собой мыла с короткими цепями;

где указанный способ включает:

- a) омыление жирового материала, в котором 75% или более указанного материала имеют длину цепи  $C_{14}$  или более;
- b) омыление жирового материала, в котором 75% или более указанного материала имеют длину цепи  $C_{12}$  или менее;
- c) объединение мыл, полученных в потоке (a), с мылами, полученными в потоке (b), при температурах от 30° до 50°С; и
- d) экструдирование объединенной смеси мыл с получением бруска.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что полезный агент добавляют при омылении на стадии (a) и/или стадии (b).

3. Способ по п. 1 или п. 2, отличающийся тем, что полезный(е) агент(ы) с температурой плавления от 30°С до 50°С добавляют на стадии (b) после омыления при температуре от 30°С до 60°С или на стадии (c) при температуре от 30°С до 50°С.

4. Способ по любому из пп. 1 - 3, в котором оба мыла, полученные на первой и второй стадиях, при объединении на стадии (с) перемешивают в течение времени от 1 до 15 минут.

5. Способ по любому из пп. 1 - 4, отличающийся тем, что мыло образует от 50 до 85% конечной матрицы.

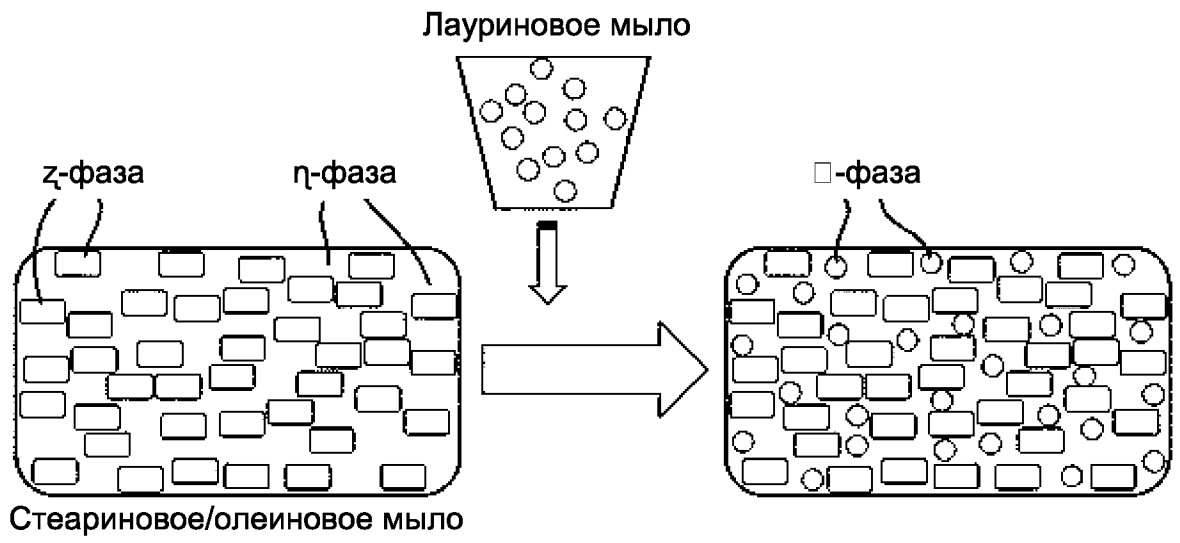
6. Способ по любому из пп. 1 - 5, отличающийся тем, что мыло образует от 50 до 85% вкрапленных областей.

7. Способ по любому из пп. 1 - 6, отличающийся тем, что матрица дополнительно содержит смягчающие вещества, наполнители, вспомогательные вещества и воду.

