

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102933190 A

(43) 申请公布日 2013. 02. 13

(21) 申请号 201180028709. 7

(22) 申请日 2011. 06. 10

(30) 优先权数据

61/354, 118 2010. 06. 11 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2012. 12. 11

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2011/039907 2011. 06. 10

(87) PCT申请的公布数据

W02011/156672 EN 2011. 12. 15

(71) 申请人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄

(72) 发明人 K·S·魏 E·D·史密斯三世

S·L·曼斯菲尔德 P·H·柯尼希

W·纪 Y·苏拉德卡 D·巴格齐

S·洛古 S·D·琼斯

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 张钦

(51) Int. Cl.

A61K 8/02 (2006. 01)

A61K 8/19 (2006. 01)

A61K 8/31 (2006. 01)

A61K 8/46 (2006. 01)

A61K 8/92 (2006. 01)

A61Q 19/00 (2006. 01)

A61Q 19/10 (2006. 01)

A61K 8/06 (2006. 01)

A61K 8/39 (2006. 01)

A61K 8/41 (2006. 01)

A61K 8/44 (2006. 01)

A61K 8/81 (2006. 01)

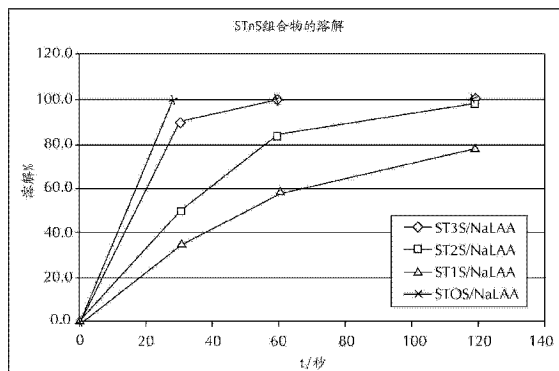
权利要求书 5 页 说明书 33 页 附图 10 页

(54) 发明名称

用于处理皮肤的组合物

(57) 摘要

本发明公开了一种个人护理组合物,所述个人护理组合物包含:至少第一相和第二相,其中所述第一相包含:a)含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含 STnS (十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠,其中 n 为每分子的乙氧基化物的平均摩尔数),其中 n 介于约 0 和约 2.5 之间;b);c)结构化体系,所述结构化体系包含:i. 任选地非离子乳化剂;ii. 任选地按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;iii. 电解质;并且所述第二相包含:a)有益相,所述有益相包含按所述个人护理组合物的重量计 1% 至约 50% 的疏水性有益剂。



1. 一种个人护理组合物,包含:至少清洁相和有益相,其中:所述清洁相包含:
    - a) 含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含按所述个人护理组合物的重量计约 5% 至约 20% 的 STnS,其中 n 介于约 0.5 和约 2.7 之间;
    - b) 下列中的至少一种:两性表面活性剂和两性离子表面活性剂;
    - c) 结构化体系,所述结构化体系包含:
      - i. 任选地非离子乳化剂;
      - ii. 任选地按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;
      - iii. 电解质;并且所述有益相包含:
    - a) 按所述个人护理组合物的重量计 0.1% 至约 50% 的有益剂;其中所述个人护理组合物任选地基本上不含 SLS;
- 其中所述个人护理组合物包含至少 70% 层状结构。
2. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述个人护理组合物包含按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 0.5% 的缔合聚合物。
  3. 如权利要求 2 所述的个人护理组合物,其中所述缔合聚合物包括聚丙烯酸酯、疏水改性的多糖、疏水改性的聚氨酯、和 / 或它们的混合物。
  4. 如权利要求 3 所述的个人护理组合物,其中所述缔合聚合物包括丙烯酸烷基酯聚合物。
  5. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂具有约 3.4 至 13.0 的 HLB。
  6. 如权利要求 5 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂具有约 3.4 至约 8.0 的 HLB。
  7. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂选自单羟基硬脂酸甘油酯、异硬脂基聚氧乙烯醚 -2、十三烷基聚氧乙烯醚 -2、十三烷基聚氧乙烯醚 -3、羟基硬脂酸、硬脂酸丙二醇酯、PEG-2 硬脂酸酯、单硬脂酸脱水山梨醇酯、月桂酸甘油酯、月桂基聚氧乙烯醚 -2、椰油酰胺单乙醇胺、月桂酰胺单乙醇胺、以及它们的混合物。
  8. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂包括下列中的至少一种:十三烷基聚氧乙烯醚 -2 和十三烷基聚氧乙烯醚 -3。
  9. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述电解质包含阴离子和阳离子,所述阴离子选自磷酸根、氯离子、硫酸根、柠檬酸根、以及它们的混合物;所述阳离子选自钠、铵、钾、镁、以及它们的混合物。
  10. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述电解质选自氯化钠、氯化铵、硫酸钠、硫酸铵、以及它们的混合物。
  11. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述个人护理组合物包含按所述个人护理组合物的重量计约 0.5 至约 5% 的电解质。
  12. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述有益相是无水的。
  13. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂选自凡士林、羊毛脂、天然蜡、合成蜡、羊毛脂、羊毛脂的衍生物、挥发性有机硅氧烷、挥发性有机硅氧烷的衍生物、非挥发性有机硅氧烷、非挥发性有机硅氧烷的衍生物、羊毛脂油、羊毛脂酯、天然甘油三酯、合

成甘油三酯、以及它们的组合。

14. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中适用于本发明的所述有益剂具有约 5 (cal/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> 至约 15 (cal/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> 的 Vaughan 溶解度参数。

15. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂选自凡士林、矿物油、以及它们的混合物。

16. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂为大豆油。

17. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述有益相基本上不含表面活性剂。

18. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中 n 介于约 1.1 和约 2.5 之间。

19. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中 n 为约 2。

20. 如权利要求 1 所述的个人护理组合物,其中所述含水结构化表面活性剂相包含约 5% 至约 10% 的 STnS。

21. 一种个人护理组合物,包含:至少清洁相和有益相,其中:所述清洁相包含:

a) 含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含按所述个人组合物的重量计约 5% 至约 13% 的 STnS,其中 n 介于约 0 和约 2.7 之间;

b) 下列中的至少一种:两性表面活性剂和两性离子表面活性剂;

c) 结构化体系,所述结构化体系包含:

i. 任选地非离子乳化剂,所述非离子乳化剂具有;

ii. 任选地按所述个人组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;

iii. 电解质;并且

所述有益相包含:

a) 按所述个人组合物的重量计 0.1% 至约 50% 的有益剂。

22. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述个人护理组合物包含按所述个人组合物的重量计约 0.05% 至约 0.5% 的缔合聚合物。

23. 如权利要求 22 所述的个人护理组合物,其中所述缔合聚合物包括聚丙烯酸酯、疏水改性的多糖、疏水改性的聚氨酯、和 / 或它们的混合物。

24. 如权利要求 23 所述的个人护理组合物,其中所述缔合聚合物包括丙烯酸烷基酯聚合物。

25. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂具有约 3.4 至 13.0 的 HLB。

26. 如权利要求 25 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂具有约 3.4 至约 8.0 的 HLB。

27. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂选自单羟基硬脂酸甘油酯、异硬脂基聚氧乙烯醚 -2、十三烷基聚氧乙烯醚 -2、十三烷基聚氧乙烯醚 -3、羟基硬脂酸、硬脂酸丙二醇酯、PEG-2 硬脂酸酯、单硬脂酸脱水山梨醇酯、月桂酸甘油酯、月桂基聚氧乙烯醚 -2、椰油酰胺单乙醇胺、月桂酰胺单乙醇胺、以及它们的混合物。

28. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂包括下列中的至少一种:十三烷基聚氧乙烯醚 -2 和十三烷基聚氧乙烯醚 -3。

29. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述电解质包含阴离子和阳离子,所述阴离子选自磷酸根、氯离子、硫酸根、柠檬酸根、以及它们的混合物;所述阳离子选自钠、

铵、钾、镁、以及它们的混合物。

30. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述电解质选自氯化钠、氯化铵、硫酸钠、硫酸铵、以及它们的混合物。

31. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述个人护理组合物包含按所述个人护理组合物的重量计约 0.5 至约 5% 的电解质。

32. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述有益相是无水的。

33. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂选自凡士林、羊毛脂、天然蜡、合成蜡、羊毛脂、羊毛脂的衍生物、挥发性有机硅氧烷、挥发性有机硅氧烷的衍生物、非挥发性有机硅氧烷、非挥发性有机硅氧烷的衍生物、羊毛脂油、羊毛脂酯、天然甘油三酯、合成甘油三酯、以及它们的组合。

34. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中适用于本发明的所述有益剂具有约 5 (cal/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> 至约 15 (cal/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> 的 Vaughan 溶解度参数。

35. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂选自凡士林、矿物油、以及它们的混合物。

36. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂为大豆油。

37. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述有益相基本上不含表面活性剂。

38. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中 n 介于约 1.1 和约 2.5 之间。

39. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中 n 为约 2。

40. 如权利要求 21 所述的个人护理组合物,其中所述含水结构化表面活性剂相包含约 5% 至约 10% 的 STnS。

41. 一种个人护理组合物,包含:至少清洁相和有益相,其中:

所述清洁相包含:

a) 含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含按所述个人护理组合物的重量计约 5% 至约 13% 的 STnS,其中 n 介于约 0 和约 2.5 之间;

b) 下列中的至少一种:两性表面活性剂和两性离子表面活性剂;

c) 结构化体系,所述结构化体系包含:

i. 任选地非离子乳化剂;

ii. 按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;

iii. 电解质;并且

所述有益相包含:

a) 有益相,所述有益相包含按所述个人护理组合物的重量计 0.1% 至约 50% 的疏水性有益剂,所述疏水性有益剂包含大豆油、单油酸甘油酯、凡士林、以及它们的组合中的至少一种;

其中所述个人护理组合物基本上不含 SLS;

其中所述个人护理组合物包含至少 70% 层状结构。

42. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述个人护理组合物包含按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 0.5% 的缔合聚合物。

