

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **037016**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2021.01.27

(21) Номер заявки
201891856

(22) Дата подачи заявки
2017.04.04

(51) Int. Cl. *A61K 8/31* (2006.01)
A61K 8/36 (2006.01)
A61K 8/44 (2006.01)
A61Q 19/10 (2006.01)
A61K 8/92 (2006.01)
A61K 8/06 (2006.01)

(54) **МОЮЩИЕ КОМПОЗИЦИИ В ВИДЕ НАНОЭМУЛЬСИИ ДЛЯ ЛИЧНОЙ ГИГИЕНЫ И СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ**

(31) **16166487.5**

(32) **2016.04.21**

(33) **EP**

(43) **2019.05.31**

(86) **PCT/EP2017/057976**

(87) **WO 2017/182264 2017.10.26**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЮНИЛЕВЕР Н.В. (NL)

(72) Изобретатель:
Цюань Цунлин, Лэнг Дэвид Джон (US)

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(56) **US-A1-2003012759**
WO-A1-02080864

(57) Изобретение относится к моющим композициям в виде наноэмульсии для личной гигиены, содержащим в расчете на общую массу указанной композиции: а) внутреннюю фазу, содержащую (1) от 40 до 75 мас.% масел, выбранных из группы, состоящей из триглицерида, петролатума и их смесей, где температура плавления петролатума составляет от 30 до 60°C; и (2) от 1 до 10 мас.% C₈-C₁₈ жирной кислоты; и б) внешнюю водную фазу, содержащую от 1,6 до 15 мас.% одного или более поверхностно-активных веществ, которые представляют собой соль N-ацильных производных аминокислот, а также способу их получения.

037016**B1****037016****B1**

Область техники

Изобретение относится к новым наноэмульсиям типа "масло-в-воде" (м/в). Указанные наноэмульсии содержат: (1) внутреннюю масляную фазу, содержащую триглицеридные масла и/или петролатум и C_8 - C_{18} жирную кислоту; и (2) внешнюю водную фазу, содержащую поверхностно-активные вещества, которые представляют собой соли N-ацильных производных дикарбоновых аминокислот (например, аспарагиновой кислоты, глутаминовой кислоты), соли N-ацильных производных монокарбоновых кислот (например, глицина, аланина) или смеси таких производных моно- и дикарбоновых аминокислот.

Настоящее изобретение относится к обеспечению таких триглицеридных масел и петролатума (агентов, оказывающих благоприятное действие, доставляемых в составе наноэмульсии) в виде небольших капель (например, размером 400 нм или менее), которые являются более приятными с эстетической точки зрения, чем композиции, в которых агенты, оказывающие благоприятное действие, доставляются в виде более крупных масляных капель. Указанные наноэмульсии также обеспечивают высокую степень осаждения триглицеридного масла и/или петролатума при их включении в моющие композиции для личной гигиены. Кроме того, неожиданно было обнаружено, что моющие композиции для личной гигиены обладают отличными характеристиками пенообразования, когда указанные агенты, оказывающие благоприятное действие, присутствуют в виде капель размером 400 нм или менее. Как правило, оказывающие благоприятное действие агенты, представляющие собой триглицеридное масло и петролатум, приводят к снижению скорости вспенивания и объема пены в случае присутствия их в виде капель размером в несколько микрон.

Поверхностно-активные вещества согласно настоящему изобретению, представляющие собой N-ацильные производные как дикарбоновых, так и монокарбоновых аминокислот, представляют собой исключительно мягкие поверхностно-активные вещества, которые образуют новые наноэмульсии и которые, в случае когда указанные наноэмульсии включены в полностью готовые жидкие моющие средства для личной гигиены, не препятствуют образованию жидкостей с мицеллярной и/или ламеллярной структурой и не подавляют жидкости с мицеллярной и/или ламеллярной структурой и не подавляют вспенивание. Наноэмульсии, для получения которых в качестве эмульгатора применяют только поверхностно-активные вещества, представляющие собой N-ацильные производные дикарбоновых аминокислот, предложены в заявке, находящейся на рассмотрении одновременно с настоящей заявкой, где (1) в результате применения нефтяного желе (petrolatum jelly) получают капли гораздо большего размера, чем при применении триглицеридных масел в аналогичных условиях, и указанное нефтяное желе требует многократного пропускания при рабочем давлении 5000 psi (примерно 34 МПа) для обеспечения капель размером менее 200 нм в зависимости от конкретных видов нефтяного желе; и (2) поверхностно-активные вещества на основе дикарбоновых аминокислот, которые находятся в форме порошка высокой чистоты, являются более дорогостоящими и сложными в обработке. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что применение жирной кислоты в качестве соэмульгатора позволяет получить несколько неожиданных преимуществ. Во-первых, это позволяет применять менее дорогостоящие, более легкие в обработке поверхностно-активные вещества, представляющие собой N-ацильные производные аминокислот (поверхностно-активные вещества на основе как моно-, так и дикарбоновых аминокислот), которые находятся в жидкой форме и отличаются высоким содержанием неорганической соли. Кроме того, наноэмульсии с намного меньшим размером капель могут быть получены более эффективно (например, при более низком рабочем давлении и/или меньшем количестве пропусканий через гомогенизатор). Кроме того, применение соэмульгатора, представляющего собой жирную кислоту, позволяет получить капли небольшого среднеемкого размера согласно настоящему изобретению (от 20 до 400 нм) при применении, как указано, не только производных дикарбоновой аминокислоты, но и производных монокарбоновых аминокислот. В отсутствие эмульгатора, представляющего собой жирную кислоту, среднеемкий размер капель петролатума (при применении жидкой соли N-ацильных производных монокарбоновых аминокислот в качестве эмульгатора) значительно превышает 400 нм.

В частности, указанный соэмульгатор (объект настоящего изобретения) позволяет эффективно получить значительно более мелкие капли петролатума (например, размером 300 нм и менее, предпочтительно 250 нм и менее, более предпочтительно 200 нм и менее) и, кроме того, позволяет применять жидкие соли N-ацильных производных как ди-, так и монокарбоновых аминокислот.

Уровень техники

Увлажняющие кожу масла (включая оказывающие благоприятное действие агенты, представляющие собой триглицеридные масла и петролатум, указанные выше) часто доставляются в составе моющих композиций для личной гигиены (например, гелей для душа, моющих средств для лица и рук, предназначенных для мытья и увлажнения кожи) в виде крупных масляных капель (например, размером от 50 до 200 мкм или более).

Например, в патентах США №№ 5584293 и 6066608, автор Glenn, Jr., описана увлажняющая жидкая моющая эмульсия для личной гигиены по меньшей мере с 10% капель липофильного увлажняющего ко-жу агента диаметром более 200 мкм.

В патенте США № 8772212, авторы Restrepo и др., описана изотропная моющая композиция с высоким содержанием петролатума; при этом более 50 об.% частиц петролатума имеют диаметр более 50,

100, 150 или 200 мкм.

Композиции, содержащие крупные масляные капли, должны быть хорошо структурированы, чтобы они могли суспендировать крупные капли (с применением, например, стабилизаторов). Например, в патентах США №№ 5854293 и 6066608 используются стабилизаторы, выбранные из кристаллических гидроксилсодержащих стабилизаторов, полимерных загустителей, C_{10} - C_{18} сложных диэфиров, аморфного диоксида кремния или смектитовой глины. Для получения таких композиций обычно требуются особые методы смешивания. Например, композиции должны быть приготовлены при низком сдвиге для предотвращения уменьшения размера масляных капель (см. патент США № 8772212). Несмотря на то, что они обеспечивают улучшенную доставку агентов, оказывающих благоприятное действие, указанные продукты обычно считаются менее эстетически привлекательными для потребителя из-за присутствия крупных масляных капель.

