

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **040324**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.05.20

(21) Номер заявки
201991585

(22) Дата подачи заявки
2018.01.04

(51) Int. Cl. *A61K 8/34* (2006.01)
A61K 8/73 (2006.01)
A61Q 19/10 (2006.01)

(54) **КСАНТАНОВОЕ СТРУКТУРИРОВАННОЕ ЖИДКОЕ ОЧИЩАЮЩЕЕ СРЕДСТВО С
ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ МНОГОАТОМНЫХ СПИРТОВ**

(31) **17155142.7**

(32) **2017.02.08**

(33) **EP**

(43) **2020.02.29**

(86) **PCT/EP2018/050207**

(87) **WO 2018/145827 2018.08.16**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ЮНИЛЕВЕР ГЛОБАЛ АйПи
ЛИМИТЕД (GB)**

(72) Изобретатель:
Цаур Лян Шэн, Ян Линь (US)

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(56) CPKelco: "Xanthan gum book", March 2007 (2007-03), XP002769065, Retrieved from the Internet: URL: [http://www.bisi.cz/cmsres.axd/get/cms\\$7CVwRhc3USVqgzxkKF96gI\\$2BChNrXcTq\\$2BOUdiEtz5TfYA\\$2B1dJUbBIKfluXdoDfiqojVRVU\\$2FkQ343xA\\$3D](http://www.bisi.cz/cmsres.axd/get/cms$7CVwRhc3USVqgzxkKF96gI$2BChNrXcTq$2BOUdiEtz5TfYA$2B1dJUbBIKfluXdoDfiqojVRVU$2FkQ343xA$3D) [retrieved on 2017-04-07] cited in the application page 15

CN-A-104971011

CN-A-105078776

CN-B-102078280

WO-A2-9401084

US-A1-2010075881

(57) Изобретение относится к очищающей композиции для личной гигиены, содержащей: а) от 40 до 75 мас.% полиола; б) от 1 до 15 мас.% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей; в) от 0,1 до 1,5 мас.% частиц ксантановой камеди, имеющих размер 50 мкм или менее; г) от 10 до 50% воды и е) при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП, а также способам её получения. Несмотря на то, что ксантановая камедь обычно несовместима с такой композицией, заявители разработали такие композиции (имеющие определенный размер частиц) и способ получения таких композиций, что ксантановую камедь теперь можно использовать в качестве структурообразователя.

B1**040324****040324****B1**

Область техники

Изобретение относится к очищающим композициям для личной гигиены, содержащим пенообразующие, предпочтительно мягкие, поверхностно-активные вещества и большие количества многоатомного спирта в качестве увлажняющего агента. Кроме того, изобретение относится к способу структурирования таких композиций с помощью структурообразователей, как правило, несовместимых с такими системами.

Уровень техники

Композиции для личной гигиены (к которым обычно относят требующие и не требующие смывания композиции, подходящие для нанесения на кератиновую ткань млекопитающих) используют для очищения и увлажнения кожи и/или волос, доставки активных веществ, скрытия дефектов и уменьшения жирности/блеска, связанных с кожным салом.

Потребители обычно предпочитают композиции, которые являются мягкими для кожи и/или обеспечивают ощущение увлажнения или другие потребительские преимущества. Мягкость, в свою очередь, может быть связана, например, с более низкими уровнями раздражения кожи и меньшими уровнями потери воды (которые могут быть измерены, например, с помощью прибора Skicon и/или трансэпидермального теста на потерю воды, известного специалистам в данной области техники).

Одним из способов удовлетворения этих потребностей является увеличение отложения полиолов, таких как глицерин; смягчающих масел, таких как вазелин или триглицеридные масла; и наиболее предпочтительно усиление отложения как полиола, так и смягчающего масла, предпочтительно из системы с мягким поверхностно-активным веществом.

Повышение функциональных возможностей полиолов из жидкого очищающего средства может быть достигнуто путем применения высокого содержания полиола вместе со специфическим мягким поверхностно-активным веществом (веществами), как описано в EP 1619019.3 авторами Yang и др. Авторы указанного документа обнаружили, что благодаря применению специфических поверхностно-активных веществ, которые являются N-ацильными производными моно- и/или дикарбоновых кислот, в сочетании с высоким содержанием глицерина, то есть при содержании в композиции от 40 до 90 мас.%, можно использовать преимущества мягкой природы поверхностно-активных веществ, в то же время обеспечивая улучшенное отложение глицерина по сравнению с применением других типов поверхностно-активных веществ в тех же системах с высоким содержанием глицерина.

В целом, жидкие очищающие композиции с высоким содержанием глицерина известны в данной области.

В патенте США 5716919, выданном Sano, описана мягкая очищающая композиция, содержащая от 25 до 80 мас.% полиолов, неионогенное поверхностно-активное вещество и анионное поверхностно-активное вещество, для удаления косметики с кожи, которая обеспечивает ощущение свежести и чистоты после мытья.

В патенте США 6303108, выданном Roulier и др., заявлена безводная твердая самонагревающаяся вспенивающаяся композиция. В качестве связующего для вспенивающих порошков поверхностно-активного вещества применяют от 20 до 85 мас.% полиола с целью образования безводной твердой пенообразующей композиции, а также они обеспечивают преимущество самонагрева.

В патенте США № 6387857, выданном Chambers и др., заявлена очищающая композиция для личной гигиены, содержащая от 30 до 50 мас.% полиола с целью снижения активности воды в очищающей композиции для достижения преимущества в отношении антимикробного действия.