43. 如权利要求 42 所述的个人护理组合物,其中所述缔合聚合物包括聚丙烯酸酯、疏水改性的多糖、疏水改性的聚氨酯、和 / 或它们的混合物。

44. 如权利要求 43 所述的个人护理组合物,其中所述缔合聚合物包括丙烯酸烷基酯聚合物。

45. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂具有约 3.4 至 13.0 的 HLB。

46. 如权利要求 45 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂具有约 3.4 至约 8.0 的 HLB。

47. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂选自单羟基硬脂酸甘油酯、异硬脂基聚氧乙烯醚 -2、十三烷基聚氧乙烯醚 -2、十三烷基聚氧乙烯醚 -3、羟基硬脂酸、硬脂酸丙二醇酯、PEG-2 硬脂酸酯、单硬脂酸脱水山梨醇酯、月桂酸甘油酯、月桂基聚氧乙烯醚 -2、椰油酰胺单乙醇胺、月桂酰胺单乙醇胺、以及它们的混合物。

48. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述非离子乳化剂包括下列中的至少一种:十三烷基聚氧乙烯醚 -2 和十三烷基聚氧乙烯醚 -3。

49. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述电解质包含阴离子和阳离子,所述阴离子选自磷酸根、氯离子、硫酸根、柠檬酸根、以及它们的混合物;所述阳离子选自钠、铵、钾、镁、以及它们的混合物。

50. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述电解质选自氯化钠、氯化铵、硫酸钠、硫酸铵、以及它们的混合物。

51. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述个人护理组合物包含按所述个人护理组合物的重量计约 0.5 至约 5% 的电解质。

52. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述有益相是无水的。

53. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂选自凡士林、羊毛脂、天然蜡、合成蜡、羊毛脂、羊毛脂的衍生物、挥发性有机硅氧烷、挥发性有机硅氧烷的衍生物、非挥发性有机硅氧烷、非挥发性有机硅氧烷的衍生物、羊毛脂油、羊毛脂酯、天然甘油三酯、合成甘油三酯、以及它们的组合。

54. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中适用于本发明的所述有益剂具有约 5 (cal/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> 至约 15 (cal/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> 的 Vaughan 溶解度参数。

55. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂选自凡士林、矿物油、以及它们的混合物。

56. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述有益剂为大豆油。

57. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述有益相基本上不含表面活性剂。

58. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中 n 介于约 1.1 和约 2.5 之间。

59. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中 n 为约 2。

60. 如权利要求 41 所述的个人护理组合物,其中所述含水结构化表面活性剂相包含约 5% 至约 10% 的 STnS。

61. 一种个人护理组合物,包含:至少清洁相和任选地有益相,其中:

所述清洁相包含:

a) 含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含按所述个人护理组合物的重量计约 5% 至约 13% 的 STnS,其中 n 介于约 0 和约 2.5 之间;

b) 下列中的至少一种:两性表面活性剂和两性离子表面活性剂;

- c) 结构化体系,所述结构化体系包含:
- i. 任选地非离子乳化剂;
  - ii. 任选地按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;
  - iii. 电解质;并且
- 所述任选的有益相包含:
- a) 按所述个人护理组合物的重量计 0.1% 至约 50% 的疏水性有益剂,所述疏水性有益剂包含大豆油、单油酸甘油酯、凡士林、以及它们的组合中的至少一种;
- 其中所述个人护理组合物基本上不含 SLS;
- 其中所述个人护理组合物包含至少 70% 层状结构。
62. 一种个人护理组合物,包含:至少清洁相和任选地有益相,其中:所述清洁相包含:
- a) 含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含按所述个人护理组合物的重量计约 5% 至约 20% 的 STnS,其中 n 介于约 0.5 和约 2.7 之间;
  - b) 下列中的至少一种:两性表面活性剂和两性离子表面活性剂;
  - c) 结构化体系,所述结构化体系包含:
- i. 任选地非离子乳化剂;
  - ii. 任选地按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;
  - iii. 电解质;并且
- 所述任选的有益相包含:
- a) 按所述个人护理组合物的重量计 0.1% 至约 50% 的有益剂;其中所述个人护理组合物任选地基本上不含 SLS;
- 其中所述个人护理组合物包含至少 70% 层状结构。

## 用于处理皮肤的组合物

### [0001] 发明背景

[0002] 清洁皮肤是千百年来一直进行的活动。随着时间的推移,皮肤清洁和皮肤清洁的相关方法涉及使用肥皂、表面活性剂等。当前,一种普遍的皮肤清洁组合物形式为液体形式,通常称为沐浴剂。沐浴剂使用者喜爱这些组合物提供的便利;然而,体验不是理想的。随着用于清洁皮肤的组合物逐步发展,与这些组合物相关的问题没有。与用于皮肤清洁的当前组合物和方法(尤其是沐浴剂组合物)相关的许多问题没有被解决,并且对当今这些产品使用者而言仍是问题。

[0003] 结构化表面活性剂组合物可商业化使用,以悬浮或稳定分散体,尤其是有益剂分散体,所述有益剂可为颗粒、域、相、乳液等。结构化组合物可制备、包装、递送至使用者,同时保持它们的物理完整性和美观性。

[0004] 有许多途径提供结构,包括表面活性剂相、凝胶网络、结晶域、物理凝胶、多种类型的聚合物结构剂和聚合物凝胶、颗粒网络等。结构化表面活性剂是提供结构的可用途径,因为表面活性剂起到向组合物提供稳定性,并且提供通常与表面活性剂相关的起泡、清洁、和缓以及其它功能的双重功用。这是有效的、高性价比的、简单的。

[0005] 表面活性剂的重要功用是表面活性剂在个人清洁组合物内全强度下提供结构的能力。然而,表面活性剂的另一功用需要在稀释后,个人护理组合物快速转变成起泡并且清洁的游离表面活性剂胶束。本领域没有认识到全强度下提供适当结构和稀释后变成胶束时提供适当结构的必要性。

[0006] 现代个人护理组合物(包括沐浴剂)使用表面活性剂如十三烷基聚氧乙烯醚-3 硫酸钠(ST3S)。虽然这些表面活性剂显示出有效的清洁功效并且享有商业成功,但是它们具有与它们使用相关的内在问题,具体地讲涉及它们提供结构化的能力,所述问题实际上通常是层叠的。通常,必须存在高含量的ST3S以适当稳定它们为其一部分的任何个人清洁组合物,因为较低的浓度造成不稳定的产品,这是消费者不可接受的。此外,高表面活性剂含量使得难以形成温和的组合物。为了改善结构,通常需要烷基硫酸盐或椰油基单乙醇酰胺来改善结构;然而这些组合物降低温和性。因此,因稳定性而具有较高浓度的个人护理组合物在皮肤上趋于是刺激的。已作出努力,向这些组合物中加入有益剂,取得多变的成功,因为需要较大量的有益剂,通常产生不稳定性。此外,由于大量的表面活性剂,许多有益剂在用于稳定的表面活性剂需求允许的容限内不易相容。最后,为弥补上述状况而作出的尝试通常产生不可接受的起泡特性。这些问题在单相以及多相组合物中是系统性的,因为包含表面活性剂的域内的表面活性剂浓度产生无法递送优异消费者体验的组合物。因此,组合物也可是过度结构化的,产生不佳的性能和泡沫生成。

[0007] 环境保护也是日益增长的问题。因此,还期望减少产品中表面活性剂的量。由于需要保持其中所含有益剂的功效,因此难以减少个人护理组合物中的表面活性剂。

[0008] 因此,需要提供优异清洁效果而不具有与过去沐浴剂相关的不利元素的个人护理组合物,所述不利元素包括高表面活性剂浓度、刺激性、稳定性问题和相容性问题。

### [0009] 发明概述

[0010] 本发明的一个方面涉及个人护理组合物,所述组合物包含:至少第一相和第二相,其中:所述第一相包含:a) 含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含按所述个人组合物的重量计约 5% 至约 20% 的 STnS,其中 n 介于约 0.5 和约 2.7 之间;b) 下列中的至少一种:两性表面活性剂和两性离子表面活性剂;c) 结构化体系,所述结构化体系包含:i. 任选地非离子乳化剂;ii. 任选地按所述个人组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;iii. 电解质;并且所述第二相包含:a) 有益相,所述有益相包含按所述个人组合物的重量计 0.1% 至约 50% 的疏水性有益剂;其中所述个人护理组合物任选地基本上不含 SLS;其中所述个人护理组合物包含至少 70% 层状结构。

[0011] 附图简述

[0012] 图 1 为 STnS 系列组合物的溶解图。

[0013] 图 2 为 STnS 系列组合物的流变特征图。

[0014] 图 3 为 STnS 系列组合物的杨氏模量图。

[0015] 图 4 为捕捉到保持 100% 层状体积下最高稀释度的图。

[0016] 图 5 为 STnS 系列组合物稀释期间的相变图。

[0017] 图 6 为具有不同辅助表面活性剂的 ST2S 组合物稀释度范围内的层状相体积图。

[0018] 图 7 为具有不同缔合聚合物的 STnS 组合物的流变特征图。

[0019] 图 8 为临床润湿有益效果图。

[0020] 图 9 为 STnS 系列组合物的 DPD 曲度图。

[0021] 图 10 为确定第三相体积的图示。

[0022] 发明详述

[0023] 虽然本说明书通过特别指出并清楚地要求保护本发明的权利要求书作出结论,但据信通过下列说明将更好地理解本发明。

[0024] 本发明的装置、设备、方法、组件和 / 或组分可包括、由或基本由本发明的组件及本文所述的其它成分组成。本文所用的“基本上由...组成”是指本发明的装置、设备、方法、组件和 / 或组分可包括附加成分,但前提条件是附加成分不会实质性改变受权利要求书保护的装置、设备、方法、组件和 / 或组分的基本特性和新颖特性。

[0025] 除非另外指明,本文所用的所有百分比和比率均按所述总组合物的重量计,并且所有的测量均在 25°C 进行。

[0026] 除非另外指明,本文所用的所有量度均为公制单位。

[0027] 除非另外指明,本文所用术语“无水的”涉及那些包含按重量计小于约 10%,更优选小于约 5%,甚至更优选小于约 3%,甚至更优选 0% 水的组合物或物质。