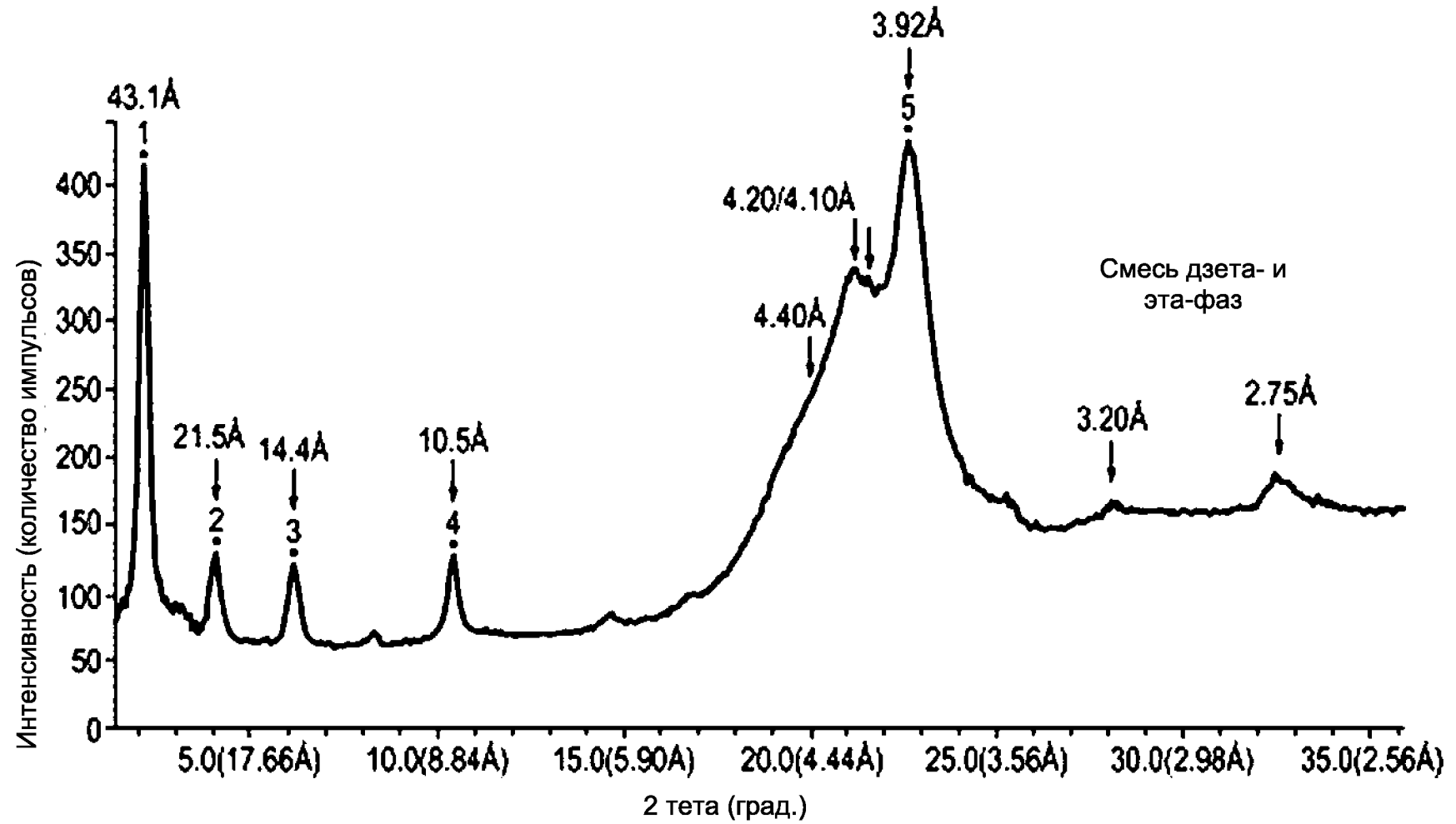
8. Способ по любому из пп. 1 - 7, отличающийся тем, что общее содержание мыл с длиной цепи  $C_{12}$  и менее в конечном бруске составляет от 3 до 20%.