В патенте США № 7879780, выданном Tsaug, описана жидкая очищающая композиция, содержащая поверхностно-активное вещество на основе жирных ацилизетионатов в качестве основного поверхностно-активного вещества и от 10 до 60 мас.% полиола, такого как глицерин или сорбит. Высокий уровень полиола применяют в изобретении для стабилизации композиции жидкого очищающего средства как при высоких, так и при низких температурах хранения.

В патенте EP 1237534B1, выданном Masaaki и др., описано от 10 до 50 мас.% полиола для стабилизации жидкой очищающей композиции, содержащей смесь сульфосукцинатного поверхностно-активного вещества и мыл на основе жирных кислот.

Ни в одной из этих ссылок не описаны высокие содержания полиолов (например, от 40 до 75%, предпочтительно от 50 до 75% полиола) в очищающих средствах, структурированных ксантановой камедью, структурообразователем, обычно несовместимым с пенообразующими жидкими очищающими средствами, содержащими такие количества полиола. Кроме того, нет описания способа получения таких композиций.

Доставка смягчающего масла из жидкого очищающего средства также хорошо известна в данной области техники. Чтобы стабилизировать смягчающие капельки масла в жидких очищающих средствах, обычно требуются полимеры, такие как Carbopol, растворимые в щелочи акриловые эмульсии или ксантановая камедь, для сгущения и структурирования жидкости с целью стабилизации взвешенных частиц масла. В присутствии высокого уровня полиолов и поверхностно-активных веществ полимерные загустители либо не растворяются, либо не полностью набухают и не способны обеспечить эффективность загущения из-за низкой активности воды. Например, ксантановая камедь является широко используемым

полисахаридом для загущения и структурирования водной системы для пищевых продуктов, средств ухода за кожей или личной гигиены. Как описано в 8-м издании Xanthan Book, опубликованном Kelco, ксантановая камедь несовместима с водными растворами, содержащими полиолы в количестве 40 мас.% или более предпочтительно 50 мас.% или более. Ее совместимость с раствором поверхностно-активного вещества составляет от 5 до 25 мас.% поверхностно-активного вещества в зависимости типа поверхностно-активного вещества.

Заявители неожиданно обнаружили, что ксантановую камедь можно применять для сгущения и структурирования жидких очищающих средств с высоким содержанием полиола при сохранении вязкости композиции 2000 сП или более (например, от 2000 до 15000 сП), предпочтительно 2500 сП или более (например, от 2500 сП до 10000 сП), более предпочтительно от 3000 до 10000 сП, применяя способы, описанные в настоящей заявке. Заявители также разработали способ получения таких композиций с высоким содержанием полиола, которые структурированы ксантаном и сохраняют минимально определенную вязкость.

Ксантановая камедь в качестве структурообразователя для применения в жидких очищающих средствах известна и описана в уровне техники, в таких патентах как US4728457; US4788006, US5948739 и US6001344. Ни в одном из этих патентов не описан и не раскрыт способ преодоления проблемы совместимости ксантановой камеди с пенообразующими жидкими очищающими средствами, содержащими 40 мас.% или более полиолов, или с композициями, полученных из них. Кроме того, ни в одной из указанных ссылок нет указания на то, что для решения проблем совместимости при использовании в системах с высоким содержанием полиолов требуется гомогенизация с получением ксантановой камеди размером 50 мкм или менее.

Краткое описание изобретения

В одной аспекте согласно настоящему изобретению предложены очищающие композиции для личной гигиены, содержащие:

- a) от 40 до 75 мас.% полиола;
- b) от 1 до 15 мас.% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей;
- c) от 0,1 до 1,5 мас.% частиц ксантановой камеди, имеющих размер 50 микрон или менее;
- d) от 10 до 50% воды; и
- e) при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП.

Во втором аспекте настоящее изобретение относится к способу получения композиции, содержащей:

- a) от 40 до 75 мас.% полиола;
- b) от 1 до 15 мас.% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей;
- c) от 0,1 до 1,5 мас.% ксантановой камеди;
- d) от 10 до 50% воды; и
- e) при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП, причем указанный способ включает:
 - 1) добавление и смешивание всей ксантановой камеди с 5-10 частями полиола с получением однородной смеси;
 - 2) раздельное добавление и смешивание остатка полиола, поверхностно-активного вещества и воды в отдельном смесителе;
 - 3) добавление ксантановой камеди в смеси полиолов (1) к смеси (2) и гомогенизацию смеси (1) с (2) при подходящей гомогенизации так, чтобы частицы ксантана в конечной смеси имели размер 50 мкм или менее.

В третьем аспекте настоящее изобретение относится к способу получения композиции, содержащей:

- a) от 40 до 75 мас.% полиола;
- b) от 1 до 15 мас.% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей;
- c) от 0,1 до 1,5 мас.% ксантановой камеди;
- d) от 10 до 50% воды; и
- e) при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20

об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП,

причем указанный способ включает:

- 1) предварительное смешивание от 4 до 8 мас.% ксантановой камеди с 10-20 мас.% полиола;
- 2) добавление и смешивание смеси ксантана с полиолом к 75-90 мас.% раствору поверхностно-активного вещества с общим уровнем поверхностно-активного вещества более 15 мас.%;
- 3) гомогенизация преддисперсии (1) плюс (2) в условиях гомогенизации, достаточных для получения частиц ксантана размером 50 микрометров или менее; и
- 4) добавление и смешивание предварительной дисперсии ксантановой камеди (3) в смесителе, содержащем остальные ингредиенты.