[0028] 本文所用术语“多相”是指包含至少两个化学上有明显区别的相的组合物(例如表面活性剂相和有益相)。此类相彼此直接物理接触,并且未被隔层分隔。在本发明的一个方面,所述个人护理组合物可为多相个人护理组合物,其中个人护理组合物相显著程度地共混或混合。在本发明的另一方面,所述个人护理组合物可为多相个人护理组合物,其中使得所述个人护理组合物相在储存它们的包装物中占据独立且完全分开的物理空间,但是彼此直接接触(即,它们未被隔层分隔,而且它们未被任何明显程度地乳化或混合)。

[0029] 术语“包装物”包括适用于个人组合物的任何容器,所述个人护理组合物显示具有约 1,500 厘泊(cP)至约 1,000,000cP 的粘度,所述容器包括但不限于瓶、倒头瓶、软管、



广口瓶、非气溶胶泵、以及它们的混合物。

[0030] 本文所用术语“个人护理组合物”是指旨在局部应用到皮肤或毛发上的组合物。本发明组合物为洗去型制剂,其中所述产品被局部施用到皮肤或毛发上,接着随后几分钟内用水将其从皮肤或毛发上漂洗下来,或换句话说讲用基质擦拭掉,同时沉积了一部分所述组合物。所述组合物也可以被用作剃刮助剂。本发明的个人护理组合物通常可从包装物中挤出或分配出。所述多相个人护理组合物通常表现出约 1,500 厘泊(cP)至约 1,000,000cP 的粘度,所述粘度通过由 Wei 等人共同拥有的提交于 2004 年 5 月 7 日的题目为“Multi-phase Personal Care Compositions”的专利申请中所述的粘度方法测量,所述专利申请以美国专利公布 2004/0223991A1 于 2004 年 11 月 11 日公布。本发明的多相个人护理组合物可为旨在局部施用于皮肤的液体、半液体、霜膏、乳液或凝胶组合物形式。本发明的个人护理组合物的实例可以包括但不限于洗发剂、调理洗发剂、沐浴剂、保湿沐浴剂、沐浴凝胶、洁肤剂、清洁乳、毛发和沐浴剂、沐浴保湿剂、宠物香波、剃刮制剂和与一次性清洁布联合使用的清洁组合物。

[0031] 除非另外指明,本文所用短语“基本上不含”是指所述组合物包含小于约 5%,优选地小于约 3%,更优选小于约 1%和最优选地小于约 0.1% 的规定成分。本文所用术语“不含”是指所述组合物包含 0% 的规定成分,所述规定成分是指还没有被加入所述组合物中的成分,然而,这些成分可能作为所述组合物的其它组分的副产物或反应产物附带地形成。

[0032] 本文所用术语“稳定”是指在经受如以下“第三相”方法中所描述的快速方案老化和第三相测量之后,所述多相个人护理组合物包含小于 10% 的“第三相”体积,更优选小于 5% 的“第三相”体积,最优选地小于 1% 的“第三相”体积。

[0033] 本文所用术语“结构化的”是指具有可赋予多相组合物以稳定性的流变特性。结构化度由一种或多种下列方法测定的特征确定:杨氏模量方法、屈服应力方法、或零剪切粘度方法或超速离心方法,所有方法均在下文测试方法中。因此,如果所述表面活性剂相具有依照杨氏模量方法、屈服应力方法或零剪切粘度方法或通过超速离心方法以下描述的一个或多个下述特性,则认为本发明的多相组合物的表面活性剂相是“结构化的”。如果表面活性剂相具有以下特性中的一个或多个,则认为该相是结构化的:

[0034] A. 至少约 100 帕斯卡-秒(Pa-s),或至少约 200Pa-s,或至少约 500Pa-s,或至少约 1,000Pa-s,或至少约 1,500Pa-s,或至少约 2,000Pa-s 的零剪切粘度;或

[0035] B. 由下文所述超速离心方法测得大于约 40%,优选至少约 45%,更优选至少约 50%,更优选至少约 55%,更优选至少约 60%,更优选至少约 65%,更优选至少约 70%,更优选至少约 75%,更优选至少约 80%,甚至更优选至少约 85%,或最优选至少约 90% 的结构域体积比率;

[0036] C. 大于约 2 帕斯卡(Pa),更优选大于约 10Pa,甚至更优选大于约 20Pa,还更优选大于约 30Pa、40Pa、50Pa、75Pa,最优选大于 100Pa 的杨氏模量。

[0037] 本文所用术语“表面活性剂组分”是指一相中所有阴离子表面活性剂、非离子表面活性剂、两性表面活性剂、两性离子表面活性剂和阳离子表面活性剂的总和。当基于表面活性剂组分计算时,把水和电解质排除在涉及表面活性剂组分的计算之外,这是因为表面活性剂在生产时典型是被稀释和中和的。

[0038] 如本文所用,术语“STnS”是指十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠,其中 n 定义为每分子的乙氧基化物平均摩尔数。十三烷基聚氧乙烯醚为 13 碳支化的乙氧基化烃,在一个实施方

案中,其包含每分子平均至少 1 个甲基支链。

[0039] 如本文所用,术语“SLS”是指月桂基硫酸钠。

[0040] 如本文所用,术语“泡沫”是指由向含水表面活性剂混合物(尤其是稀释的混合物)提供能量而产生的充气泡沫。与结构化组合物例如层状组合物相比,胶束组合物中的泡沫增加,使得稀释至胶束期间的相变通常增加泡沫。

[0041] 本文所用“倒头瓶”是指搁置在内容物中由其填充并分配的颈或口上的瓶子,但是其也可为瓶子旨在搁置或坐落在其上的末端(例如,瓶子底部)用于消费者存储和/或用于陈列在货架上(该瓶子在本文称作“倒头瓶”)。典型地,倒头瓶上的封闭件为平的或凹的,使得倒头瓶在存储时搁置在封闭件上。适宜的倒头瓶描述于提交于 2005 年 2 月 25 日授予 McCall 等人的题目为“Multi-phase Personal Care Compositions, Process for Making and Providing, and Article of Commerce”的共同未决的美国专利公开专利申请序列 11/067443 中。

[0042] 本文所用术语“视觉上不同”是指具有一种平均组成的多相个人护理组合物的区域,其不同于具有另一种不同平均组成的区域,其中所述区域是独立肉眼可见的。这将不妨碍截然不同的区域包含两个类似的相,其中一个相可能包含颜料、染料、颗粒,以及各种任选成分,因此是不同平均组合物的一个区域。相通常占据一个或多个尺寸比其所包含的胶态或亚胶态组分大的空间。相还可以是组成的或重组的、聚集的或分离成体相的,以观测其性质,如通过离心、过滤等。

[0043] 本发明的一个实施方案涉及个人护理组合物,所述组合物包含:至少第一相和第二相,其中所述第一相包含含水结构化表面活性剂相,所述含水结构化表面活性剂相包含:a) 按所述个人护理组合物的重量计约 5% 至约 20% 的 STnS,其中 n 介于约 1.2 和约 2.7 之间;b) 两性表面活性剂;c) 结构化体系,所述结构化体系包含:i. 任选地非离子乳化剂;ii. 任选地按所述个人护理组合物的重量计约 0.05% 至约 5% 的缔合聚合物;iii. 电解质;并且所述第二相包含:a) 有益相,所述有益相包含按所述个人护理组合物的重量计 1% 至约 50% 的疏水性有益剂;其中所述个人护理组合物任选地基本上不含 SLS;其中所述含水表面活性剂相包含至少 70% 结构化相,优选层状相。

[0044] 不受理论的束缚,据信由本发明个人组合物产生的令人惊奇并且意料不到的结果根除了与个人护理组合物相关的问题。具体地讲,已发现,使用其中 n 小于 3 的 STnS 能够在低浓度下增加结构。该结构能够在较低表面活性剂含量下获得改善的稳定性。表面活性剂的减少改善了有益剂在个人护理组合物中的相容性。改善的性能使得能够以更大的量使用附加的有益剂。表面活性剂的减少以及有益剂性能的增加,使得个人护理组合物具有更大的温和性。最后,改善的结构能够在较高稀释度下获得改善的泡沫,因为胶束相(其中能够形成泡沫)在较高稀释度下出现。

[0045] 清洁相

[0046] 本发明个人护理组合物的一个相为清洁相,其为表面活性剂相。清洁相包含结构域,所述结构域包含表面活性剂和任选地辅助表面活性剂。结构域优选为不透明的结构域,其优选为层状相。层状相可提供耐剪切性能,足以悬浮颗粒和小滴的屈服力,并同时提供长期稳定性,这是因为它是热力学稳定的。层状相趋于具有的粘度最大程度地降低对粘度调节剂的需要。

[0047] 本发明的表面活性剂为十三烷基聚氧乙烯醚(n)硫酸钠,下文为 STnS,其中 n 定义为乙氧基化物的平均摩尔数。在一个实施方案中,n 在大于 0 至 3,或 0.5 至 2.7,或 1.1 至 2.5,或大于 0 至 2.5,或 1.8 至 2.2,或约 2 的范围内。应当理解,材料如 ST2S 可例如包含显著量的分子,所述分子以一定分布不具有乙氧基化物,具有 1 摩尔乙氧基化物,具有 3 摩尔乙氧基化物等,所述分布可以是广阔的、狭窄的或截短的,也包含其中平均分布为约 2 的 ST2S。

[0048] 在一个实施方案中,本发明的个人护理组合物包含约 3% 至约 20% 的 STnS,或约 5% 至约 15% 的 STnS,或约 7% 至约 13% 的 STnS,或约 5% 至约 13% 的 STnS,或约 1% 至约 13% 的 STnS。