Другой способ улучшения доставки к коже агента, оказывающего благоприятное действие (например, силикона), заключается, например, в применении катионных гидрофильных полимеров, таких как, например, гидроксипропилтриметиламмониевое производное гуаровой камеди, продаваемое под названием JAGUAR® C-13-S (см. патент США № 5500152, автор Helliwell). В указанном источнике силиконовое масло представляет собой предварительно образованную эмульсию с размером масляных капель в диапазоне 0,1-1 мкм, со средним размером частиц 0,4 мкм (не упоминается, относится ли это к среднечисловому или среднеобъемному диаметру капель). Указанный вид продукта обычно бывает однородным и эстетически привлекательным. Однако предпочтительными увлажняющими средствами в составе моющей композиции обычно являются питательные растительные масла (триглицеридные масла) и высокоокклюзивные защитные средства для кожи, такие как петролатум.

Одна из проблем, связанных с моющими композициями с высоким содержанием увлажняющих масел, состоит в том, что большое количество масел обычно снижает скорость вспенивания и объем пены.

Таким образом, существует потребность в получении моющей композиции для личной гигиены, состоящей из наноэмульсии триглицеридных масел и/или петролатума, которая является эстетически привлекательной, обеспечивает высокую степень осаждения указанных увлажняющих масел и сохраняет хорошие характеристики пенообразования.

В настоящем изобретении предложены новые наноэмульсии для доставки триглицеридных масел и петролатума в виде капель небольшого (от 20 до 400 нм, в частности от 20 до 250, более конкретно от 20 до 200) среднеобъемного диаметра. Кроме того, неожиданно сохраняются хорошие характеристики пенообразования.

В заявке, находящейся на рассмотрении одновременно с настоящей заявкой, предложены сходные наноэмульсии, содержащие соли N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты (например, глутаминовой кислоты). Авторы настоящего изобретения неожиданно обнаружили, что с применением конкретных соэмульгаторов можно создавать наноэмульсии с применением жидких форм поверхностно-активных веществ на основе как ди-, так и монокрбоновых аминокислот. Указанные жидкости с высоким pH и высоким содержанием соли дешевле и легче в обработке, чем порошкообразные поверхностно-активные вещества, применявшиеся ранее, которые, однако, являются плохими эмульгаторами, если они не объединены с жирной кислотой. Кроме того, при прочих равных условиях указанный соэмульгатор позволяет получить наноэмульсию с намного меньшими каплями и/или позволяет проводить меньше пропусканий через гомогенизатор или с применением более низкого давления. Более того, авторы настоящего изобретения также обнаружили, что можно получить эмульсии с небольшими каплями в случае применения N-ацильных производных монокрбоновой аминокислоты (например, глицина).

Наноэмульсия согласно настоящему изобретению содержит: (1) масляную фазу, содержащую капли агента, оказывающего благоприятное действие, выбранного из группы, состоящей из триглицеридных масел, петролатума и их смесей, и соэмульгатор, представляющий собой C_8 - C_{18} жирную кислоту, и (2) водную фазу, содержащую одно или более поверхностно-активных веществ (первичный эмульгатор), которые представляют собой соли N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты, соли N-ацильных производных монокрбоновых кислот или смеси таких солей; в частности, указанные поверхностно-активные вещества могут быть выбраны из (а) ацилглутаматной соли, ацилспартатной соли, ацилглицинатной соли, ацилаланинатной соли с определенными N-ацильными группами или (b) смесей любых из указанных солей.

Конкретные N-ацильные производные аминокислот (аспарагиновой кислоты, глутаминовой кислоты, глицина и аланина), как правило, составляют 50% или более, предпочтительно 60% или более, более предпочтительно 70% или более от всех поверхностно-активных веществ, присутствующих в водной фазе указанной композиции в виде наноэмульсии. Указанные соли N-ацильных производных аминокислоты (любая в отдельности или все вместе) присутствуют в количестве большем, чем любое другое поверхностно-активное вещество, присутствующее в водной фазе.

В обоих патентах США №№ 8834903 и 6541018, авторы Simonnet и др., описаны композиции в виде наноэмульсии, в которых ацилглутамат упоминается как возможное поверхностно-активное вещество (например, см. патент США U.S. 8834903, колонку 4, строки 27-31). Однако ацилглутамат раскрыт как одно из многих возможных поверхностно-активных веществ, и, в случае их применения, поверхностно-

активные вещества на основе аминокислот применяют в качестве "дополнительных" компонентов, например в качестве вспомогательного поверхностно-активного вещества (колонка 4, строка 53). В примерах глутамат никогда не применяют в количестве более 0,5% (10 мас.% от общей массы поверхностно-активного вещества). Иллюстративным глутаматом также является соль N-стеароилглутаминовой кислоты. Она имеет длину цепи C_{18} и обеспечивает плохое вспенивание при мытье. Конкретное описание ацилглутамата, составляющего 50% или более от поверхностно-активного вещества в водной фазе, и жирной кислоты в качестве соэмульгатора согласно настоящему изобретению в указанном документе отсутствует.

В патенте США № 6541018 масла внутренней фазы главным образом представляют собой более низкомолекулярные сложноэфирные масла (молекулярная масса (ММ) менее 400). Сложноэфирное масло с более низкой ММ влияет на вязкость и вспенивание моющих композиций. Триглицериды согласно настоящему изобретению и петролатум (имеющий температуру плавления от 30 до 60°C) согласно настоящему изобретению способствуют сохранению хорошей вязкости и пенообразования.

Кроме того, отмечается, что наноэмульсии, раскрытые в патентах США №№ 8834903 и 6541018, содержат внутреннюю фазу, где концентрация масла не превышает 40% от указанной эмульсии. Несмотря на то, что концентрация масел согласно настоящему изобретению может составлять от 40 до 75 мас.% от общей массы наноэмульсии, предпочтительные диапазоны составляют от 41 до 70%, предпочтительно от 50 до 65%. Более высокое содержание внутренней фазы является выгодным не только потому, что расходуется меньше энергии для получения наноэмульсии с более мелкими каплями, но и поскольку это улучшает выход масляных нанокapлей.

Также необходимо отметить, что когда размер масляных шариков определен в патентах автора Simonnet (см. колонку 2, строку 64 патента США № 8834903), он определяется по среднечисловому значению. Поскольку среднечисловое значение представляет собой среднее арифметическое размера всех частиц (например, капля размером 1 мкм плюс капля размером 99 мкм усредняются до примерно 50 мкм), не учитывается среднеобъемный диаметр капли (например, среднеобъемный диаметр капли размером 1 мкм и капли размером 99 мкм намного ближе к 99 мкм). Таким образом, не ясно, раскрыты ли в указанных источниках капли такого же малого среднеобъемного размера, как предложены в настоящем изобретении.

В US 2003/0012759 A1, автор Bowen-Leaver, предложено получение наноэмульсии с применением устройств высокого давления при примерно от 10000 до 20000 psi (примерно от 69 до 138 МПа) и с многократным пропусканием (абз. [0021] на стр. 3). В примере 1 указанного источника раскрыта система эмульгаторов, состоящая из анионного поверхностно-активного вещества (стеароилглутамат натрия), неионогенных поверхностно-активных веществ (глицерилстеарат/ПЭГ-100 стеарат) и стеариновой кислоты. Жирную кислоту применяют с комбинацией глицерилстеарата/ПЭГ-100 стеарата в качестве соэмульгаторов в масляной фазе. При этом о важности объединения ацилглутамата (анионного поверхностно-активного вещества) и жирной кислоты в качестве эмульгаторов для повышения эффективности получения наноэмульсии в указанном документе не упоминается. В настоящей заявке неионогенные эмульгаторы, такие как глицерилстеарат и ПЭГ-100 стеарат, не включены в систему эмульгаторов для получения наноэмульсии. Было обнаружено, что комбинация ацилглутамата и жирной кислоты неожиданно позволяет снизить размер капель наноэмульсии петролатума до менее 200 нм после всего лишь одного пропускания и при 5000 psi (примерно 34 МПа) или менее без присутствия каких-либо других неионогенных поверхностно-активных веществ. Такая эффективность способа на основе применения жирной кислоты является абсолютно непредвиденной.