Гомогенизатор, который может быть применен, например, представляет собой механический гомогенизатор типа ротор-статор со скоростью гомогенизации превышающей 500 об/мин, предпочтительно от 1500 об/мин до 15000 об/мин, например, гомогенизацию проводят в течение четырех минут или более, в зависимости от диаметра ротора и его скорости вращения, расстояния между ротором и статором, времени в смесителе и количества генераторов в серии. Переменные включают количество рядов зубьев, их угол и ширину отверстий между зубцами. Конечный размер частиц ксантановой камеди будет зависеть как от скорости гомогенизации, так и от времени перемешивания. В целом, более высокая скорость гомогенизации и/или более длительное время перемешивания будет создавать частицы ксантановой камеди меньшего размера.

Подробное описание изобретения

За исключением примеров или случаев, где явно указано иное, все числа в этом описании, указывающие количества материала или условия реакции, физические свойства материалов и/или применение, следует понимать как модифицированные словом "примерно". Все количества указаны по массе от массы конечной композиции, если не указано иное.

Следует отметить, что при определении любого диапазона концентрации или количества любая конкретная верхняя концентрация может быть связана с любой конкретной более низкой концентрацией или количеством.

Во избежание сомнений слово "содержащий" предназначено для обозначения термина "включающий", но не обязательно означает "состоящий из" или "составленный из". Другими словами, перечисленные этапы или варианты не должны быть исчерпывающими.

Раскрытие изобретения, которое находится в данном документе, следует рассматривать как охватывающее все варианты реализации, которые находятся в формуле изобретения, как многократно зависящие друг от друга, независимо от того, что пункты формулы изобретения могут быть найдены без множественной зависимости или избыточности.

Согласно настоящему изобретению предложены композиции, содержащие высокие уровни полиола, предпочтительно глицерина, в которых ксантановая камедь неожиданно может быть использована в качестве структурообразователя и обеспечивает хорошую вязкость. В частности, заявители обнаружили, что путем приготовления определенным образом (с применением гомогенизации) могут быть получены новые композиции.

Более конкретно, новые композиции согласно данному изобретению содержат:

1) от 40 до 75%, предпочтительно от 45 до 75%, более предпочтительно от 50 до 75 мас.% полиола (предпочтительно глицерина);

2) от 1% до 15% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей; солей N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты (например, аспарагиновой кислоты, глутаминовой кислоты) или солей N-ацильных производных монокарбоновых кислот (например, глицина, аланина), причем производные являются особенно предпочтительными;

3) от 0,1 до 1,5%, предпочтительно от 0,3 до 1,2% ксантановой камеди;

4) от 10 до 50% воды; а также

5) при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП, предпочтительно от 3000 до 10000 сП.

Предпочтительно частицы ксантановой камеди имеют размер 50 микрон или менее, предпочтительно от 0,1 до 50 мкм, предпочтительно от 0,5 до 40 мкм.

Композиции согласно настоящему изобретению содержат, как отмечено, от 40 до 75%, предпочтительно от 45 до 75% полиола. Несмотря на то, что глицерин является предпочтительным полиолом, могут быть использованы другие полиолы. Они включают сорбит, пропиленгликоль, полипропиленгликоль и их смеси (включая, предпочтительно, смеси одного из них с глицерином).

Нижний уровень используемого полиола может составлять 40, 45 или 50% (и все цифры между) и предпочтительно составляет 51% и выше, включая от 51 до 60 и все цифры между. Верхний диапазон может быть от 60 до 75 и все цифры между ними. Конечно, любая цифра между 41 и 74 теоретически может быть верхним или нижним пределом. Например, 74% может быть нижним пределом, а 75% может быть верхним пределом.

Неожиданно, что ксантановая камедь будет совместима с такими высокополиольными системами. Однако заявители дополнительно раскрыли способ, который позволяет создавать такие композиции при сохранении превосходной вязкости. Не признано, что ксантан необходимо гомогенизировать (под этим мы подразумеваем разрушение, будь то в механическом смесителе с ротором-статором, использующим об/мин; или в "классическом" гомогенизаторе, использующем для гомогенизации давление через впуск), для получения частиц малого размера, чтобы достичь отмеченной совместимости.

Поверхностно-активное вещество

Композиция может дополнительно содержать от 1 до 15%, предпочтительно от 2 до 12%, еще более предпочтительно от 2 до 9% по массе поверхностно-активного вещества, выбранного из группы состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей.

Активное анионное моющее средство, которое может быть использовано в изобретении, может представлять собой алифатические сульфонаты, такие как сульфонат первичного алкана (например, C₈-C₁₂), дисульфонат первичного алкана (например, C₈-C₂₂), сульфонат C₈-C₂₂-алкена, сульфонат C₈-C₂₂-гидроксиалкана или сульфонат алкилглицерилового эфира (AGS) или ароматические сульфонаты, такие как алкилбензолсульфонат. Анион может также представлять собой алкилсульфат (например, C₁₂-C₁₈-алкилсульфат) или алкилэфирсульфат (включая алкилглицерилэфирсульфаты).

Солубилизирующий катион может включать натрий, калий, аммоний или замещенный аммоний. Предпочтительными являются сульфаты лаурилового эфира аммония и натрия. Анион может также представлять собой алкилсульфосукцинаты (включая моно- и диалкил, например, C₆-C₂₂-сульфосукцинаты); алкил и ацилтаураты, алкил и ацилсаркозинаты, сульфоацетаты, C₈-C₂₂-алкилфосфаты и фосфаты, сложные эфиры алкилфосфатов и алкоксилалкилфосфатов, ациллактаты, C₈-C₂₂-моноалкилсукцинаты и малеаты, сульфоацетаты, алкилглюкозиды и ацилизетионаты, и тому подобное. Сульфосукцинаты могут быть моноалкилсульфосукцинатами, имеющими формулу:

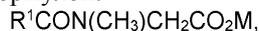


и амид-МЕА сульфосукцинатами с формулой:



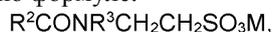
где R⁴ находится в диапазоне C₈-C₂₂-алкила и М представляет собой солубилизирующий катион.