[0049] 已发现,具有少于 3 摩尔乙氧基化物的 STnS 提供令人惊奇的结构改善。图 5 通过比较包含 ST1S、ST2S 和 ST3S 的组合物,示出了这些改善。在提高的稀释度下,ST3S 自约 19% 表面活性剂含量开始,开始由层状结构转变成胶束结构。因此,超出该含量的稀释致使结构损失。至今,该结构损失迫使包装物中存在较高浓度的表面活性剂。ST2S 组合物可保持良好结构化,直至该实例中 13% 的表面活性剂稀释点,使得在非常高的稀释度下转变成更多的胶束结构。ST1S 浓度可在甚至更低的表面活性剂浓度下保持层状。

[0050] 虽然十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠已被公开并且商业化,但是具有较低乙氧基化值的十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠的用途和有益效果是未知的,原因由可商购获得产品中 ST3S 的受欢迎度以及商业可得较低乙氧基化度产品的缺乏度进一步证实。正是该未知并且令人惊奇的结果使本发明个人护理组合物能够提供多种有益效果,包括改善的稳定性、温和性、相容性和泡沫形成。

[0051] 不旨在受理论的限制,可采用耗散颗粒动力学(DPD)模拟,示出其中 n 低于 3 的 STnS 功能改善的原因。当与 STnS 相关时,表面活性剂聚集体基于表面活性剂形状以及分子之间的相互作用而形成曲面,获得为相的表面活性剂构造;并且获得由流变参数如零剪切粘度测得的相的结构化度。为测定表面活性剂曲率数值,采用 DPD,通过将表面活性剂原子分成小珠,其中小珠通常代表 3-4 个重原子,实施分子模拟。在具有约 25nm 边长的立方体单元中进行模拟。模拟盒组成中的 STnS 乙氧基化平均值(n=0 至 3)变化。在模拟过程期间,观察到表面活性剂自无规位置开始聚集成聚集体。计算 DPD 曲率,为模拟框架中所有所得对象(包括所有双分子层和胶束)的表面活性剂头基-水表面多个独立模拟的平均曲率,并且是依数性表面活性剂头基表面距平面平均偏差的相对量度。为零的 DPD 曲率是具有边缘缺陷的平坦层,其不形成多层囊泡,因此预计不表现出结构化流变性,例如高值零剪切粘度。在约 0.07 和更高的 DPD 曲率下,观察到形成细长的胶束结构。在中等 DPD 曲率下,弯曲双层可形成多层囊泡,获得高值零剪切粘度和稳定的组合物。

[0052] 如图 9 中所示,模拟结果示出由 STnS 组合物形成的双层随着 n 的下降,具有较低的表面活性剂聚集体 DPD 曲率。ST0S 组合物的 DPD 曲率过低而不形成致密的囊泡结构,而 ST3S 组合物的 DPD 曲率过高,因此与本发明的 ST2S 组合物相比,零剪切粘度没有其高。观察到,DPD 曲率介于约 0.03 和 0.045 之间的本发明组合物具有优选的结构。

[0053] 通常,STnS 与 SLS 组合以形成表面活性剂体系。在一个实施方案中,本发明的个人护理组合物包含小于约 5% 的 SLS,或小于约 4% 的 SLS,或小于约 3% 的 SLS,或小于约 2% 的 SLS,或小于约 1% 的 SLS,或介于约 0.1% SLS 和约 2% SLS 之间,或约 0% SLS。不受理论的束缚,

据信 SLS 的存在提高了个人护理组合物的刺激性,使得个人护理组合物内有益剂的至少部分温和有益效果和 / 或功效无效。

#### [0054] 辅助表面活性剂

[0055] 本发明的个人护理组合物还包含辅助表面活性剂。本发明的辅助表面活性剂包含约 0.1% 至 20%, 或约 2% 至约 10% 的个人护理组合物。本发明的辅助表面活性剂包含两性表面活性剂、两性离子表面活性剂、以及它们的混合物。在一个实施方案中,个人护理组合物包含至少一种两性表面活性剂和 / 或至少一种两性离子表面活性剂。适用于本发明的两性表面活性剂包括被统称为脂族仲胺和叔胺衍生物的那些,其中脂族基团可以是直链或支链的,并且其中一个脂肪族取代基包含约 8 个至约 18 个碳原子,并且一个脂肪族取代基包含阴离子水溶性基团,如羧基、磺酸根、硫酸根、磷酸根或膦酸根。属于该定义的化合物的实例是:3-十二烷基氨基丙酸钠、3-十二烷基氨基丙烷磺酸钠、月桂基肌氨酸钠、N-烷基牛磺酸(如依照美国专利 2,658,072 中所提出的,由十二烷基胺与羟乙基磺酸钠进行反应而制得的那些)、N-高级烷基天冬氨酸(如依照美国专利 2,438,091 中所提出的方法制得的那些),以及在美国专利 2,528,378 中所描述的那些产物。在一方面,所述多相个人护理组合物可以包含一种两性表面活性剂,其选自:N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠、N-椰油酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠、N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸二钠、N-椰油二酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸二钠,以及它们的混合物。此外,也可以使用两性醋酸盐(Amphoacetates)和二两性醋酸盐(diamphoacetates)。

[0056] 适用的两性离子表面活性剂包括被统称为脂族季铵、~~磷鎓~~和铈化合物衍生物的那些,其中脂族基团可是直链或支链的,并且其中一个脂族取代基包含约 8 个至约 18 个碳原子,并且一个脂族取代基包含阴离子基团,如羧基、磺酸根、硫酸根、磷酸根或膦酸根。适用于多相个人护理组合物中的两性离子表面活性剂包括甜菜碱,其包括椰油酰氨基丙基甜菜碱。

#### [0057] 缔合聚合物

[0058] 在一个实施方案中,缔合聚合物是交联的碱溶胀性缔合聚合物,包含酸性单体和具有疏水性端基的缔合单体,从而所述聚合物包含疏水性改性百分比和疏水性侧链,所述疏水性侧链包含具有一定长度的烷基官能团。不旨在受理论的限制,据信酸性单体有助于聚合物在酸性基团中和时在水中溶胀的能力;并且缔合单体将所述聚合物锚定于结构化表面活性剂疏水性域如层中,以向表面活性剂组合物赋予结构,并且防止聚合物在电解质的存在下塌陷以及丧失效力。交联的缔合聚合物包含疏水性改性百分比,其为单体的摩尔百分比,表示为占聚合物主链中所有单体(包括酸性和其它非酸性单体)总数的百分比。聚合物的疏水性改性百分比(下文为 %HM)可由合成期间加入的单体比率或由分析技术如质子核磁共振(NMR)来确定。烷基侧链长度可类似地测定。出于本发明的目的,包含仅 2 个或更少烷基烃(例如乙基、甲基)的单体不认为是缔合的,具有多个 2 个碳的所有侧链是缔合的。缔合烷基侧链包括例如丁基、丙基、硬脂基、硬脂基聚氧乙烯醚、鲸蜡基、月桂基、月桂基聚氧乙烯醚、辛基、二十二烷基、山嵛醇聚醚、硬脂基聚氧乙烯醚、或其它直链、支链、饱和或不饱和的烷基或烷基聚氧乙烯醚烃侧链。

[0059] 已发现,具有优选的 %HM 和优选的烷基侧链疏水性端基碳数的交联缔合聚合物向本发明结构化表面活性剂组合物,尤其是向包含少量表面活性剂的本发明组合物提供显著

的结构增强作用；并且在令人惊奇的低含量聚合物结构剂下提供所述结构。本领域提出，至多5%或甚至10%的缔合聚合物浓度获得足够量的结构，例如美国专利7,119,059(Librizzi 等人)和6,897,253 (Schmucker-Castner 等人)中的示例性组合物。发明人已发现，当优化缔合聚合物 %HM 和烷基侧链碳数时，使用仅小于3重量%缔合聚合物作为含水结构化表面活性剂相百分比，优选小于2%，更优选小于1%，并且甚至仅约0.2%的相，含水结构化表面活性剂相结构增加，如下文本发明实例中所示。

[0060] 酸性单体可包含任何酸性官能团，例如硫酸根、磺酸根、羧酸根、膦酸根、或磷酸根、或酸性基团的混合物。在一个实施方案中，酸性单体包括羧酸盐，作为另外一种选择，所述酸性单体为丙烯酸盐，包括丙烯酸和/或甲基丙烯酸。酸性单体具有可聚合结构，例如乙烯基官能团。酸性单体的混合物例如丙烯酸和甲基丙烯酸单体混合物是可用的。

[0061] 缔合单体包含连接的疏水性端基和可聚合组分例如乙烯基。疏水性端基可由不同途径连接至可聚合组分，从而连接至聚合物链，但是优选经由醚或酯或酰胺官能团连接，如丙烯酸烷基酯或链烷酸乙烯酯单体。疏水性端基也可经由例如烷氧基配体如烷基醚而与链分离。在一个实施方案中，缔合单体为烷基酯或(甲基)丙烯酸烷基酯，其中(甲基)丙烯酸酯应理解是指甲基丙烯酸酯或丙烯酸酯或二者的混合物。

[0062] 在一个实施方案中，缔合聚合物的疏水性端基与所述组合物的水相不相容，并且与本发明的起泡表面活性剂疏水组分缔合。不旨在受理论的限制，据信结构化聚合物疏水性端基较长的烷基链，增加了与水相的不相容性，增强了结构，而碳数与起泡表面活性剂疏水基(例如12个至14个碳)或多个疏水基(例如就双层而言)相似的较短烷基链也是有效的，因此由总分子自身溶解度限制的平衡这些相反需求的一定范围优选材料是理想的。就本发明而言，具有短烷基侧链例如小于6碳的聚合物是无效的。本发明人已发现，疏水性端基碳数与表示为聚合物主链百分比的最佳疏水性单体百分比组合的理想范围，在低含量聚合物结构剂下向起泡结构化表面活性剂组合物提供增强的结构。