В WO 02/080864 A1 раскрыты наноэмульсии типа "масло-в-воде", содержащие в качестве своих основных эмульгаторов тройную систему поверхностно-активных веществ, содержащую катионное, анионное и мостиговое поверхностно-активное вещество (строки 16-17, стр. 2). Указанную наноэмульсию получают с помощью микрофлюидизатора высокого давления при давлении от 10000 до 20000 psi (примерно от 69 до 138 МПа) по меньшей мере с двумя пропусканиями (строки 14-17, стр. 3). Ацилглутамат представляет собой одно из предпочтительных анионных поверхностно-активных веществ, и жирная кислота необязательно включена в смесь шести поверхностно-активных веществ в примере 2 (строки 20-21). Не упоминается о конкретных преимуществах вследствие добавления жирной кислоты. Количество масла в указанной наноэмульсии составляет менее 30%, в то время как в настоящей заявке количество масла составляет 40% и выше.

В US 2003/0077299 A1 раскрыта м/в наноэмульсия, содержащая ионное поверхностно-активное вещество, водную фазу и масляную фазу, которая содержит или керамид, или жирную кислоту. N-ацилглутаматные соли являются одним из многих примеров анионных поверхностно-активных веществ (строки 15-17 в [0016] на стр. 1). В эмульсии (6) из примера 1 наноэмульсию, содержащую 16,4% силиконового масла, получают при давлении 2800 кг/см² (~40000 psi, примерно 275 МПа) с тремя пропусканиями ([0060] на стр. 4) с применением системы эмульгаторов, состоящей из жирных кислот (пальмитиновой кислоты и стеариновой кислоты) и ацилглутамата. Количество масла намного ниже 40-75%, отношение жирной кислоты к ацилглутамату (2) намного выше, чем указанное в настоящей заявке. При этом важность сочетания большого количества масла (например, 40% и выше) и отношения жирной кислоты к

аминокислоте для снижения энергии переработки при получении наноэмульсий, в частности, когда речь идет о нефтяном желе (petrolatum Jelly) не принимается во внимание.

Уникальные наноэмульсии согласно настоящему изобретению содержат небольшие масляные капли (размером 400 нм или менее), которые являются эстетически приятными, эффективно доставляют оказывающий благоприятное действие агент, представляющий собой триглицеридные масла или петролатум, и сохраняют отличное вспенивание при включении в моющие композиции для личной гигиены. Кроме того, конкретные применяемые поверхностно-активные вещества, содержащие N-ацильную цепь определенной длины, обеспечивают отличное "мягкое" мытье и гарантируют сохранение пенообразования в случае применения указанных наноэмульсий в моющих продуктах для личной гигиены.

В отношении мягкости поверхностно-активного вещества авторы настоящего изобретения считают необходимым отметить документы С.Н. Lee et al. "Effect of surfactant mixtures on irritant contact dermatitis potential in man: sodium lauroyl glutamate and sodium lauryl sulphate" (Contact Dermatitis, Volume 30, Issue 4, pages 205-209, April 1994); и M. Sugar and R. Schmucker "Reduction of Skin's Surfactant Adsorption: An Effective Way To Improve Mildness And Performance of Bath Care Products" (XXI IFSCC International Congress 2000, Berlin-Proceedings), где указано, что лауроилглутамат натрия и кокоилглутамат натрия, например, являются мягкими поверхностно-активными веществами, и их применение может снизить раздражающее действие, вызываемое лаурилсульфатом натрия и лауретсульфатом натрия (SLES).

Краткое описание изобретения

В частности, настоящее изобретение относится к композициям в виде наноэмульсии, содержащим:

а) внутреннюю масляную фазу, содержащую (i) от 40 до 75 мас.% масла, выбранного из группы, состоящей из триглицеридного масла, петролатума и их смесей, от общей массы наноэмульсии, причем температура плавления петролатума составляет от 30 до 60°C; и (ii) от 0,5 до 10 мас.% C₈-C₁₈ жирной кислоты, предпочтительно C₁₀-C₁₄ жирной кислоты (например, C₁₂ лауриновой кислоты) от массы наноэмульсии, и

б) внешнюю водную фазу, содержащую от 1,6 до 15 мас.% (по активному веществу) поверхностно-активного вещества или поверхностно-активных веществ, которые представляют собой соли N-ацильных производных аминокислоты, от общей массы наноэмульсии, и предпочтительно указанное поверхностно-активное вещество или поверхностно-активные вещества выбраны из группы, состоящей из

(i) соли N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты (например, ацилглутамата или ациласпартата), где более 65% (например, от 65 до 100%, предпочтительно от 65 до 90%) ацильных групп имеют длину цепи C₁₄ или менее;

(ii) соли N-ацильных производных монокрбоновой кислоты (например, ацилглицината, ацилаланата), где более 65% ацильных групп (например, от 65 до 100%, предпочтительно от 65 до 90%) имеют длину цепи C₁₄ или менее; и

(iii) их смесей;

причем указанное поверхностно-активное вещество в фазе (б) составляет 50% или более, предпочтительно 60% или более, предпочтительно 70% или более, предпочтительно от 75 до 100% от всех поверхностно-активных веществ, присутствующих в водной фазе указанной наноэмульсии;

при этом среднеобъемный диаметр масляных капель в фазе (а) составляет от 20 до 400 нм.

Следует понимать, что формула изобретения относится к указанной композиции. Иными словами, предполагается, что формула изобретения охватывает указанные соли N-ацильных производных аминокислот, например, независимо от того, получены ли они авторами настоящего изобретения или приобретены в виде готового продукта на основе поверхностно-активных веществ (как это происходило бы в подавляющем большинстве случаев).

С применением жирной кислоты в качестве соэмульгатора наноэмульсии согласно настоящему изобретению обычно будут иметь среднеобъемный диаметр капель 350 или менее, или от 20 до 300, или от 20 до 250, или от 20 до 200.

Указанные наноэмульсии обычно получают путем смешивания указанной масляной фазы и указанной водной фазы с применением традиционного роторно-статорного или другого типа устройств с высоким сдвиговым усилием и дополнительно подвергают обработке с помощью гомогенизатора при рабочем давлении 7000 фунтов на кв.дюйм (psi) (примерно 48 МПа) или менее, предпочтительно 6000 psi (примерно 41 МПа) или менее; наиболее предпочтительно 5000 psi (примерно 34 МПа) или менее. С применением тех же компонентов, но без C₈-C₁₈ жирной кислоты в качестве соэмульгатора в масляной фазе, при таком же давлении размер капель обычно будет выше, чем при применении жирной кислоты.

Поскольку более 65% N-ацильных цепей в составе указанных поверхностно-активных веществ на основе аминокислот имеют длину C₁₄ или менее, указанная композиция в виде наноэмульсии после получения обеспечивает несколько преимуществ. Например, указанная композиция в виде наноэмульсии может быть легко включена в моющие жидкости для личной гигиены, которые структурированы посредством мицелл или обладают ламеллярной структурой. Кроме того, N-ацильные группы с преимущественно более короткими цепями (по сравнению, например, с более длинными цепями C₁₆ и C₁₈) в составе указанного поверхностно-активного вещества обеспечивают хорошее пенообразование в моющих жидкостях.

Таким образом, новые наноэмульсии являются приятными наощупь (благодаря небольшому размеру капель), обеспечивают эффективное осаждение масла, обеспечивают превосходную стабильность (опять же благодаря меньшему размеру капель) и идеально подходят (вследствие выбора длины цепей) для применения в моющих жидкостях для личной гигиены с обеспечением при этом отличного вспенивания.