Саркозинаты обычно обозначают формулой:



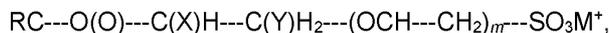
где R¹ находится в диапазоне алкила C₃-C₂₀ и М представляет собой солубилизирующий катион.

Таураты обычно идентифицируют по формуле:



где R² находится в диапазоне C₃-C₂₀-алкила, R³ находится в диапазоне C₁-C₄-алкила алкила, а М представляет собой солубилизирующий катион.

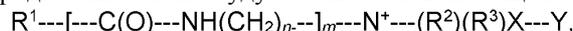
Очищающая композиция согласно настоящему изобретению может содержать C₈-C₁₈-ацилизетионаты. Эти сложные эфиры получают реакцией изетионата щелочного металла со смешанными алифатическими жирными кислотами, имеющими от 6 до 18 атомов углерода и йодное число менее 20. По меньшей мере 75% смешанных жирных кислот имеют от 12 до 18 атомов углерода и до 25% имеют от 6 до 10 атомов углерода. Ацилизетионат может представлять собой алкоксилированный изетионат, такой как описан Pardi и др. в патенте США № 5393466, озаглавленном "Сложные эфиры жирных кислот и полиалкоксилированной изетионовой кислоты" ("Fatty Acid Esters of Polyalkoxylated isethonic acid", выданном 28 февраля 1995 г.; который включен в данный документ посредством ссылки. Это соединение имеет общую формулу:



где R представляет собой алкильную группу, имеющую от 8 до 18 атомов углерода, m представляет собой целое число от 1 до 4, X и Y представляют собой водород или алкильную группу, имеющую от 1 до 4 атомов углерода, и М представляет собой одновалентный катион, такой как, например, натрий, калий или аммоний.

Амфотерные поверхностно-активные вещества

В этом изобретении применены одно или несколько амфотерных поверхностно-активных веществ. Такие поверхностно-активные вещества содержат по меньшей мере одну кислотную группу. Это может быть группа карбоновой или сульфоновой кислоты. Они содержат четвертичный азот и, следовательно, являются четвертичными амидокислотами. Они обычно должны содержать алкильную или алкенильную группу с 7-18 атомами углерода. Они обычно будут соответствовать общей структурной формуле:

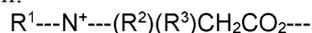


где R¹ представляет собой алкил или алкенил с 7-18 атомами углерода; R² и R³ каждый независимо представляет собой алкил, гидроксиалкил или карбоксиалкил с 1-3 атомами углерода; n составляет от 2 до 4; m составляет от 0 до 1;

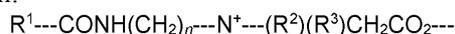
X представляет собой алкилен с 1-3 атомами углерода, необязательно замещенный гидроксильной группой,

Y представляет собой $---CO_2---$ или $---SO_3---$.

Подходящие амфотерные поверхностно-активные вещества с вышеуказанной общей формулой включают простые бетаины с формулой:



и амидобетаины с формулой:



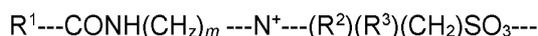
где n составляет 2 или 3.

В обеих формулах R^1 , R^2 и R^3 имеют такие значения, как определено ранее. В частности, R^1 может представлять собой смесь C_{12} и C_{14} алкильных групп, полученных из кокосового масла, так что по меньшей мере половина, предпочтительно по меньшей мере три четверти групп R^1 имеют от 10 до 14 атомов углерода. R^2 и R^3 предпочтительно представляют собой метил.

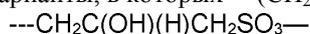
Еще одна возможность заключается в том, что амфотерное моющее средство представляет собой сульфобетаин с формулой:



или



где m составляет 2 или 3 или их варианты, в которых $---(CH_2)_3SO_3$ заменен на



В этих формулах R^1 , R^2 и R^3 являются такими, как было обсуждено ранее.

Предполагается также, что амфоацетаты и диамфоацетаты покрыты возможными цвиттерионными и/или амфотерными соединениями, такими как, например, лауроамфоацетат натрия, кокоамфоацетат натрия и их смеси и тому подобное.

Неионогенные поверхностно-активные вещества

Одно или несколько неионогенных поверхностно-активных веществ могут быть использованы в очищающей композиции по настоящему изобретению. Неионогенные вещества, которые могут быть использованы, включают, в частности, продукты реакции соединений, имеющих гидрофобную группу и реакционноспособный атом водорода, например, алифатические спирты, кислоты, амиды или алкилфенолы с алкиленоксидами, особенно этиленоксидом, либо с ним одним, либо в смеси с пропиленоксидом. Конкретными неионогенными моющими соединениями являются продукты конденсации (C_6 - C_{22})алкилфенолов с этиленоксидом, продукты конденсации алифатических (C_8 - C_{18}) первичных или вторичных линейных или разветвленных спиртов с этиленоксидом и продукты, полученные конденсацией этиленоксида с продуктами реакции пропиленоксида и этилендиамин. Другие так называемые неионогенные моющие соединения включают оксиды третичного амина с длинной цепью, оксиды третичного фосфина с длинной цепью и диалкилсульфоксид и тому подобное.