[0063] 优选的缔合聚合物包含具有约0.7%疏水性改性的约C16(鲸蜡基)烷基疏水性侧链，但是疏水性改性百分比可高达在表面活性剂组合物中的水溶解度界限，例如高达2%或5%或10%。示例性的优选缔合聚合物为由Sumitomo Seika(Japan)制造的Aquepec SER-300，其为丙烯酸酯/丙烯酸C10-30烷基酯交联聚合物，并且具有硬脂基侧链和小于约1%的HM。其它优选的缔合聚合物包含硬脂基、辛基、癸基和月桂基侧链。优选的缔合聚合物为具有约C18(硬脂基)侧链和约0.4%HM的Aquepec SER-150(丙烯酸酯/丙烯酸C10-30烷基酯交联聚合物)，和具有约C8(辛基)侧链和约3.5%HM的Aquepec HV-701EDR。另一种优选的聚合物为由3V Sigma S.p.A.生产的Stabylen 30，其具有支化的异癸酸酯疏水性缔合侧链。重要的是，发明人已发现，不是所有的交联缔合聚合物均是有效的，并且许多对结构是不利的。具有少于7碳的疏水性侧链并且%HM大于约25%或约50%的缔合聚合物是非优选的。例如，如下文实例所示，具有平均4.5碳烷基侧链和大于50%HM的Carbopol Aqua SF-1(交联丙烯酸酯共聚物)对结构是不利的。

#### [0064] 沉积聚合物

[0065] 本发明的个人护理组合物还可在一相或多相中包含有机阳离子沉积聚合物，作为本文所述有益剂的沉积助剂。用于本发明组合物中的合适的阳离子沉积聚合物包含阳离子含氮部分，如季铵部分。可用于所述个人清洁组合物中的阳离子沉积聚合物的非限制性

实例包括多糖聚合物,诸如阳离子纤维素衍生物。优选的阳离子纤维素聚合物为羟乙基纤维素与三甲基铵取代的环氧化物反应生成的盐,在工业界(CTFA)被称为聚季铵盐 10,其以它们的聚合物 KG、JR 和 LR 聚合物系列得自 Amerchol Corp. (Edison, N. J., USA),最优选 KG-30M。其它合适的阳离子沉积聚合物包括阳离子瓜耳胶衍生物,如瓜耳羟丙基三甲基氯化铵,其具体的实例包括市售于 Rhodia Inc. 的 Jaguar 系列(优选 Jaguar C-17)和市售于 Aqualon 的 N-Hance 聚合物系列。

[0066] 在一个实施方案中,本发明的沉积聚合物具有约 0.8meq/g 至约 2.0meq/g,或约 1.0meq/g 至约 1.5meq/g 的阳离子电荷密度。

[0067] 水

[0068] 本发明的表面活性剂相还包含水。在一个实施方案中,个人护理组合物中的表面活性剂相包含约 10 重量%至约 90 重量%,或约 40 重量%至约 85 重量%,或约 60 重量%至约 80 重量%的水。

[0069] 有益相

[0070] 本发明的个人护理组合物包含有益相。本发明中的有益相优选为疏水性的或基本上无水的,并且可基本上不含水。有益相可基本上不含或不含表面活性剂。

[0071] 所述有益相通常包含有益剂。有益剂包括水不溶性或疏水性有益剂。有益相可包含按所述个人护理组合物的重量计约 0.1%至约 50%,优选约 1%至约 30%,更优选约 5%至约 30%的有益剂。

[0072] 用于组合物有益相中的疏水性皮肤有益剂具有约 5 至约 15,优选约 5 至小于 10 的 Vaughan 溶解度参数(VSP)。这些溶解度参数在制剂领域中是熟知的,并且由 Vaughan 在 1988 年 10 月的“Cosmetics and Toiletries”第 103 卷,第 47 至 69 页中详细说明。

[0073] 适用作本文疏水性皮肤有益剂的非限制性实例甘油酯包括蓖麻油、大豆油、衍生的大豆油如马来酸大豆油、红花油、棉籽油、玉米油、胡桃油、花生油、橄榄油、鳕鱼肝油、杏仁油、鳄梨油、棕榈油和芝麻油、植物油、向日葵籽油和植物油衍生物;椰子油和衍生的椰子油、棉籽油和衍生的棉籽油、霍霍巴油、可可油、以及它们的组合。

[0074] 适用作本文疏水性皮肤有益剂的乙酸甘油酯的非限制性实例包括乙酰化单酸甘油酯。

[0075] 适用作本文疏水性皮肤有益剂的烷基酯的非限制性实例包括脂肪酸异丙酯和长链(即 C10-C24)脂肪酸的长链酯例如蓖麻油酸鲸蜡酯,其非限制性实例包括棕榈酸异丙酯、肉豆蔻酸异丙酯、蓖麻油酸鲸蜡酯和蓖麻油酸十八烷基酯。其它实例为:月桂酸己酯、月桂酸异己酯、肉豆蔻酸十四烷基酯、棕榈酸异己酯、油酸癸酯、油酸异癸酯、硬脂酸十六烷基酯、硬脂酸癸酯、异硬脂酸异丙酯、己二酸二异丙酯、己二酸二异己酯、己二酸二己基癸基酯、癸二酸二异丙酯、酰基异壬酸酯、乳酸月桂酯、乳酸十四烷基酯、乳酸鲸蜡酯、以及它们的组合。

[0076] 适用作本文疏水性皮肤有益剂的烯基酯的非限制性实例包括肉豆蔻酸油基酯、硬脂酸油基酯、油酸油基酯、以及它们的组合。

[0077] 适用作本文疏水性皮肤有益剂的脂肪酸聚甘油酯的非限制性实例包括二硬脂酸十甘油酯、二异硬脂酸十甘油酯、一肉豆蔻酸十甘油酯、一月桂酸十甘油酯、一油酸六甘油酯、单油酸甘油酯、单油酸甘油酯、以及它们的组合。

[0078] 适用作本文疏水性皮肤有益剂的羊毛脂和羊毛脂的衍生物的非限制性实例包括

羊毛脂、羊毛脂油、羊毛脂蜡、羊毛脂醇、羊毛脂脂肪酸、羊毛脂酸异丙酯、乙酰化羊毛脂、乙酰化羊毛脂醇、亚油酸羊毛脂醇酯、蓖麻油酸羊毛脂醇酯、以及它们的组合。

[0079] 适用作本文疏水性皮肤有益剂的硅油的非限制性实例包括聚二甲基硅氧烷共聚多元醇、二甲基聚硅氧烷、二乙基聚硅氧烷、混合的 C1-C30 烷基聚硅氧烷、苯基聚二甲基硅氧烷、聚二甲基硅氧烷醇、以及它们的组合。优选的是非挥发性硅氧烷，其选自聚二甲基硅氧烷、聚二甲基硅氧烷醇、混合的 C1-C30 烷基聚硅氧烷、以及它们的组合。可用于本文的硅氧烷油的非限制性实例描述于美国专利 5,011,681 (Ciotti 等人) 中。

[0080] 其它适宜的疏水性皮肤有益剂还包括牛奶甘油三酯(如羟基化牛奶甘油酯)和多元醇脂肪酸聚酯。

[0081] 其它适宜的疏水性皮肤有益剂还包括蜡酯，其非限制性实例包括蜂蜡和蜂蜡衍生物、鲸蜡、肉豆蔻酸十四烷基酯、硬脂酸十八烷基酯、以及它们的组合。还可用的是植物蜡如巴西棕榈蜡和小烛树蜡；甾醇如胆固醇、胆固醇脂肪酸酯；和磷脂如卵磷脂和衍生物、鞘脂、神经酰胺、糖鞘脂、以及它们的组合。还适宜的有益剂包括单油酸甘油酯。

#### [0082] 皮肤活性物质和固体颗粒

[0083] 所述组合物可任选包含下列皮肤有益成分，以增强这些有益材料在皮肤上的递送。

#### [0084] A) 脱屑活性物质

[0085] 脱屑活性物质能增强本发明皮肤外观有益效果。例如，脱屑活性物质趋于改善皮肤肌理(例如，光滑性)。适用于本文的一种脱屑体系包含巯基化合物和两性离子表面活性剂并且描述于授予 Bissett 的美国专利 5,681,852 中。脱屑活性物质的优选浓度按所述个人清洁组合物的重量计在约 0.1% 至约 10%，更优选约 0.2% 至约 5%，甚至更优选约 0.5% 至约 4% 的范围内。

[0086] 适用于本文的另一种脱屑体系包含水杨酸和两性离子表面活性剂并且描述于授予 Bissett 的美国专利 5,652,228 中。两性离子离子表面活性剂，如描述在这些申请中的，也可用作本文脱屑剂，而鲸蜡基甜菜碱是尤其优选的。

#### [0087] B) 抗皱纹活性物质 / 抗萎缩活性物质

[0088] 抗皱纹活性物质或抗萎缩活性物质包括含硫 D 和 L 氨基酸以及它们的衍生物和盐，尤其是 N- 乙烯基衍生物。其优选的实例为 N- 乙酰基 -L- 半胱氨酸；硫醇例如乙硫醇；羧基酸(例如， $\alpha$ - 羧基酸如乳酸和乙醇酸，或  $\beta$ - 羧基酸如水杨酸和水杨酸衍生物如辛酰基衍生物)、植酸、硫辛酸；溶血磷脂酸和皮肤剥落剂(例如苯酚等等)。

[0089] 作为本文皮肤活性剂的羧基酸包括水杨酸和水杨酸衍生物，抗皱纹 / 抗萎缩活性物质的优选浓度按所述个人清洁组合物的重量计在约 0.01% 至约 50%，更优选约 0.1% 至约 10%，甚至更优选约 0.5% 至约 2% 的范围内。

[0090] 可用于本文适宜的抗皱纹活性物质的其它非限制性实例描述于授予 Oblong 等人的美国专利 6,217,888 中。

#### [0091] C) 抗氧化剂 / 自由基清除剂

[0092] 可用于本文的抗氧化剂或自由基清除剂的非限制性实例包括抗坏血酸及其盐、脂肪酸抗坏血酸酯、抗坏血酸衍生物(例如抗坏血酸磷酸镁、抗坏血酸磷酸钠、抗坏血酸山梨酸酯)、生育酚、乙酸生育酚酯、其它生育酚酯、丁基化羟基苯甲酸以及它们的盐、6- 羟