В другом аспекте настоящее изобретение относится к способу получения эмульсии, содержащей:

а) внутреннюю масляную фазу, содержащую: (i) от 40 до 75 мас.% масла, выбранного из группы, состоящей из триглицеридного масла, петролатума и их смесей, от общей массы наноэмульсии, причем температура плавления петролатума составляет от 30 до 60°C; и (ii) от 0,5 до 10 мас.% C₈-C₁₈ жирной кислоты, предпочтительно C₁₀-C₁₄ жирной кислоты (например, C₁₂ лауриновой кислоты) от массы наноэмульсии, и

б) внешнюю водную фазу, содержащую от 1,6 до 15 мас.% (по активному веществу) поверхностно-активного вещества или поверхностно-активных веществ, которые представляют собой соли N-ацильных производных аминокислоты, от общей массы наноэмульсии, и предпочтительно указанное поверхностно-активное вещество или поверхностно-активные вещества выбраны из группы, состоящей из

i) соли N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты (например, ацилглутамата или ацил-аспартата), где более 65% (например, от 65 до 100%, предпочтительно от 65 до 90%) ацильных групп имеют длину цепи C₁₄ или менее;

ii) соли N-ацильных производных монокарбоновой кислоты (например, ацилглицината, ацилаланата), где более 65% ацильных групп (например, от 65 до 100%, предпочтительно от 65 до 90%) имеют длину цепи C₁₄ или менее; и

iii) их смесей;

причем указанное поверхностно-активное вещество в фазе (b) составляет 50% или более, предпочтительно 60% или более, предпочтительно 70% или более, предпочтительно от 75 до 100% от всех поверхностно-активных веществ, присутствующих в водной фазе указанной наноэмульсии;

причем среднеобъемный диаметр масляных капель в фазе (a) составляет от 20 до 400 нм, где указанный способ включает:

1) нагревание водной фазы до температуры от 55 до 75°C;

2) нагревание масляной фазы до температуры от 55 до 75°C или до расплавления;

3) добавление масляной фазы к водной фазе и смешивание с получением грубых эмульсий в роторно-статорном устройстве с высоким сдвиговым усилием при скорости от 1000 до 6000 об./мин или с применением гомогенизатора при давлении от 200 до 500 фунтов на кв.дюйм (psi) (примерно от 1,4 до 3,4 МПа);

4) прокачивание указанной грубой эмульсии один или несколько раз через гомогенизатор при рабочем давлении 7000 psi (примерно 48 МПа) или менее, предпочтительно 6000 psi (примерно 41 МПа) или менее, предпочтительно 5000 psi (примерно 34 МПа) или менее; и

5) охлаждение эмульсии до комнатной температуры.

На стадии 3) в качестве альтернативы указанная грубая эмульсия может быть получена с применением гомогенизатора, работающего при давлении от 200 до 500 psi (примерно от 1,4 до 3,4 МПа).

Подробное описание изобретения

За исключением примеров или случаев, где явно указано иное, все числовые значения в настоящем описании, отражающие количества вещества или условия реакции, физические свойства веществ и/или применение, следует понимать как модифицированные словом "примерно". Все количества приведены по массе готовой композиции, если не указано иное.

Следует отметить, что при указании любого диапазона концентрации или количества любое конкретное верхнее значение концентрации может быть связано с любым конкретным нижним значением концентрации или количества.

Во избежание сомнений предполагается, что слово "содержащий" означает "включающий", но не обязательно означает "состоящий из" или "выполненный из". Иными словами, перечисленные стадии или варианты не обязательно должны быть исчерпывающими.

Следует считать, что описание настоящего изобретения в настоящей заявке охватывает все возможные варианты пунктов формулы изобретения, как если они содержат множественную зависимость, не взирая на то, что формула изобретения может быть приведена без множественной зависимости или избыточности.

В настоящем изобретении предложены новые наноэмульсии, содержащие конкретно выбранные масла и поверхностно-активные вещества. Указанные наноэмульсии могут быть получены с применением рабочего давления 7000 psi (примерно 48 МПа) или менее. Новые наноэмульсии идеально подходят для применения в жидких моющих композициях, например структурированных (например, обладающих мицеллярной или ламеллярной структурой) жидких моющих композициях.

В частности, поверхностно-активные вещества, представляющие собой N-ацильные производные аминокислот (например, поверхностно-активные вещества, представляющие собой ацилглутамат, аци-

ласпартат, ацилглицинат, ацилаланат) содержат более 65%, предпочтительно более 75%, предпочтительно более 80% ацильных цепей длиной C_{14} или менее (предпочтительно они содержат более 75% ацильных цепей, которые представляют собой C_{12} -цепи, C_{14} -цепи и их смеси). Выбранные поверхностно-активные вещества обеспечивают многочисленные преимущества в случае, когда готовые наноэмульсии примешивают в полностью готовые жидкие моющие композиции для личной гигиены. Во-первых, известно, что поверхностно-активные вещества на основе аминокислот являются менее раздражающими, чем обычно применяемые более жесткие поверхностно-активные вещества, такие как лаурилсульфат натрия и лауретсульфат натрия (SLES). Кроме того, как отмечалось, длина указанных цепей выбрана таким образом, что указанные поверхностно-активные вещества подходят для применения в структурированных моющих жидкостях для личной гигиены с обеспечением при этом минимального вмешательства в такое структурирование. Кроме того, выбранные преимущественно более короткие длины цепей гарантируют, что указанные поверхностно-активные вещества будут обеспечивать хорошее пенообразование.

В заявке, находящейся на рассмотрении одновременно с настоящей заявкой, заявлены сходные наноэмульсии, которые содержат N-ацильные производные дикарбоновых кислот, и которые, в частности, не относятся к наноэмульсиям, содержащим эмульгатор, представляющий собой жирную кислоту. Получают капли небольшого размера. В настоящей заявке авторы настоящего изобретения неожиданно обнаружили, что применение жирной кислоты в качестве соэмульгатора позволяет получить значительно более мелкие капли, и указанные наноэмульсии с небольшими каплями получают более эффективно. Кроме того, применение жирной кислоты в качестве соэмульгатора позволяет применять поверхностно-активные вещества, представляющие собой N-ацильные производные аминокислот, которые находятся в жидкой форме, содержат большое количество неорганических солей и имеют pH до 10 (которые не были применены в одновременно рассматриваемых случаях). Неожиданно, что указанный соэмульгатор позволяет получить небольшие капли независимо от того, являются указанные поверхностно-активные вещества на основе аминокислот производными дикарбоновых или монокрбоновых аминокислот. Небольшой размер капель и эффективность обработки зависят от конкретной комбинации конкретных поверхностно-активных веществ (например, анионных) и, в частности, жирной кислоты. Например, большие количества жирной кислоты, применяемой с глутаматом, являются более эффективными (позволяют получить более мелкие капли), чем применение большего общей массы поверхностно-активного вещества, но меньшего количества жирной кислоты. То есть уникальная синергия между поверхностно-активными веществами согласно настоящему изобретению и жирной кислотой, как отмечалось, особенно хорошо действует с применением масел (например, нефтяного желе) согласно настоящему изобретению.

В общих чертах, при применении тех же веществ получают значительно более мелкие капли (с применением жирных кислот), и указанные наноэмульсии с небольшими каплями получают более эффективно. В целом капли небольшого среднеобъемного размера способствует обеспечению более эффективного осаждения. Например, катионные полимеры, обычно применяемые в полностью готовом жидком моющем средстве, легче осаждают более мелкие капли, чем более крупные. Применение крупных масляных капель также требует применения стабилизаторов для суспендирования указанных крупных масляных капель. Масляные капли небольшого размера в составе указанной наноэмульсии при включении в моющую жидкость также обеспечивают большую стабильность. Небольшие капли также рассматриваются как более эстетически приятные.

Наноэмульсии согласно настоящему изобретению более подробно определены ниже.

Масляная фаза.

Масла в масляной фазе указанных наноэмульсий могут представлять собой триглицеридное масло или масла (животные и/или растительные масла), петролатум или смеси одного или нескольких триглицеридных масел с петролатумом. Особенно предпочтительным является петролатум.

Примеры триглицеридных масел, которые могут быть применены, включают соевое масло, подсолнечное масло, кокосовое масло, рапсовое масло, пальмовое масло, пальмоядровое масло, масло виноградных косточек и рыбий жир. Предпочтительными триглицеридами являются соевое и подсолнечное масла.

Указанное масло в масляной фазе также может представлять собой петролатум. Петролатум предпочтительно имеет температуру плавления в диапазоне от 30° до примерно 60°C. Примеры таких масел на основе петролатума включают нефтяное желе Вазелин (Vaseline® Petrolatum Jelly) от Unilever, белый петролатум согласно фармакопее США (White Petrolatum USP) от Calumet Penreco, петролатум G2212 (Petrolatum G2212) и White Protobet® 1S от Sonneborn.