В некоторых формах композиции согласно настоящему изобретению могут содержать поверхностно-активное вещество, выбранное из группы, состоящей из солей N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты (например, аспарагиновой кислоты, глутаминовой кислоты), солей N-ацильных производных монокарбоновых кислот (например, глицина, аланина, саркозина) и смесей таких производных моно- и дикарбоновых кислот.

Предпочтительными дикарбоновыми аминокислотными поверхностно-активными веществами являются ацилглутаматные и ациласпартатные поверхностно-активные вещества. Предпочтительными монокарбоновыми аминокислотными поверхностно-активными веществами являются ацилглицинат, ацилаланат и ацилсаркозинат. Предпочтительно они представляют собой калиевые и/или натриевые соли N-ацильных производных аминокислот.

Обычно аминокислотные поверхностно-активные вещества коммерчески доступны в двух формах. Одной из них является порошок или чешуйчатая форма, которая, как правило, более дорогая и с высокой степенью чистоты. Примеры твердых дикарбоновых аминокислотных поверхностно-активных веществ 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® SK-11 от Ajinomoto), N-миристоил-L-глутамат калия (Amisoft® MK-11 от Ajinomoto), N-лауроил-L-глутамат калия (Amisoft® LK-11 от Ajinomoto), лауроил аспартат натрия (AminoFoamer™ FLMS-P1 от Asahi Kasei Chemical Corporation), лауроил глутамат натрия (Aminosurfact™ ALMS-P1/S1 от Asahi Kasei Chemical Corporation), миристоил глутамат натрия (Aminosurfact™ AMMS-P1/S1 от Asahi Kasei Chemical Corporation).

Примеры твердых поверхностно-активных монокарбоновых аминокислот включают кокоилглицинат натрия (например, Amilite® GCS-11 от Ajinomoto) кокоилглицинат калия (например, Amilite® GCK-11 от Ajinomoto).

Предпочтительно содержание производных N-ациламинокислотного поверхностно-активного вещества составляет от 50 до 100% всей системы поверхностно-активных веществ.

Композиции дополнительно содержат от 0,1 до 1,5 мас.%, предпочтительно от 0,3 до 1,2 мас.% ксантановой камеди. Ксантановые камеди представляют собой полисахариды, которые могут быть син-

тезированы путем ферментации определенных сахаров микроорганизмами, такими как бактерия *Xanthomonas campestris*. Ксантан состоит из повторяющихся пентасахаридных звеньев, состоящих из двух D-глюкопиранозильных звеньев, двух D-маннопиранозильных звеньев и одного звена D-глюкопиранозилурононовой кислоты с молекулярной массой от 1 миллиона до 50 миллионов. Ксантановые камеди широко используют для загущения или стабилизации водной системы благодаря их превосходной совместимости со многими химическими веществами, такими как соли, кислоты, основания и смешиваемые с водой растворители. Ксантановые камеди, предпочтительные для данного изобретения, представляют собой коммерческие продукты, такие как Keltrol CG-T, Keltrol CG-SFT или Keltrol-CG, производимые Kelco, Vangan NF-C, доступные от Vanderbilt and Minerals, Rhodopol 23 C от Solvay.

Как указано, ксантан обычно не вводят в качестве структурирующего агента в системы с высоким содержанием полиолов, особенно вместе с поверхностно-активными веществами, как заявлено в данном изобретении. Однако из-за новой стадии обработки в соответствии с нашим изобретением заявители могут создать системы с высоким содержанием полиола и ксантановой камеди, которые позволяют ксантану повышать вязкость персонального жидкого очищающего средства, как заявлено. Ключом является признание того факта, что частицы ксантановой камеди должны иметь размер 50 мкм или менее, чтобы обеспечить совместимость в таких системах с высоким содержанием полиола.

Композиция дополнительно содержит от 10 до 50%, предпочтительно от 15 до 40% воды.

Во второй форме изобретение включает способ, который позволяет делать новые композиции согласно изобретению.

В частности, это изобретение относится к процессу гомогенизации (как отмечалось ранее, "гомогенизация" относится как к разрушению механическим устройством типа ротор-статор, используемым при определенных оборотах, так и/или "классическому" гомогенизатору, который основан на подаче под давлением) для приготовления композиции содержащей:

1) от 40 до 75%, предпочтительно от 45 до 75%, более предпочтительно от 50 до 75 мас.% полиола (предпочтительно глицерина);

2) от 1% до 15% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерийонных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей; солей N-ацильных производных дикарбоновой аминокислоты (например, аспарагиновой кислоты, глутаминовой кислоты) или солей N-ацильных производных монокарбоновых кислот (например, глицина аланина) и смеси таких производных являются особенно предпочтительными;

3) от 0,1 до 1,5%, предпочтительно от 0,3 до 1,2% ксантановой камеди;

4) от 10 до 50% воды; а также

где вязкость конечной композиции составляет от 2000 до 15000 сП, предпочтительно от 3000 до 10000 сП, как измерено с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с; где предпочтительно частицы ксантановой камеди имеют размер от 0,1 до 50 мкм или от 0,5 до 40 мкм; а также

где N-ациламинокислотные поверхностно-активные вещества, если они присутствуют, предпочтительно составляют большую часть системы поверхностно-активных веществ, например, от 50 до 100% системы поверхностно-активных веществ, или от 60 до 100%, или от 70 до 100% системы поверхностно-активных веществ;

где указанный способ включает:

1) добавление и смешивание всей ксантановой камеди с 5-10 частями полиола (предпочтительно глицерина) с образованием однородной смеси;

2) раздельное добавление и смешивание остатка полиола, поверхностно-активного вещества и воды в отдельном смесителе (например, главном смесителе);

3) добавление ксантановой камеди в смеси полиолов (1) к смеси (2) и гомогенизирование смеси (1) с (2) при помощи подходящей гомогенизации так, чтобы частицы ксантана в конечной смеси имели размер 50 микрон или менее, предпочтительно от 0,5 до 40 мкм.