基-2, 5, 7, 8-四甲基苯并二氢吡喃-2-甲酸(以商品名Trolox<sup>®</sup>市售)、没食子酸及其烷基酯(尤其是没食子酸丙酯)、尿酸及其盐和烷基酯、山梨酸及其盐、硫辛酸、胺(例如, N, N-二乙基羟基胺、氨基胍)、巯基化合物(例如谷胱甘肽)、二羟基富马酸及其盐、氧哺氨酸甜菜碱、精氨酸氧哺氨酸、去甲二氢愈创木酸、生物类黄酮、姜黄素、赖氨酸、蛋氨酸、脯氨酸、过氧化物歧化酶、水飞蓟素、茶叶提取物、葡萄皮/籽提取物、黑素和迷迭香提取物。优选的浓度按所述个人清洁组合物的重量计在约 0.1% 至约 10%, 更优选约 1% 至约 5% 范围内。

#### [0093] D) 螯合剂

[0094] 术语“螯合试剂”或“螯合剂”是指通过形成配合物从体系中除去金属离子, 使得金属离子不易参与或催化化学反应的那些皮肤活性剂。

[0095] 用于本文的作为皮肤活性剂的螯合剂的浓度含量按所述个人清洁组合物的重量计优选在约 0.1% 至约 10%, 更优选约 1% 至约 5% 范围内。适宜螯合剂的非限制性实例描述于 1/30/96 公布的授予 Bissett 等人的美国专利 5, 487, 884 ; 10/31/95 公布的 Bush 等人的国际公布 91/16035 ; 和 10/31/95 公布的 Bush 等人的国际公布 91/16034 中。

[0096] 用于本发明组合物中的优选的螯合剂包括 EDTA 二钠及其衍生物。

#### [0097] E) 抗蜂窝炎剂

[0098] 抗蜂窝炎剂的非限制性实例包括黄嘌呤化合物如咖啡因、茶碱、可可碱、氨茶碱、以及它们的组合。抗蜂窝炎剂的浓度含量按所述个人清洁组合物的重量计优选在约 0.1% 至约 10%, 更优选约 1% 至约 5% 范围内。

#### [0099] F) 美黑活性物质

[0100] 上述鞣剂的非限制性实例包括二羟基丙酮, 其也被称作为 DHA 或 1, 3-二羟基-2-丙酮。美黑活性物质的浓度含量按所述个人清洁组合物的重量计优选在约 0.1% 至约 10%, 更优选约 1% 至约 5% 范围内。

#### [0101] G) 亮肤剂

[0102] 适用于本文的亮肤剂非限制性实例包括曲酸、熊果苷、抗坏血酸及其衍生物(例如抗坏血酸磷酸镁或抗坏血酸磷酸钠)和提取物(例如, 桑树提取物、胎盘提取物)。适用于本文亮肤剂的非限制性实例还包括描述于 WO 95/34280、WO 95/07432 和 WO 95/23780 中的那些。亮肤剂的浓度含量按所述个人清洁组合物的重量计优选在约 0.1% 至约 10%, 更优选约 1% 至约 5% 范围内。

#### [0103] H) 皮肤抚慰和皮肤愈合活性物质

[0104] 适用于本文皮肤抚慰或皮肤愈合活性物质的非限制性实例包括泛酸衍生物(例如, 泛醇、右旋泛醇、乙基泛醇)、芦荟、尿囊素、红没药醇和甘草酸二钾盐。皮肤抚慰和皮肤愈合活性物质的浓度含量按所述个人清洁组合物的重量计优选在约 0.1% 至约 10%, 更优选约 1% 至约 5% 范围内。

#### [0105] I) 抗微生物活性物质

[0106] 用于本文的抗微生物活性物质的非限制性实例包括  $\beta$ -内酰胺药剂、喹诺酮药剂、环丙沙星、诺氟沙星、四环素、红霉素、阿米卡星、2, 4, 4'-三氯-2'-羟基二苯基醚、3, 4, 4'-三氯二苯基脲、苯氧基乙醇、苯氧基丙醇、苯氧基异丙醇、强力霉素、卷曲霉素、氯己定、氯四环素、氧四环素、克林霉素、乙胺丁醇、去氧苯比妥羟乙基磺酸盐、甲硝唑、喷他脞、庆大霉素、卡那霉素、林那霉素、甲烯土霉素、乌洛托品、二甲胺四环素、新霉素、奈替米星、



巴龙霉素、链霉素、妥布霉素、咪康唑、四环素盐酸盐、红霉素、红霉素锌、依托红霉素、硬脂酸红霉素、阿米卡星硫酸盐、强力霉素盐酸盐、卷曲霉素硫酸盐、葡糖酸氯己定、氯己定盐酸盐、氯四环素盐酸盐、土霉素盐酸盐、克林霉素盐酸盐、乙胺丁醇盐酸盐、甲硝唑盐酸盐、喷他脒盐酸盐、庆大霉素硫酸盐、卡那霉素硫酸盐、林那霉素盐酸盐、甲烯土霉素盐酸盐、乌洛托品马尿酸盐、乌洛托品扁桃酸盐、二甲胺四环素盐酸盐、新霉素硫酸盐、奈替米星硫酸盐、巴龙霉素硫酸盐、硫酸链霉素、妥布霉素硫酸盐、咪康唑盐酸盐、酮康唑、金刚烷胺盐酸盐、金刚烷胺硫酸盐、羟甲辛吡酮、对氯间二甲苯酚、制霉菌素、托萘酯、吡啶硫酮锌(其也可为混合的锌盐如碳酸锌)、克霉唑、以及它们的组合。

[0107] 抗微生物剂的浓度含量按所述个人清洁组合物的重量计优选在约 0.1% 至约 10%，更优选约 1% 至约 5% 范围内。

#### [0108] J) 防晒活性物质

[0109] 用于本文的有机或无机防晒活性物质的非限制性实例描述于下文中。在无机防晒剂中,可用于本文的是金属氧化物,如具有约 15nm 至约 100nm 平均原生粒度的二氧化钛,具有约 15nm 至约 150nm 平均原生粒度的氧化锌,具有约 15nm 至约 150nm 平均原生粒度的氧化锆,具有约 15nm 至约 500nm 平均原生粒度的氧化铁、以及它们的混合物。

[0110] 可用于组合物中的防晒活性物质的浓度按所述组合物重量计优选在约 0.1% 至约 20%,更典型地约 0.5% 至约 10% 范围内。上述防晒活性物质的确切量将根据防晒剂或选择的防晒剂和所需的防晒因子(SPF)而改变。

[0111] 多种常规有机防晒活性物质也适用于本文,其非限制性实例包括对氨基苯甲酸、其盐及其衍生物(乙基酯、异丁基酯、甘油酯;对二甲氨基苯甲酸);邻氨基苯甲酸酯(即邻氨基苯甲酸酯;甲酯、薄荷基酯、苯基酯、苄基酯、苯乙基酯、里哪基酯、萘品基酯和环己烯基酯);水杨酸酯(戊基酯、苯基酯、辛基酯、苄基酯、薄荷基酯、甘油基酯、和双丙二醇酯);肉桂酸衍生物(薄荷基酯和苄基酯、 $\alpha$ -苄基肉桂腈;肉桂酰丙酮酸丁酯);二羟基肉桂酸衍生物(伞形酮、甲基伞形酮、甲基乙酰伞形酮);三羟基肉桂酸衍生物(七叶亭、甲基七叶亭、香豆素和葡萄糖苷、马栗树皮苷和瑞香苷);烃(二苯基丁二烯、二苯乙烯);二亚苄基丙酮和亚苄基乙酰苯;萘酚磺酸盐(2-萘酚-3,6-二磺酸的钠盐和 2-萘酚-6,8-二磺酸的钠盐);二羟基萘酸及其盐;邻和对羟基联苯二磺酸盐;香豆素衍生物(7-羟基、7-甲基、3-苯基);二唑(2-乙酰基-3-溴代吡唑、苯基苯并噁唑、甲基萘并噁唑、各种芳基苯并噁唑);奎宁盐(硫酸氢盐、硫酸盐、氯化物、油酸盐和鞣酸盐);喹啉衍生物(8-羟基喹啉盐、2-苯基喹啉);羟基-或甲氧基-取代的二苯甲酮;尿酸和紫尿酸;鞣酸及其衍生物(例如六乙基醚);(丁基卡必醇)(6-丙基胡椒基)醚;对苯二酚;二苯甲酮(羟苯、磺异苯酮、二羟苯宗、苯并间苯二酚、2,2',4,4'-四羟基二苯甲酮、2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮、奥他苯酮);4-异丙基二苯甲酰基甲烷;丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷;氰基二苯基丙烯酸乙酯;氰双苯丙烯酸辛酯;[3-(4'-甲基亚苄基苄烷-2-酮)、对苯二亚甲基二樟脑酮磺酸和 4-异丙基二苯甲酰基甲烷。在这些防晒剂中,优选对甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯(可以商品名 PARSOL MCX 商购获得)、4,4'-叔丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷(可以商品名 PARSOL 1789 商购获得)、2-羟基-4-甲氧基二苯酮、辛基二甲基对氨基苯甲酸、二倍酰三油酸酯、2,2-二羟基-4-甲氧基二苯酮、4-(二(羟丙基))氨基苯甲酸乙酯、2-氰基-3,3-二苯基丙烯酸-2-乙基己酯、水杨酸-2-乙基己酯、对氨基苯甲酸甘油酯、3,3,5-三甲基环己基水杨酸酯、氨基酸甲酯、

对二甲基氨基苯甲酸或氨基苯甲酸酯、对二甲基氨基苯甲酸-2-乙基己酯、2-苯基苯并咪唑-5-磺酸、2-(对二甲基氨基苯基)-5-磺酸苯并咪唑酸、氰双苯丙烯酸辛酯、以及它们的组合。