Указанные масла могут составлять от 40 до 75 мас.%, предпочтительно от 41 до 65 мас.% от общей массы указанной композиции в виде наноэмульсии. Предпочтительный среднеобъемный диаметр капель указанных триглицеридных масел или петролатума составляет от 20 до 400 нм, предпочтительно от 20 до 300 нм, более предпочтительно от 20 до 250 нм или от 20 до 200 нм. Нижний уровень может составлять 20, или 30, или 40, или 50; верхний уровень может составлять 300, или 250, или 200, или 175, или 150.

Выбрав определенные триглицеридные масла и петролатум, можно обеспечить придание коже мягкости и формирование на ней окклюзионного слоя, когда указанные триглицеридные масла и/или петролатум осаждаются на кожу после ее мытья с применением полностью готовых моющих композиций, в которые включены наноземульсии согласно настоящему изобретению.

Помимо триглицеридного масла (или масел) и/или петролатума масляная фаза может содержать растворимые в масле активные вещества, благотворно влияющие на кожу, такие как, например, витамин А, витамин Е, солнцезащитное средство, ароматизаторы, ретинола пальмитат, 12-гидроксистеариновая кислота, конъюгированная линолевая кислота; антибактериальные агенты; противомоскитные репелленты и т.д., в количестве от 0,01 до 5%.

Другой ингредиент, который может входить в состав масляной фазы, представляет собой стабилизатор масляной фазы. Например, могут быть применены небольшие количества (от 0,01 до 2%, предпочтительно 0,1-1% от массы наноземульсии) антиоксиданта. Когда применяемым маслом является триглицерид, предпочтительный антиоксидант, который может быть применен, представляет собой бутилированный гидрокситолуол (ВНТ). Его часто применяют в качестве пищевого антиоксиданта.

Помимо масел масляная фаза содержит C_8 - C_{18} жирные кислоты, предпочтительно C_{10} - C_{14} жирные кислоты в количестве, составляющем от 0,5 до 10 мас.% от общей массы наноземульсии. Примеры жирной кислоты, которые могут быть применены, включают лауриновую кислоту, миристиновую кислоту, кокосовую жирную кислоту и их смеси. Указанную жирную кислоту применяют в качестве соэмульгатора. Например, масляная фаза может содержать петролатум, составляющий от 40 до 70 мас.%, предпочтительно от 41 до 65% от массы наноземульсии, и лауриновую кислоту, составляющую от 0,5 до 8% от массы наноземульсии.

Водная фаза.

Водная фаза содержит соли N-ацильных производных аминокислот (например, ди- или монокарбоновой кислоты) в качестве эмульгатора (50% или более, предпочтительно 60% или более от всего поверхностно-активного вещества, присутствующего в водной фазе). Предпочтительные эмульгаторы на основе дикарбоновых аминокислот представляют собой поверхностно-активные вещества ацилглутамат и ацилспартат. Предпочтительные эмульгаторы на основе монокарбоновых аминокислот представляют собой ацилглицинат и ацилаланат. Предпочтительно указанные соли представляют собой калиевые и/или натриевые соли N-ацильных производных аминокислот, где более 65% ацильных цепей имеют длину C_{14} или менее, например C_8 - C_{14} (например, получены из кокосовой жирной кислоты). Указанные ацильные цепи предпочтительно содержат более 75%, более предпочтительно более 80% цепей длиной C_{14} или менее. Предпочтительно более 75%, наиболее предпочтительно более 80% указанных цепей представляют собой цепи длиной C_{12} , C_{14} или их смеси. Указанные ацильные группы с преимущественно короткими цепями (по сравнению, например, с более длинными цепями C_{16} и C_{18}) гарантируют, что в случае, когда наноземульсии согласно настоящему изобретению включены в полностью готовые жидкие моющие композиции (в частности, структурированные жидкие моющие композиции), они способствуют сохранению или усилению пенообразующей способности.

Как правило, коммерчески доступны две формы поверхностно-активных веществ на основе аминокислот. Одна из них представляет собой порошкообразную или хлопьевидную форму, которая обычно является более дорогостоящей и обладает высокой чистотой. Примеры твердых поверхностно-активных веществ на основе дикарбоновых аминокислот включают

N-кокоил-L-глутамат натрия (например, Amisoft® CS-11 от Ajinomoto),
 N-лауроил-L-глутамат натрия (например, Amisoft® LS-11 от Ajinomoto),
 N-миристоил-L-глутамат натрия (Amisoft® MS-11 от Ajinomoto),
 N-кокоил-L-глутамат калия (например, Amisoft® CK-11 от Ajinomoto),
 N-миристоил-L-глутамат калия (Amisoft® MK-11 от Ajinomoto),
 N-лауроил-L-глутамат калия (Amisoft® LK-11 от Ajinomoto),
 лауроилспартат натрия (AminoFoamer™ FLMS-P1 от Asahi Kasei Chemical Corporation),
 лауроилглутамат натрия (Aminosurfact™ ALMS-P1/S1 от Asahi Kasei Chemical Corporation),
 миристоилглутамат натрия (Aminosurfact™ AMMS-P1/S1 от Asahi Kasei Chemical Corporation).

Примеры твердых поверхностно-активных веществ на основе монокарбоновых аминокислот включают

кокоилглицинат натрия (например, Amilite® GCS-11 от Ajinomoto),
 кокоилглицинат калия (например, Amilite® GCK-11 от Ajinomoto).

Одно из неожиданных открытий настоящего изобретения состоит в том, что помимо аминокислот, указанных выше (которые находятся в порошкообразной форме и неудобны для обработки в промышленном производстве), применение жирной кислоты в качестве соэмульгатора позволяет применять поверхностно-активные вещества на основе аминокислот в жидкой форме, которая обычно является менее дорогостоящей, но имеет высокий pH и высокое содержание неорганической соли. Как отмечено в сравнительных примерах, в отсутствие эмульгатора, представляющего собой жирную кислоту, заявители не могли получить грубую эмульсию, или размер капель был очень велик (намного больше 400 нм); напри-

мер, с применением ацилглутамата фаза грубой эмульсии разделялась, и/или при применении жидкого ацилглутамата с высоким содержанием лимонной кислоты для снижения pH размер капель был примерно в 2,5 раза больше, чем при применении жирной кислоты. Например, в случае ацилглицината без жирной кислоты размер капель был в 14 раз больше по сравнению с тем, когда жирная кислота присутствовала. Добавление жирной кислоты, в частности лауриновой кислоты, к применяемому в промышленности жидкому поверхностно-активному веществу на основе аминокислоты в качестве соэмульгатора позволяло получить стабильные грубые эмульсии и эффективно получить более мелкие масляные капли с образованием превосходной наноземульсии. Например, можно было получить масляные капли на основе петролатума размерами менее 200 нм при всего лишь одном пропускании через гомогенизатор при 5000 psi (примерно 34 МПа) (см. пример 6).

Жидкие поверхностно-активные вещества на основе аминокислот обычно содержат 20-35% активного поверхностно-активного вещества, имеют высокий pH и высокое содержание неорганической соли (например, от 3 до 6% NaCl). Примеры включают

- AMISOFT® ECS-22SB: кокоилглутамат динатрия (30% водный раствор),
- AMISOFT® CS-22: кокоилглутамат динатрия и кокоилглутамат натрия (25% водный раствор),
- AMISOFT® CK-22: кокоилглутамат калия (30% водный раствор),
- AMISOFT® LT-12: ТЭА-лауроилглутамат (30% водный раствор),
- AMISOFT® CT-12 ТЭА-кокоилглутамат (30% водный раствор),
- AMILITE® ACT-12: ТЭА-кокоилаланинат (30% водный раствор),
- AMILITE® ACS-12: кокоилаланинат натрия (30% водный раствор),
- AMILITE® GCK-12/GCK-12K: кокоилглицинат калия (30% водный раствор),
- Aminosurfact™ ACDS-L: кокоилглутамат натрия (25% водный раствор),
- Aminosurfact™ ACDP-L: кокоилглутамат калия (22%) + кокоилглутамат натрия (7%),
- Aminosurfact™ ACMT-L: ТЭА-кокоилглутамат (30% водный раствор),
- AminoFoamer™ FLDS-L: лауроиласпартат натрия (25% водный раствор).