Гомогенизатор, который может быть применен, представляет собой механический гомогенизатор типа ротор-статор со скоростью гомогенизации более чем 500 об/мин, предпочтительно от 1500 до 15000 об/мин, например, в течение четырех минут или более.

В другой форме способ может включать получение концентрированной предварительной дисперсии ксантановой камеди, содержащей всю ксантановую камедь с частью поверхностно-активного вещества, полиола и воды; гомогенизацию указанной предварительной дисперсии (с применением смесителя типа ротор-статор или гомогенизатора, работающего под давлением) с получением ксантановых частиц размером 50 мкм или менее, предпочтительно 0,5-40 мкм; и затем смешивание с другими оставшимися ингредиентами.

Способ включает:

1) предварительное смешивание от 4 до 8 мас.% ксантановой камеди с 10-20 мас.% полиола;

2) добавление и смешивание смеси ксантана с полиолом к 75-90 мас.% раствору поверхностно-активного вещества с общим содержанием поверхностно-активного вещества более 15 мас.%, предпоч-

тительно более 20%;

3) гомогенизация преддисперсии (1) плюс (2) в условиях, достаточных для получения ксантановых частиц размером 50 мкм или менее, предпочтительно 0,5-40 мкм; и

4) добавление и смешивание предварительной дисперсии ксантановой камеди (3) в смесителе, содержащем оставшиеся ингредиенты, предпочтительно смешивание проводят в течение 5 мин или более.

Гомогенизация представляет собой процесс, с применением устройства (например, типа ротор-статор или классического гомогенизатора, как указано выше) для разрушения частиц ксантановой камеди, обычно имеющих размер частиц от 100 до 400 мкм, в указанном жидком очищающем средстве для личной гигиены с высоким содержанием полиолов с образованием тонкой дисперсии ксантановой камеди с размером 50 мкм или менее, более предпочтительно от 0,5 до 40 мкм. Для целей настоящего изобретения могут быть использованы многие различные лабораторные и промышленные гомогенизаторы, использующие различные физические технологии для микронизации частиц в жидкости. Например, смесители-гомогенизаторы Silverson являются хорошо известными в отрасли механическими гомогенизаторами типа ротор-статор, а Sonolator® представляет собой поточный гомогенизатор высокого давления, также известный в промышленности.

Гомогенизатор Pro300D, который применяли для получения композиций согласно примерам настоящего изобретения, представляет собой механический гомогенизатор типа ротор-статор от PRO Scientific.

Примеры

Примеры 1 и 2, а также сравнительные примеры А-Ф.

Таблица 1. Влияние уровня полиола и обработки на вязкость жидкого очищающего средства

	Примеры		Сравнительные примеры					
	Получение при помощи процесса гомогенизации		Получение помощи процесса перемешивания с верхнеприводной мешалкой (кроме А)					
	Пример 1	Пример 2	Сравн. А	Сравн. В	Сравн. С	Сравн. D	Сравн. Е	Сравн. F
Na кокоамидопропил-бетаин	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Na лауроилглутамат	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Ксантановая камедь Keltrol CG-SFT	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	-	-
Carborol Aqua SF1	-	-	-	-	-	-	0,9	-
Гидроксиэтилцеллюлоза за Methocel 40-100	-	-	-	-	-	-	-	0,9
Глицерин	70	50	6	70	50	6	70	70
Гуар гидроксипропилтримоний хлорид Jaguar C17	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Отдушка	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Феноксизтанол	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
pH	6,04	6,08	6,20	6,10	6,05	5,95	6,50	6,10
Вязкость, сП (сантипуаз)								
Реометр Брукфильда # 5 шпindelъ 20 об/мин, 30 с; сП	5020	7040	2340	330	1540	1940	125	Полимер осажда ется на дне

Влияние процесса обработки ксантановой камеди на вязкость жидкого очищающего средства, содержащего различные уровни глицерина, показано в табл. 1 выше. Все образцы были подготовлены с применением процесса, описанного ниже, за исключением окончания обработки. Сначала 6 частей глицерина (полиола) взвешивали и хранили в химическом стакане. Все поверхностно-активные вещества, воду и остальную часть глицерина добавляли в основной смеситель и перемешивали до однородного состояния в течение примерно 10 мин при комнатной температуре, используя верхнеприводную мешалку, снабженную 3-лопастным пропеллером. Порошки ксантановой камеди и Jaguar C17 добавляли и диспергировали в 6 частях глицерина в химическом стакане. Затем дисперсию ксантановой камеди добавляли в основной смеситель и перемешивали в течение 5 минут при комнатной температуре. Добавляли отдушку и феноксизтанол и перемешивали еще 5 минут. pH очищающего средства доводили до значения из диапазона от 5,9 до 6,3 с применением раствора 50 мас.% лимонной кислоты или 25 мас.% NaOH.