#### [0112] K) 固体颗粒

[0113] 本发明的组合物可包含固体颗粒。固体颗粒的非限制性实例包括：干涉颜料、多层颜料、金属颗粒、固体和液晶、或它们的组合。

[0114] 干涉颜料是具有珍珠光泽的颜料，可通过用薄膜包涂颗粒基质材料的表面制得。颗粒基质材料通常为小片状。薄膜是具有高折射率的透明或半透明材料。高折射率材料显示具有珠光色，这是由从小片状基质/涂层界面反射的入射光和从涂层表面反射的入射光之间的相互干涉作用产生的。多相个人护理组合物的干涉颜料的含量优选不超过组合物的约 20% 重量，更优选为不超过约 10% 重量，甚至更优选为不超过约 7% 重量，还更优选为不超过所述多相个人护理组合物的约 5% 重量。多相个人护理组合物中的干涉颜料在所述多相个人护理组合物中的含量按所述组合物的重量计优选为至少约 0.1 重量%，更优选至少约 0.2 重量%，甚至更优选至少约 0.5 重量%，并且还更优选至少约 1 重量%。当如 2003 年 5 月 8 日提交的共同未决的申请序列 60/469,075 中所述的颜料沉积胶带剥条方法所述，施用颜料然后冲洗时，皮肤上沉积的颜料优选为至少  $0.5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ，更优选至少  $1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ，并且甚至更优选至少  $5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。

[0115] 在本发明的一个实施方案中，干涉颜料表面为疏水的或已被疏水改性的。采用 2003 年 5 月 8 日提交的共同未决的申请序列 60/469,075 中所述的颗粒接触角测试，测定干涉颜料的接触角。接触角越大，干涉颜料的疏水性越大。本发明的干涉颜料具有的接触角为至少 60 度，更优选为大于 80 度，甚至更优选为大于 100 度，还更优选为大于 100 度。疏水改性的干涉颜料或 HMIP 能够允许将 HMIP 夹在相内，并且能够使 HMIP 更多的沉积。HMIP 与相的比率优选为 1:1 至约 1:70，更优选 1:2 至约 1:50，还更优选 1:3 至约 1:40，并且最优选 1:7 至约 1:35。

[0116] 在本发明的一个实施方案中，优选在有益相中夹带 HMIP。这需要有益相的粒度通常大于 HMIP。在本发明的一个优选的实施方案中，有益相颗粒在每份有益颗粒中仅包含少量的 HMIP。这优选为小于 20%，更优选为小于 10%，最优选为小于 5%。这些参数，有益小滴与 HMIP 的相对大小以及每份有益颗粒所含的 HMIP 颗粒近似数，可通过使用借助光学显微镜的目视检测来测定。

[0117] 可通过预混物或分别地，将 HMIP 和有益相混合到所述组合物中。在分别加入的情况下，在制剂的加工过程期间将疏水性颜料分配到有益相中。按所述总颗粒重量计，本发明 HMIP 的疏水性涂层含量优选为不超过约 20% 重量，更优选为不超过约 15% 重量，甚至更优选为不超过约 10% 重量。按所述总颗粒重量计，本发明 HMIP 具有的疏水性涂层含量优选为至少约 0.1% 重量，更优选为至少约 0.5% 重量，甚至更优选为至少约 1% 重量。可用于本文的疏水性表面处理的非限制性实例包括硅氧烷、丙烯酸酯硅氧烷共聚物、丙烯酸酯聚合物、烷基硅烷、三异硬脂酸钛异丙酯、硬脂酸钠、肉豆蔻酸镁、全氟醇磷酸酯、全氟聚甲基异丙基醚、卵磷脂、卡洛巴蜡、聚乙烯、脱乙酰壳多糖、月桂酰赖氨酸、植物类脂提取物、以及它们的混合物，优选硅氧烷、硅烷和硬脂酸酯。表面处理机构包括 US Cosmetics、KOB0 Products Inc. 和 Cardre Inc.。

### [0118] 任选成分

[0119] 虽然出于本发明的目的并不是必须的,但是下文示出的除了前面公开的任选物质以外的材料非限制性列表也适用于个人护理组合物,并且在某些实施方案中适于掺入以例如辅助或增强清洁性能,处理皮肤,或改善个人护理组合物的美观性,与香料、着色剂、染料等的情况一样。用于本文产品的任选物质被按照它们的美容和/或治疗有益效果或它们的假定作用方式或功能归类 and 描述。然而应当理解,在某些情况下,可用于本文的活性物质和其它物质可以提供一种以上的美容和/或处理有益效果或功能,或通过一种以上的作用模式起作用。因此,本文的分类只是为了方便起见,而非旨在将成分限制在所列的特别指出的一个应用或几个应用中。这些任选材料的确切性质和它们加入的含量将取决于所述组合物的物理形式和为使用它进行清洁操作的性质。通常以占个人护理组合物小于约 6%,小于约 5%,小于约 4%,小于约 3%,小于约 2%,小于约 1%,小于约 0.5%,小于约 0.25%,小于约 0.1%,小于约 0.01%,小于约 0.005%,来配制任选材料。

[0120] 为进一步改善应力条件(如高温和振动)下的稳定性,优选调节单独相的密度使得它们基本等同。为了达到这一点,低密度微球体可以被加入所述个人护理组合物的一种或多种相中,优选所述结构化的表面活性剂相。包含低密度微球体的个人护理组合物描述于 Focht 等人 2003 年 10 月 31 日提交的 2004 年 5 月 13 日以美国专利公布 2004/0092415A1 公布的题目为“Striped Liquid Personal Cleansing Compositions Containing A Cleansing Phase and A Separate Phase with Improved Stability”的专利申请中。

[0121] 可用于本发明个人护理组合物中的其它非限制性任选成分可包括任选有益组分,其选自增稠剂、防腐剂、抗微生物剂、芳香剂、螯合剂(例如描述于授予 Bisset 等人的美国专利 5,487,884)、多价螯合剂、维生素(例如视黄醇)、维生素衍生物(例如维生素 E 醋酸酯、烟酰胺、泛醇)、防晒剂、脱屑活性物质(例如描述于授予 Bisset 的美国专利 5,681,852 和 5,652,228 中的)、抗皱纹/抗萎缩活性物质(例如 N-乙酰基衍生物、硫醇、羧基酸、苯酚)、抗氧化剂(例如抗坏血酸衍生物、维生素 E) 皮肤抚慰剂/皮肤愈合剂(例如泛酸衍生物、芦荟、尿囊素)、亮肤剂(例如曲酸、熊果苷、抗坏血酸衍生物) 皮肤鞣剂(例如二羟基丙酮)、抗痤疮药物、精油、感觉剂、颜料、着色剂、珠光剂、干涉颜料(如授予 Liang Sheng Tsaur 的美国专利 6,395,691、授予 Aronson 等人的美国专利 6,645,511、授予 Zhang 等人的美国专利 6,759,376、授予 Zhang 等人的美国专利 6,780,826 中所公开的那些)、颗粒(例如滑石、高岭土、云母、绿土粘土、纤维素粉末、聚硅氧烷、二氧化硅、碳酸盐、二氧化钛、聚乙烯小珠)、疏水改性的非片状颗粒(例如疏水改性的二氧化钛和 Taylor 等人于 2005 年 2 月 15 日提交的 2006 年 8 月 17 日以公布 2006/0182699A 公布的题目为“Personal Care Compositions Containing Hydrophobically Modified Non-platelet particle”的共同持有的专利申请中所述的其它材料)、以及它们的混合物。在一个方面,所述多相个人护理组合物可以包含按所述多相个人护理组合物的重量计约 0.1% 至约 4% 的疏水改性的二氧化钛。其它任选成分最典型地为那些被认可用于化妆品中并描述于“CTFA Cosmetic Ingredient Handbook”第二版(The Cosmetic, Toiletries, and Fragrance Association, Inc. 1988, 1992)中的物质。

### [0122] 测试方法

[0123] 本发明采用许多测试方法测定结构的各种指标。这些测试的方法和相关实例示于

下文中。

#### [0124] 零剪切粘度和杨氏模量方法

[0125] 可在混合于组合物中之前,制备组合物之后,或首先经由适宜的物理分离方法如离心、移液、机械切除、冲洗、过滤、或其它分离方法从组合物中分离相或组分,测定为本发明组合物的相或组分的材料的零剪切粘度。

[0126] 使用可调节应力的流变仪如 TA Instruments AR2000 流变仪来测定零剪切粘度。在 25°C 下用 4cm 直径的平行板测量系统和 1mm 间隙进行测定。所述几何体系具有  $79580\text{m}^{-3}$  的剪切应力因子,以将所获得的扭矩转换成应力。锯齿形板可以被用于当发生滑动时得到一致的结果。

[0127] 首先将材料放置在流变仪底板上,将测量几何体(上板)移至底板上方 1.1mm 位置处。固定几何体后,通过刮削,除去几何体边缘处的多余材料。然后将几何体移至底板上方 1mm 目标位置处,并且允许约 2 分钟的停顿以使载荷应力松弛。该荷载过程确保在测量开始时没有荷载可影响所得结果的切向应力。如果材料包含数均直径大于约 150 微米的通过肉眼或感觉可辨别的颗粒(例如小珠),则将底板和上板之间的间隙设置增至 4mm 或 95% 体积颗粒直径的 8 倍中较小的距离。如果相含有在任何尺寸上大于 5mm 的任何颗粒,则在测定组分之前去除颗粒。

[0128] 通过在 4 分钟的时间间隔内施加 0.1Pa 至 1,000Pa 的连续剪切应力渐变,使用对数级数,即测量点以对数标度均匀间隔,来进行测定。每增加十倍应力收集三十(30)个测量点。如果测量结果不完善,例如如果观察到材料从间隙中流出,则对所获得的结果进行评价,排除不完善的数据点。如果没有足够的点获得准确的测量,则增加取样点数重复测量。

[0129] 通过将应力(Pa)对应变(无量纲)绘图,并且获得通常出现在低于约 4% 应变区域内的应力对应变之间最初线性区域的回归线斜率,获得杨氏模量(Pa)。如果关系非线性,则使用无量纲应变,取低于 2% 应变的线性回归线斜率作为杨氏模量(Pa)。