Помимо серий Amisoft® и Amilite® от Ajinomoto, Aminosurfact™ и AminoFoamer™ от Asahi Kasei Chemical Corporation другие поставщики жидких поверхностно-активных веществ на основе аминокислот включают Clariant (например, кокоилглицинат натрия под названием Hostapon SG), Solvay (например, водный раствор кокоилглутамата калия под названием Gerapon® PCG; лаурилглицинат натрия с глицерином под названием Gerapon® LG 3S), Galaxy (водный раствор кокоилглутамата калия под названием Galsoft® KCGL; кокоилглицинат натрия под названием GalSoft® SCG plus, 20% активного вещества) и Sino Lion (водный раствор кокоилглутамата калия под названием Eversoft® USK-30K; кокоилглицинат натрия под названием Eversoft® YCS-30S).

Кроме того, в водной фазе могут быть применены другие мягкие ионные моющие поверхностно-активные вещества. Анионные поверхностно-активные вещества, которые могут быть применены, включают кокоилизетионат натрия, кокоилметилизетионат натрия, лауроилизетионат натрия, метилкокоилтаурат натрия и другие поверхностно-активные вещества на основе аминокислот, такие как лауроилсаркозинат натрия, кокоилсаркозинат натрия. Также могут быть применены амфотерные поверхностно-активные вещества, такие как кокобетаин, кокамидопропилбетаин, лауроамфоацетат натрия, лаурамидопропилгидроксисултан и кокамидопропилгидроксисултан. Указанные вспомогательные поверхностно-активные вещества обычно присутствуют в количестве менее 50%, предпочтительно менее 40%, более предпочтительно менее 30% от общей массы поверхностно-активных веществ в водной фазе.

Поверхностно-активные вещества в водной фазе суммарно составляют от 1,6 до 15%, предпочтительно от 4 до 12 мас.% от общей массы наноземульсии. Как было указано, соли N-ацильных производных аминокислоты, предпочтительно ацилглутамат, ациласпартат, ацилглицинат, ацилаланинат или их смеси, представляют собой основное поверхностно-активное вещество указанной наноземульсии. Они составляют 50% или более, предпочтительно 60% или более от всего поверхностно-активного вещества в водной фазе. Предпочтительно они составляют более 70%, более предпочтительно более 75%. Разумеется, они могут быть единственным поверхностно-активным веществом, присутствующим в водной фазе.

Предпочтительно водная фаза может содержать консервант или консерванты. Как правило, они присутствуют в количестве от 0,01 до 1,0%, предпочтительно от 0,1 до 0,5 мас.%.

Наноземульсии согласно настоящему изобретению имеют среднеобъемный диаметр (также используемый взаимозаменяемо с терминами "средний объемный диаметр" или "среднеобъемный размер") 400 нм или менее, предпочтительно от 20 до 300 нм, более предпочтительно от 20 до 250 нм, более предпочтительно от 20 до 200 нм.

Наноземульсии с размерами капель в указанных пределах в настоящем изобретении получают с применением относительно низкого давления, создаваемого гомогенизатором высокого давления или устройством высокого давления Sonolator. Применяемые значения давления составляют 7000 psi (примерно 48 МПа) или менее, предпочтительно 6000 psi (примерно 41 МПа) или менее, наиболее предпочтительно 5000 psi (примерно 34 МПа) или менее.

Получение наноэмульсии.

Наноэмульсии обычно получают посредством двухстадийного способа.

Первую стадию смешивания применяют для получения грубой эмульсии. Масляную фазу и водную фазу нагревали до температуры не выше 75°C (от 55 до 75°C) отдельно друг от друга таким образом, что каждая фаза была прозрачной и однородной (масляную фазу нагревали до температуры от 55 до 75°C или до расплавления); затем масляную фазу смешивали с водной фазой с применением интенсивного смешивания. Интенсивное смешивание может быть выполнено с помощью традиционных средств, включая смешивание указанных веществ в смесительном баке и пропускание полученной смеси через роторно-статорный смеситель, такой как проточный (in-line) смеситель с высоким сдвиговым усилием Silverson®, или их смешивание в сосудах с применением смесителя с высоким сдвиговым усилием, такого как смеситель Scott® Turbon. В качестве альтернативы указанная грубая эмульсия может быть приготовлена посредством применения смешивающего устройства непрерывного действия с высоким сдвиговым усилием, такого как стандартное устройство Sonolator, выпускаемое Sonic Corporation, Коннектикут. Указанные стандартные устройства Sonolator обычно эксплуатируют при значениях давления 200-500 psi (примерно 1,4-3,4 МПа) с получением грубой эмульсии.

Вторая стадия указанного способа состоит в пропускании указанной грубой эмульсии через гомогенизатор высокого давления с получением указанной наноэмульсии. Подходящие гомогенизаторы высокого давления представляют собой гомогенизатор Nano DeBee компании BEE International (Массачусетс, США) и устройство высокого давления Sonolator, также выпускаемое Sonic Corporation, Коннектикут, США. Указанные устройства могут эксплуатироваться при давлении не более 1000-5000 psi (примерно 6,9-34 МПа) для получения наноэмульсии с размером капель менее 300 нм. Для гидрофобных масел, петролатума или триглицеридов, при включении жирной кислоты в качестве соэмульгатора для достижения желаемого размера частиц наноэмульсии требуется всего лишь одно пропускание через Nano DeBEE или Sonolator высокого давления.

В примерах следующие термины определены как указано ниже.

Число пропусканий: число раз, которое эмульсия проходит через гомогенизатор высокого давления;

D[4,3]: среднеобъемный диаметр, или средний объемный диаметр или среднеобъемный размер;

D[3,2]: средний диаметр по площади поверхности.

Средние диаметры определяли с помощью прибора Malvern Mastersizer.

Примеры 1-6 и сравнительные примеры А-Н.

Грубые эмульсии получали в однолитровом смесителе ESCO, снабженном роторно-статорным устройством с высоким сдвиговым усилием (ESCO-LABOR AG, Швейцария). В указанный смеситель ESCO добавляли водную фазу и нагревали до температуры не выше 75°C или до тех пор, пока она не становилась прозрачной. Масляную фазу объединяли в отдельной емкости и нагревали до температуры не выше 75°C или до расплавления. Масляную фазу постепенно добавляли к водной фазе в указанном смесителе ESCO при перемешивании и/или интенсивно смешивали с помощью указанного роторно-статорного устройства. Когда добавление всей масляной фазы было завершено и в смесителе ESCO образовывалась грубая эмульсия, указанную грубую эмульсию переносили и пропускали через гомогенизатор высокого давления Nano DeBEE один или два раза для достижения желаемого размера капель при рабочем давлении 5000 psi (примерно 34 МПа).

Примеры 1-2 и сравнительные примеры А-С.

В примерах 1-2 и сравнительных примерах А-С в качестве первичного эмульгатора применяли жидкий кокоилглутамат калия (27,2% активного вещества) с высоким рН (примерно 10) и высоким содержанием неорганической соли (примерно от 3 до 6% KCl). Грубые эмульсии, которые были достаточно стабильными, один раз пропускали через гомогенизатор Nano DeBEE при рабочем давлении 5000 psi (примерно 34 МПа) с получением наноэмульсий. Затем измеряли размер масляных капель с применением прибора Malvern Mastersizer.

	Пример 1	Пример 2	Сравни- тельный пример А	Сравни- тельный пример В	Сравни- тельный пример С
Ингредиент	% масс.	% масс.	% масс.	% масс.	% масс.
Масляная фаза					
Белый петролатум согласно фармакопее США (USP)	50%	50%	50%	50%	50%
Лауриновая кислота	4%	2%			
Водная фаза					
Кокоилглутамат калия (Solvay, 27,2% активного вещества)	27,4% (7,5% активного вещества)	27,4% (7,5% активного вещества)	27,4% (7,5% активного вещества)	27,4% (7,5% активного вещества)	27,4% (7,5% активного вещества)
Деионизированная вода	необх. кол.*	необх. кол.*	необх. кол.*	необх. кол.*	необх. кол.*
Лимонная кислота		1,28%		1,28%	1,92%
ДМДМ-гидантоин (и) иодпропинил- бутилкарбамат	0,40%	0,4%	0,40%	0,40%	0,4%
(жидкий Glydant™ Plus™)					
Рабочее давление, PSI	5000	5000	Грубая эмульсия не была получена	Фаза грубой эмульсии разделя- лась за 2 минуты	5000
D _[3,2] нм	127	138			187
D _[4,3] нм	186	209			476
pH	6,76	5,71	10,0	5,57	5,22

Необходимое количество (например, для получения 100 мас.%).