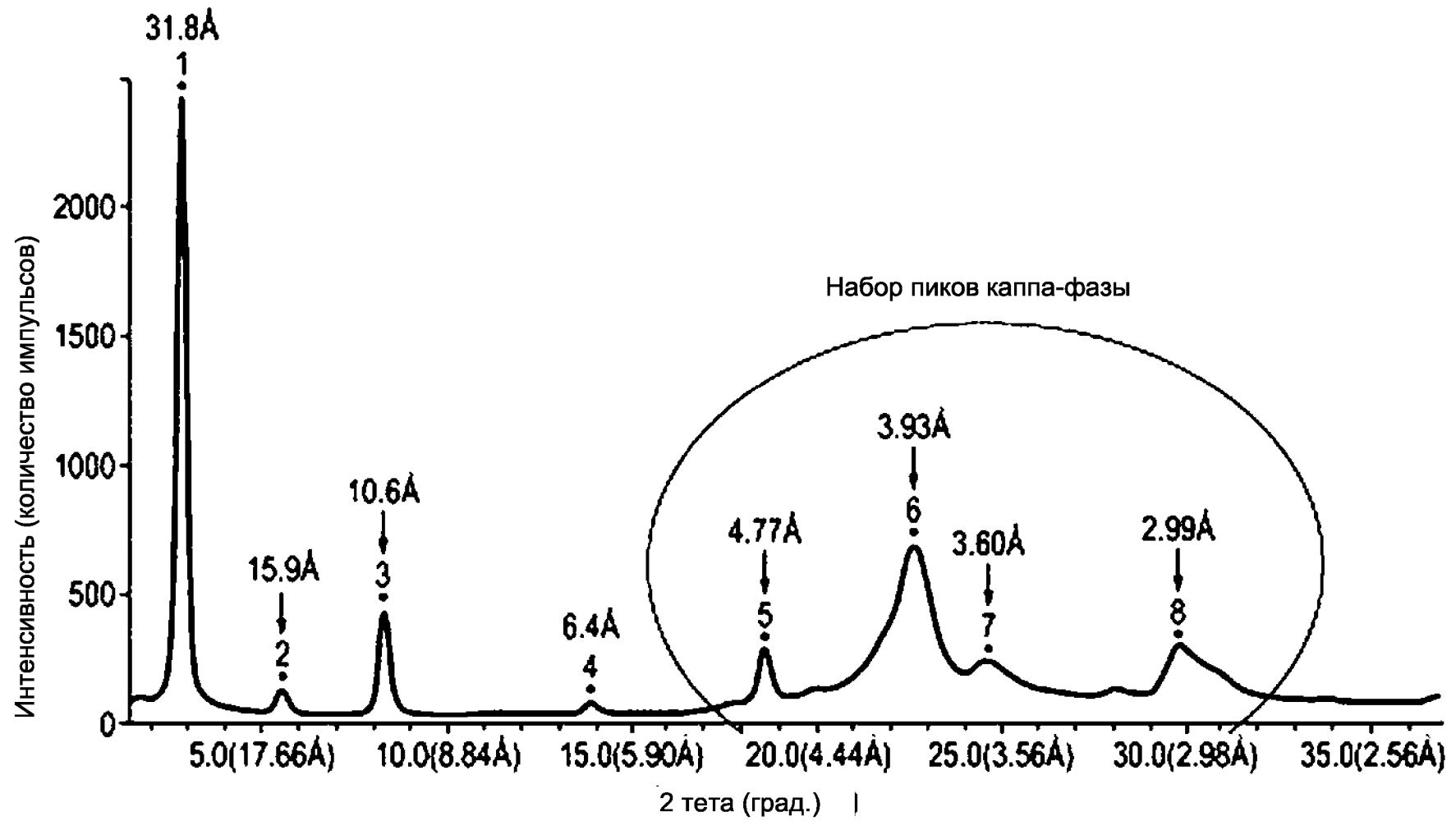
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

Эта- и дзета-фазы  
стеаринового/олеинового  
мыла