После того, как все ингредиенты были добавлены и pH жидкости был отрегулирован, композиции согласно примерам 1-2 и сравнительному примеру А гомогенизировали с применением Pro300D от Pro Scientific Inc. при 5500 об/мин в течение 5-7 мин. Композиции согласно сравнительным примерам В и С (состав аналогичен составу согласно примерам 1-2 и сравнительному примеру А) смешивали, используя верхнеприводную мешалку, снабженную 3-лопастным пропеллером, обеспечивающим перемешивание со скоростью 700-750 об/мин в течение 10 мин. Композицию согласно сравнительному примеру А перемешивали в гомогенизаторе, но его следует считать сравнительным, поскольку в нем использовали гораздо более низкое содержание полиола. Вязкость приготовленной жидкости измеряли примерно через 2 ч после приготовления с применением реометра Брукфильда со шпинделем № 5 при 20 об/мин в течение

30 с. Результаты приведены в табл. 1. Результаты ясно показывают, что обработка ксантановой камедью оказывает большое влияние на вязкость жидкости для жидкостей с высоким содержанием полиола (например, глицерина). Для жидкостей с высоким содержанием глицерина (примеры 1 и 2) процесс гомогенизации дает значительно более высокую вязкость по сравнению с аналогичной жидкостью, смешанной с применением верхнеприводной мешалки (сравнительные примеры В и С). Для жидкостей с низким содержанием глицерина (сравнительный пример А и сравнительный пример D) при разных методах смешивания не отмечено большого различия в конечной вязкости. Неожиданно было обнаружено, что композиции согласно примерам 1 и 2 с высоким содержанием глицерина имеют значительно более высокую вязкость по сравнению со сравнительным примером А с низким содержанием глицерина, хотя в обоих случаях применяют процесс гомогенизации. Применяя способ согласно настоящему изобретению, можно решить проблему совместимости ксантановой камеди с жидким очищающим средством с высоким содержанием глицерина; и эффективность камеди для сгущения жидкого очищающего средства также значительно повышается.

Композиции согласно двум другим примерам (сравнительные примеры Е и F) были также приготовлены с применением других обычных полимерных загустителей, Carbopol Aqua SF1 и Methocel 40-100, для сравнения. Оба образца были приготовлены с применением верхнеприводного смесителя, оснащенного 3-лопастным пропеллером, и по той же методике, которая описана выше, без гомогенизации. Вязкость образца с Aqua SF1, как показано в таблице, очень низкая, 125 сП, по сравнению с примером 1 данного изобретения, даже если применяют более высокое содержание полимера, чем ксантановой камеди (0,9% против 0,6%). Образец, содержащий Methocel 40-100, показал разделение фаз через 2 часа после приготовления. Methocel 40-100 выпадает в осадок из жидкости и образует липкие, клейкие комочки на дне жидкости во время хранения.

Примеры 3А-3F. Влияние скорости и времени гомогенизации.

Таблица 2. Влияние скорости и времени гомогенизации на вязкость жидкого очищающего средства

	Пример 3А	Пример 3В	Пример 3С	Пример 3D	Пример 3Е
	Скорость и время гомогенизации ксантановой камеди в предварительной дисперсии поверхностно-активных веществ				
Скорость смешения	5600 об/мин	5600 об/мин	5600 об/мин	4500 об/мин	3000 об/мин
Время смешения	1 мин	3 мин	6 мин	3 мин	3 мин
	Конечная вязкость жидкости Реометр Брукфильда; шпindelь №5, 20 об/мин, 30 сек				
Вязкость (сП) Тот же день после приготовления	Слишком низкая вязкость для проведения измерения.	3380	4470	3520	3580
Вязкость (сП) Выдержан 5 дней при комнатной температуре	Гель ксантановой камеди выпал на дно сосуда с продуктом.	4440	4780	4150	4280

Пять (5) образцов с составами, такими же, как в примере 1, были приготовлены с применением ксантановой камеди в предварительной дисперсии поверхностно-активного вещества вместо добавления всего ингредиента в смеситель и гомогенизации всей партии, как описано в примере 1. Это второй определенный способ согласно изобретению. Подробности процедуры описаны ниже.

Сначала был приготовлен премикс поверхностно-активных веществ глутамат/бетаин, содержащий 17,8 мас.% Na лауроилглутамата и 5,93 Na кокоилпропилбетаина с рН примерно 5,9. Шесть (6) частей порошка ксантановой камеди смешивали с 18 частями глицерина. Затем смесь добавляли к 76 частям премикса поверхностно-активного вещества глутамат/бетаин и гомогенизировали с различной скоростью и временем, как указано в табл. 2 (например, от 3000 до 5600 об/мин), применяя гомогенизатор Pro300D, чтобы превратить ксантановую камедь в предварительную дисперсию поверхностно-активного вещества.

Затем получали конечную композицию путем добавления 68,2 частей глицерина, 0,05 частей Jaguar C17, 2,48 частей деионизированной воды, 17,68 частей премикса поверхностно-активных веществ глутамат/бетаин, описанного выше, 1 части отдушки и 0,6 частей феноксиэтанола в смеситель, снабженный верхнеприводной мешалкой. Смесь перемешивали с применением 3-лопастного пропеллера при 600 об/мин в течение 10 мин с последующим добавлением 10 частей ксантановой камеди в преддисперсии поверхностно-активных веществ, приготовленной ранее. Перемешивание продолжали в течение еще 10 минут при 600-700 об/мин. Вязкость жидкости измеряли примерно через 2 ч после приготовления, а также повторно измеряли через 5 дней после приготовления. Оба результата приведены в табл. 2. Данные по вязкости показывают, что процесс гомогенизации очень надежен в контроле конечной вязкости жидкого очищающего средства. При достаточном перемешивании все жидкости имеют одинаковую вязкость после 5 дней хранения при комнатной температуре.