В сравнительном примере А грубая эмульсия не была получена. Когда к водной фазе добавляли 1,28% лимонной кислоты, как представлено в сравнительном примере В, для снижения pH до значения в диапазоне примерно от 5 до 6 грубую эмульсию получали при интенсивном смешивании, но фазы быстро разделялись после остановки указанного роторно-статорного устройства с высоким сдвиговым усилием. Когда к водной фазе добавляли 1,92% лимонной кислоты, как представлено в сравнительном примере С, грубая эмульсия была получена и оставалась однородной достаточно долго, чтобы ее можно было пропустить через гомогенизатор Nano DeBEE с получением капель, среднеобъемный размер которых составлял 476 нм.

Когда к масляной фазе добавляли от 2 до 4% лауриновой кислоты, как представлено в примерах 1 и 2, стабильную грубую эмульсию получали с применением лимонной кислоты или без него. Одно пропускание через гомогенизатор Nano DeBEE при таком же рабочем давлении 5000 psi (примерно 34 МПа) позволяло получить капли, среднеобъемный размер которых составлял всего лишь 186 нм. Таким образом, добавление лауриновой кислоты не только позволяло свести на нет количество лимонной кислоты, необходимой для получения грубой эмульсии (пример 1), но и получить намного более мелкие капли размером 209 или менее всего лишь за одно пропускание.

Пример 3 и сравнительный пример D.

В примере 3 и сравнительном примере D в качестве первичного эмульгатора применяли жидкий кокоилглицинат натрия (20% активного вещества) с высоким pH (примерно 10) и высоким содержанием неорганической соли (примерно от 3 до 6% NaCl). Грубые эмульсии, которые были достаточно стабильными, один раз пропускали через гомогенизатор Nano DeBEE при рабочем давлении 5000 psi (примерно 34 МПа), а затем измеряли размер масляных капель с применением прибора Malvern Mastersizer.

	Сравнительный пример D	Пример 3
Ингредиент	% масс.	% масс.
Масляная фаза		
Белый петролатум, USP	50%	50%
Лауриновая кислота	0%	4%
Водная фаза		
Кокоилглицинат натрия (Galsoft, 20% активного вещества)	40% (8% активного вещества)	40% (8% активного вещества)
Деионизированная вода	необх. кол.	необх. кол.
ДМДМ-гидантоин (и) иодпропинилбутилкарбамат (жидкий Glydant™ Plus™)	0,40%	0,4%
Рабочее давление, PSI	5000	5000
D _[3,2] нм	1900	161
D _[4,3] нм	3917	266
pH	9,1	6,59

Несмотря на то, что грубую эмульсию получали при однократном пропускании указанной композиции через гомогенизатор Nano DeBEE при 5000 psi (примерно 34 МПа), размер масляных капель составлял 3917 нм; когда к масляной фазе добавляли лауриновую кислоту, в таких же технологических условиях получали масляные капли размером 266 нм. Таким образом, при применении лауриновой кислоты размер частиц был в 14 раз меньше, чем без нее.

Примеры 4-5 и сравнительные примеры E и F.

Указанное масло представляло собой соевое масло, и указанный эмульгатор представлял собой кокоилглутамат калия в хлопьевидной форме (AMISOFT® СК-11). С добавлением или без добавления лауриновой кислоты к масляной фазе получали стабильные грубые эмульсии и один раз пропускали их через гомогенизатор Nano DeBEE при рабочем давлении 5000 psi (примерно 34 МПа) или 3000 psi (примерно 21 МПа). pH готовых наноэмульсий снизился до значений примерно от 5,6 до 5,8. При 5000 psi (примерно 34 МПа) с добавлением 4% лауриновой кислоты среднеобъемный размер капель снизился с 188 до 143 нм (см. сравнительный пример E и пример 4); при 3000 psi (примерно 21 МПа) с добавлением 4% лауриновой кислоты среднеобъемный размер капель снизился с 268 до 161 нм (см. сравнительный пример F и пример 5).

	Сравнительный пример Е	Сравнительный пример F	Пример 4	Пример 5
Ингредиент	% масс.	% масс.	% масс.	% масс.
Масляная фаза				
Соевое масло	55%	55%	55%	55%
Пищевой антиоксидант ВНТ	0,4%	0,4%	0,4%	0,4%
Лауриновая кислота			4%	4%
Водная фаза				
Кокоилглутамат калия (AMISOFT® СК-11)	8,8%	8,8%	8,8%	8,8%
Деионизированная вода	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.
ДМДМ-гидантоин (и) иодпропинил- бутилкарбамат (жидкий Glydant™ Plus™)	0,40%	0,4%	0,40%	0,40%
Рабочее давление, PSI	5000	3000	5000	3000
D _[3,2] нм	127	163	113	116
D _[4,3] нм	188	268	143	161
pH	5,82	5,82	5,65	5,65

Пример 6 и сравнительные примеры G и H.

Стабильную грубую эмульсию получали с применением 50% белого петролатума и кокоилглутама-та калия (AMISOFT® СК-11) в качестве первичного эмульгатора с применением или без применения лауриновой кислоты в качестве соэмульгатора. Грубую эмульсию, не содержащую лауриновую кисло-ту, пропускали через гомогенизатор Nano DeBEE отдельно один и два раза при 5000 psi (примерно 34 МПа) с получением наноэмульсии со среднеобъемным размером капель 374 и 283 нм соответственно. С применением 4% лауриновой кислоты и при всего лишь одном пропускании через Nano DeBEE при 5000 psi (примерно 34 МПа) среднеобъемный размер капель снизился до 168 нм. Таким образом, применение лауриновой кислоты значительно улучшало эффективность получения мелких капель.

	Сравнительный пример G	Сравнительный пример H	Пример 6
Ингредиент	% масс.	% масс.	% масс.
Масляная фаза			
Белый петролатум, USP	50%	50%	50%
Лауриновая кислота			4%
Водная фаза			
Кокоилглутамат калия (AMISOFT® CK-11)	8%	8%	8%
Деионизированная вода	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.
ДМДМ-гидантоин (и) иодпропинил- бутилкарбамат (жидкий Glydant™ Plus™)	0,40%	0,4%	0,4%
Рабочее давление, PSI	5000	5000	5000
Число пропусканий	1	2	1
D _[3,2] нм	188	168	120
D _[4,3] нм	374	283	168
pH	5,91	5,91	5,73

Примеры 7-13.

Для получения наноэмульсий применяли 50-55% петролатума с кокоилглутаматом калия (30%) или кокоилглицинатом натрия (20%) в жидкой форме в качестве первичного эмульгатора, составлявшим от 4 до 8,2% по активному веществу, и лауриновой кислотой в качестве соэмульгатора, составлявшей от 1 до 4%. Грубую эмульсию получали с помощью устройства Sonolator низкого давления при давлении не более 450 psi (примерно 3,1 МПа), где расплавленную масляную фазу и водную фазу при температуре от 60 до 75°C одновременно прокачивали через отверстие устройства Sonolator низкого давления и, таким образом, получали указанную грубую эмульсию. Указанную грубую эмульсию дополнительно всего один раз прокачивали через Sonolator высокого давления с применением давления не более 2500 psi (примерно 17 МПа) с получением наноэмульсии. В примерах 12 и 13 при получении грубой эмульсии и наноэмульсии применяли различные более низкие значения давления, как представлено в таблице.

С применением 4% лауриновой кислоты в качестве соэмульгатора, как представлено в примерах 10, 11 и 12, получали наноэмульсию со среднеобъемным размером капель, составлявшим от 144 до 198 нм, после одного пропускания через Sonolator высокого давления при давлении 2500 psi (примерно 17 МПа) или менее. С применением 4% лауриновой кислоты в качестве соэмульгатора, как представлено в примерах 11 и 12, даже грубая эмульсия позволяла получить среднеобъемный размер капель менее 300 нм после пропускания через Sonolator низкого давления при 450 psi (примерно 3,1 МПа) или менее.

Полагают, что эффективное получение небольших капель зависит не только от общего количества поверхностно-активных веществ, а скорее от их типа и взаимодействия. Это видно из сравнения примера 7 с примером 10. Несмотря на то, что в примере 10 суммарно меньше поверхностно-активного вещества (8% по сравнению с 9,2% в примере 7), благодаря взаимодействию анионного глутамата и больших количеств жирной кислоты размер капель для петролатума из примера 10 составляет 158 нм против 316 нм для примера 7.

Пример->	7	8	9	10	11	12	13
Ингредиент	% масс.	% масс.	% масс.	% масс.	% масс.	% масс.	% масс.
Масляная фаза							
Петролатум G2212	55%	55%	55%	55%	55%	55%	
Белый петролатум							50%
Лауриновая кислота	1%	2%	2%	4%	4%	4%	4%
Водная фаза							
Кокоилглутамат калия (Galsoft KCGL, 30% активного вещества)	27,3% (8,2% актив-ного)	27,3% (8,2% актив-ного)	13,3% (4% актив-ного)	13,3% (4% актив-ного)	20% (6% актив-ного)	27,4% (8,2% актив-ного)	

	веще-ства)	веще-ства)	веще-ства)	веще-ства)	веще-ства)	веще-ства)	
Кокоилглицинат натрия (Galsoft SCG plus, 20% активного вещества)							40% (8% актив-ного веще-ства)
Деионизированная вода	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.	необх. кол.
ДМДМ-гидантоин (и) иодпропинил-бутилкарбамат (жидкий Glydant™ Plus™)	0,158%	0,158%	0,158%	0,158%	0,158%	0,158%	0,4%
D _[4,3] , нм (грубая эмульсия, полученная при 450 psi)	855	514	560	350	279	285 (350 psi)	334 (350 psi)
D _[4,3] , нм (наноэмульсия, полученная при 2500 psi)	316	217	286	158	144	198 (1000 psi)	228 (2000 psi)
pH	8,4	7,88	7,36	7,0	7,23	7,25	6,7

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Моющая композиция в виде наноэмульсии для личной гигиены, содержащая в расчете на общую массу указанной композиции:

а) внутреннюю фазу, содержащую (1) от 40 до 75 мас.% масел, выбранных из группы, состоящей из триглицерида, петролатума и их смесей, где температура плавления петролатума составляет от 30 до 60°C; и (2) от 1 до 10 мас.% C₈-C₁₈ жирной кислоты; и

б) внешнюю водную фазу, содержащую от 1,6 до 15 мас.% одного или более поверхностно-активных веществ, которые представляют собой соль N-ацильных производных аминокислот;

причем указанное поверхностно-активное вещество в фазе (б) составляет 50% или более от всех поверхностно-активных веществ, присутствующих в указанной внешней водной фазе указанной композиции; при этом среднееобъемный диаметр D_[4,3] капель фазы (а) составляет от 20 до 400 нм.

2. Композиция по п.1, где указанное одно или более поверхностно-активных веществ выбрано из группы, состоящей из

(i) соли N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты, где более 65% ацильных групп имеют длину цепи C₁₄ или менее; и

(ii) соли N-ацильных производных монокарбоновой аминокислоты, где более 65% ацильных групп имеют длину цепи C₁₄ или менее; и

(iii) их смесей.

3. Композиция по п.1 или 2, где указанная соль N-ацильного производного дикарбоновой аминокислоты представляет собой соль ацилглутаминовой кислоты, соль ациласпарагиновой кислоты или их смесь.

4. Композиция по п.1 или 2, где указанная соль N-ацильного производного монокарбоновой аминокислоты представляет собой соль ацилглицина, соль ацилаланина или их смесь.

5. Композиция по любому из пп.1-4, где среднеобъемный диаметр $D[4,3]$ капель составляет от 20 до 250 нм.

6. Композиция по любому из пп.1-5, где среднеобъемный диаметр $D[4,3]$ капель составляет от 20 до 200 нм.

7. Композиция по любому из пп.1-6, где указанное масло представляет собой триглицеридное масло, и указанное триглицеридное масло выбрано из группы, состоящей из соевого масла, подсолнечного масла, кокосового масла, рапсового масла, пальмового масла, пальмоядрового масла, масла виноградных косточек, рыбьего жира и их смесей.

8. Композиция по любому из пп.1-7, где указанное масло представляет собой петролатум, и где температура плавления указанного петролатума составляет от 30 до 60°C.

9. Композиция по любому из пп.1-8, где указанное масло представляет собой смесь масел, содержащую триглицеридное масло и петролатум.

10. Композиция по любому из пп.1-9, где указанная жирная кислота с длиной цепи C_8-C_{18} выбрана из группы, состоящей из лауриновой кислоты, миристиновой кислоты и их смесей.

11. Композиция по п.10, где указанная жирная кислота присутствует в количестве от 1 до 7 мас. %.

12. Композиция по любому из пп.1-11, где указанные соли N-ацильных производных аминокислоты представляют собой моно- и/или динатриевые и/или калиевые соли.

13. Композиция по любому из пп.1-12, где указанная наноземulsion получена под давлением с помощью гомогенизатора или устройства Sonolator, и указанное давление составляет 7000 psi (примерно 48 МПа) или менее.

14. Композиция по любому из пп.1-13, где указанное поверхностно-активное вещество в фазе (b) до получения указанной наноземulsion представляет собой порошкообразное или жидкое поверхностно-активное вещество.

15. Способ получения моющей композиции в виде наноземulsion для личной гигиены, содержащей в расчете на общую массу указанной композиции:

а) внутреннюю фазу, содержащую (1) от 40 до 75 мас. % масел, выбранных из группы, состоящей из триглицерида, петролатума и их смесей, где температура плавления петролатума составляет от 30 до 60°C; и (2) от 1 до 10 мас. % C_8-C_{18} жирной кислоты от массы наноземulsion; и

б) внешнюю водную фазу, содержащую от 1,6 до 15 мас. % одного или более поверхностно-активных веществ, которые представляют собой соли N-ацильных производных аминокислоты, где указанное одно или более поверхностно-активных веществ выбрано из группы, состоящей из

i) соли N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты, такой как ацилглутамат или ацил-аспартат, где более 65% ацильных групп имеют длину цепи C_{14} или менее;

ii) соли N-ацильных производных монокарбоновой кислоты, такой как ацилглицинат, ацилаланат, где более 65% ацильных групп имеют длину цепи C_{14} или менее; и

iii) их смесей;

причем указанное поверхностно-активное вещество в фазе (b) составляет 50% или более от всех поверхностно-активных веществ, присутствующих в водной фазе указанной композиции;

при этом среднеобъемный диаметр $D[4,3]$ капель фазы (a) составляет от 20 до 400 нм,

где указанный способ включает:

1) нагревание водной фазы до температуры от 55 до 75°C;

2) нагревание масляной фазы до температуры от 55 до 75°C или до расплавления;

3) добавление масляной фазы к водной фазе и смешивание с получением грубых эмульсий в роторно-статорном устройстве с высоким сдвиговым усилием при скорости от 1000 до 6000 об/мин или с применением гомогенизатора при давлении от 200 до 500 psi (примерно от 1,4 до 3,4 МПа);

4) прокачивание указанной грубой эмульсии один или несколько раз через гомогенизатор при рабочем давлении 7000 psi (примерно 48 МПа) или менее, предпочтительно 6000 psi (примерно 41 МПа) или менее, предпочтительно 5000 psi (примерно 34 МПа) или менее; и

5) охлаждение эмульсии до комнатной температуры.

16. Способ по п.15, где на стадии 3) указанную грубую эмульсию получают с применением гомогенизатора, работающего при давлении от 200 до 500 psi (примерно от 1,4 до 3,4 МПа).