Примеры 4-6.

Таблица 3

	Пример 4	Пример 5	Пример 6
Na кокоамидопропил-бетаин	2,25	1,5	1,5
Na лауроилглутамат	6,75	4,5	4,5
Глицерин	60	50	50
Гуар гидроксипропил-тримоний хлорид Jaguar C17	0,1	0,1	0,1
Ксантановая камедь Keltro CG-SFT	1,0	0,8	0,8
Вазелин	-	5	-
Подсолнечное масло	-	-	5
Отдушка	1,0	1,0	1,0
Глидант Glydant plus	0,3	0,3	0,3
Деионизированная вода	До 100	До 100	До 100

pH жидкости от 5,9 до 6,2.

Композиции согласно примерам 4, 5 и 6, соответствующие настоящему изобретению, состав которых представлен в таблице 3, были приготовлены с применением ксантановой камеди в процессе предварительного диспергирования поверхностно-активного вещества, описанном в примере 3 выше. Композиция согласно примеру 4 характеризуется высоким общим содержанием поверхностно-активного вещества по сравнению с составом согласно примеру 1, а именно 9% против 6%. Композиции согласно примерам 5 и 6 содержат смягчающее масло, вазелин и подсолнечное масло, соответственно. Оба масла добавляли после добавления ксантановой камеди в предварительную дисперсию поверхностно-активного вещества и перемешивали при 700-750 об/мин в течение 10 мин. Композицию согласно примеру 5, содержащую вазелин, получали при 50°C, а композицию согласно примеру 6, содержащую подсолнечное масло, смешивали при комнатной температуре. Все образцы являются вязкими и хорошо структурированными. И вазелин, и подсолнечное масло стабильно суспендированы в жидком очищающем средстве без разделения фаз, как при высоких, так и при низких температурах хранения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Очищающая композиция для личной гигиены, содержащая:

- от 40 до 75 мас.% полиола;
- от 1 до 15 мас.% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей;
- от 0,1 до 1,5 мас.% частиц ксантановой камеди, имеющих размер 50 мкм или менее;
- от 10 до 50% воды; и
- при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП.

2. Композиция по п.1, в которой указанное поверхностно-активное вещество включает поверхностно-активное вещество, выбранное из группы, состоящей из солей N-ацильных производных дикарбоновой кислоты или солей N-ацильных производных монокарбоновой кислоты и их смесей.

3. Композиция по пп.1 или 2, в которой полиол представляет собой глицерин.

4. Способ получения композиции, содержащей:

- от 40 до 75 мас.% полиола;
- от 1 до 15 мас.% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей;
- от 0,1 до 1,5 мас.% ксантановой камеди;
- от 10 до 50% воды; и
- при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП,

причем указанный способ включает:

- добавление и смешивание всей ксантановой камеди с 5-10 частями полиола с получением однородной смеси;
- раздельное добавление и смешивание остатка полиола, поверхностно-активного вещества и воды в отдельном смесителе;
- добавление ксантановой камеди в смеси полиолов (1) к смеси (2) и гомогенизацию смеси (1) с (2) при подходящей гомогенизации так, чтобы частицы ксантана в конечной смеси имели размер 50 мкм или менее.

5. Способ по п.4, в котором частицы ксантана в конечной смеси имеют размер от 0,5 до 40 мкм.

6. Способ по п.4 или 5, в котором гомогенизацию осуществляют с помощью смесителя типа ротор-статор и проводят при скорости гомогенизации, превышающей 500 об/мин, в течение четырех минут или более.

7. Способ по любому из пп.4-6, в котором поверхностно-активное вещество из (2) включает поверхностно-активное вещество, выбранное из группы, состоящей из солей N-ацильных производных дикарбоновой кислоты или солей N-ацильных производных монкарбоновой кислоты и их смесей.

8. Способ по любому из пп.4-7, в котором полиол представляет собой глицерин.

9. Способ получения композиции, содержащей: а) от 40 до 75 мас.% полиола;

б) от 1 до 15 мас.% поверхностно-активного вещества, выбранного из группы, состоящей из анионных поверхностно-активных веществ, неионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, цвиттерионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ и их смесей;

с) от 0,1 до 1,5 мас.% ксантановой камеди;

д) от 10 до 50% воды; и

е) при этом вязкость конечной композиции, измеренная с применением шпинделя № 5 при 20 об/мин в течение 30 с, составляет от 2000 до 15000 сП,

причем указанный способ включает:

1) предварительное смешивание от 4 до 8 мас.% ксантановой камеди с 10-20 мас.% полиола;

2) добавление и смешивание смеси ксантана с полиолом к 75-90 мас.% раствору поверхностно-активного вещества с общим уровнем поверхностно-активного вещества более 15 мас.%;

3) гомогенизация преддисперсии (1) плюс (2) в условиях гомогенизации, достаточных для получения частиц ксантана размером 50 мкм или менее; и

4) добавление и смешивание предварительной дисперсии ксантановой камеди (3) в смесителе, содержащем остальные ингредиенты.

10. Способ по п.9, в котором общий уровень поверхностно-активного вещества на этапе (2) составляет более 20%.

11. Способ по п.9 или 10, в котором размер частиц ксантана на этапе (3) составляет 0,5-40 мкм или менее.

12. Способ по любому из пп.9-11, в котором смешивание на этапе (4) проводят в течение более 5 мин.

13. Способ по любому из пп.9-12, в котором гомогенизацию осуществляют с помощью смесителя типа ротор-статор при скорости гомогенизации более 500 об/мин в течение четырех минут или более.