[0130] 通过对所获得的介于且包括 0.1Pa 至粘度开始陡降点之间的粘度数据,以帕斯卡-秒(Pa-sec)为单位取第一中值粘度,获得零剪切粘度。在获得第一中值粘度后,排除比第一中值 5 倍大和比第一中值 0.2 倍小的所有粘度值,对排除指定数据点的相同粘度数据,取第二中值粘度值。如此获得的第二中值粘度是零剪切粘度。

[0131] 本发明的组合物具有至少约 100Pa-s,或至少约 300Pa-s,或至少约 500Pa-s,或至少约 1000Pa-s,或至少约 1500Pa-s,或至少约 2000Pa-s 的零剪切粘度。

[0132] 本发明的组合物具有至少约 2Pa,或至少约 5Pa,或至少约 10Pa,或至少约 20Pa,或至少约 30Pa,或至少约 40Pa,或至少约 50Pa,或至少约 75Pa 的杨氏模量。

#### [0133] 超速离心方法

[0134] 超速离心方法是用于测定组合物或组合物子集中结构量的物理方法。所述方法还用于测定稀释时结构化表面活性剂组合物溶解的速率,以向表面附近的清洁环境给予有效量的表面活性剂。

[0135] 通过超速离心机将组合物分离成单独但可分辨的层。本发明的多相个人护理组合物可具有多个可分辨的层(例如结构化表面活性剂层和有益层)。

[0136] 首先,将约 4 克组合物分散于 Beckman 离心管(11×60mm)中以填充所述管。接着,使用 90% 的组合物和 10% 的去离子水,采用适当的搅拌器,将组合物稀释至 10% 稀释度,并

且将相同量的组合物分散于配对的离心管中。使用 40% 组合物和 60% 去离子水,以相同的方式继续稀释组合物并且填充管,直至获得 60% 的组合物稀释度。将离心管放入超速离心机(Beckman L8-M型或等同物)中,使用悬式转子,并且采用下列条件超速离心:50,000rpm,2 小时和 40°C。

[0137] 通过使用电子数显卡尺(精确至 0.01mm)测量每层高度,测定组合物相的相对相体积。本领域的技术人员通过物理观察技术与化学鉴定(如果需要的话)相结合,对层进行识别。例如,就本发明而言,通过透射电子显微镜法(TEM)、偏振光显微镜法和/或 X 射线衍射法,结构化表面活性剂层识别为包含多层囊泡的结构化层状相,而疏水性有益相由其低含水量来识别(由 Karl Fischer 滴定法测得小于 10% 的水)。测量总高度  $H_a$ ,其包括超速离心管中的所有材料。接着自离心管底部至层顶部测量每层高度,并且代数相减测得每层跨度。如果有益相具有多于一种的可相分离成液体和蜡质层的组分,或如果存在多于一种的有益组分,则有益层可包括多个层。如果有益相分离,则测得的有益层总和为有益层高度  $H_b$ 。一般来讲,当存在时,疏水性有益层位于离心管顶层。

[0138] 表面活性剂相可包括多个层或单个层  $H_c$ 。在超速离心管底层或次底层还存在非结构化的澄清各向同性胶束层。紧位于各向同性相上方的层通常具有较高的表面活性剂浓度同时具有较高的有序结构(如液晶)。这些结构化层有时是肉眼不透明、或半透明、或透明的。可存在多个结构化层,在该情况下, $H_c$  为单独结构化层之和。如果存在任何类型的聚合物-表面活性剂相,则认为其为结构化相并且包括在  $H_c$  测量中。水相之和为  $H_s$ 。

[0139] 最后,如下计算结构化区域体积比率:

[0140] 结构域体积比率 =  $H_c/H_s * 100\%$

[0141] 如果不存在有益相,则使用总高度作为表面活性剂层高度,  $H_s = H_a$ 。就本发明而言,结构域体积比率为层状相%。对制得并且离心的每种稀释液进行测定,即对组合物以及如上文所述制得的 90%、80%、70% 和 60% 稀释液进行结构域体积比率的测定。

[0142] 其中组合物保持至少 95% 层状相%的稀释液的最大量(即最低稀释度)为具有不同的 STnS 的 n 值的组合物的结构量的指示。

[0143] 在一个实施方案中,其中组合物具有至少 95% 层状相的最高稀释度大于约 15%,或大于约 25%,或大于约 35%。

[0144] 在一个实施方案中,所述组合物具有按所述含水表面活性剂组合物体积计至少约 40%,或至少约 45%,或至少约 50%,或至少约 55%,或至少约 60%,或至少约 65%,或至少约 70%,或至少约 75%,或至少约 80%,或至少约 85%,或大于约 90% 的结构域体积比率。

[0145] 超速离心稀释方法

[0146] 超速离心稀释方法为用于测定其稀释特征图中某一点处组合物中结构量的物理方法,其涉及组合物起泡的能力。超速离心稀释方法采用得自 50% 稀释点处超速离心方法的结果。当消费者以工具如洗碗布或泡夫使用表面活性剂组合物时,通常将约 10mL 的组合物施用到其中可包含约 10mL 水的工具上。消费者搅拌产生泡沫,需要组合物在该稀释强度下快速溶解。由所述方法测定结构化表面活性剂组合物在 50% 稀释%下溶解的能力。

[0147] 所述方法在其所有详情方面与所述超速离心方法相同。获得组合物 50% 稀释%下的结果,并且表示为 50% 稀释的层状相体积。

[0148] 就包含 STnS 的本发明组合物而言,超速离心稀释方法的结果类似于溶解速率测

试获得的结果,证实高结构化与少泡沫之间的关系,反之亦然,在 STnS 的较窄 n 值范围内获得改善的稳定性和使用美观性。实施例 4 中相对非结构化的 ST0S 组合物在稀释时具有少量结构,但是由于其不能够基于其流变性向组合物提供所需的稳定性,因此不适用于结构化表面活性剂组合物中。实施例 1 中的 ST3S 组合物具有足够的结构,并且快速稀释成可用于起泡和清洁的胶束表面活性剂,但是不利的是,这些 ST3S 组合物不易配制成包含少量表面活性剂的组合物;它们仍总是昂贵的,效率低的,环境次优选的,以及较不温和的。实施例 3 中的 ST1S 组合物具有 100% 的 50% 稀释层状相体积,其在许多应用模式中获得不佳的起泡和清洁特性。实施例 2 中的 ST2S 组合物展示出灵活性,因为它具有高度的结构,却仍充分稀释以提供良好的起泡效果,起泡性能由其 70% 的 50% 稀释层状相体积值佐证。ST2S 组合物可在低含量表面活性剂下制备,例如 15% 或 12% 或 10% 或 8% 或甚至 6% 的表面活性剂,并且保留本发明许多优选的特征。

[0149] 在本发明的一个实施方案中,本发明组合物的 50% 稀释层状相体积小于约 90%,或小于约 80%,或小于 75%。

#### [0150] 溶解速率方法

[0151] 结构化组合物趋于缓慢溶解,因此获得不佳的起泡特性和清洁效果。缓慢溶解的结构化表面活性剂相比许多年前“泡夫”工具的出现晚的多,所述“泡夫”工具是促进溶解、起泡和清洁的搅拌工具。起泡和清洁作用来自于含水表面活性剂分子扩散至空气界面和污垢表面并且稳定空气界面和污垢表面的能力。当表面活性剂仍固定于层状或其它组织结构中时,它们不能够扩散到含水相中,因此必须首先溶解成单独的表面活性剂单体和胶束以生效。稀释和搅拌有助于在使用期间溶解。溶解速率方法测定表面活性剂组合物在水中溶解的程度。

[0152] 获得具有 63mm 内径(i. d.)和 87mm 内侧高度的直壁玻璃烧杯,例如可普遍购得的 Pyrex 250mL (No. 1000)。将 150 克环境温度(75 °F)下的蒸馏水倒入烧杯中。将 **Teflon**<sup>®</sup> 涂层磁性搅拌棒放入烧杯中。搅拌棒标明 1.5 英寸长 × 5/16 英寸直径,并且从端部观察为八边形,并且具有围绕其中心的 1/16 英寸宽的模塑可绕枢轴转动环,此处直径增至约 0.35 英寸。**Spinbar**<sup>®</sup> 磁性搅拌棒购自全球性的 Sigma Aldrich Corp.,包括 Milwaukee (WI, USA) 和 [www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)。

[0153] 使用电导计例如具有 InLab740 探针的 Mettler-Toledo SevenMulti 计,测量并且记录水的初始水电导率,并且记录数值。水的电导率应为约 2 微西门子 / 厘米( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )或更低,表明存在低含量的溶解固体。将电导探针从水中取出,并且将烧杯放置在数控实验室搅拌器例如得自例如 DivTech Equipment Co (Cincinnati, OH, USA) 的 Ika<sup>®</sup> Werke RET Control-visc 上。烧杯位于搅拌器中央,并且开启搅拌器以获得 500rpm 的恒定转速,在水中产生涡旋,自烧杯边缘处的水最高点至涡旋中心处的空气最低点测量,深度为约 3cm。从上方观察涡旋,以确保其位于烧杯中心,并且磁性搅拌棒以涡旋中心为中心。

[0154] 获得清洁相,并且不夹带空气,将其填充到 1mL 注射器中。所述注射器在尖端具有约 1.9mm 的直径(例如 BD 1mL tuberculin 锁口尖端, Becton, Dickinson and Co. (Franklin Lakes, NJ, USA))。靠近烧杯边缘但不接触烧杯边缘,以稳定的注流将清洁相注射在水的顶部表面上。组合物应在约 1 秒内注射。开启定时器并且使组合物搅拌 30 秒。

[0155] 关闭搅拌器。将电导探针自远离任何未溶解固体的位置插入水中。使测量达到稳

定,并且采集电导率读数并且记录电导率。

[0156] 再开启搅拌器。当数字读数越过 250rpm 时再开启定时器。在又 30 秒运行时间后关闭搅拌器并且以与前面相同的方式测定电导率。记录电导率。

[0157] 再开启搅拌器。当数字读数越过 250rpm 时再开启定时器。在又 60 秒运行时间后关闭搅拌器并且以与前面相同的方式测定电导率。记录电导率。

[0158] 不扰乱任何残余的固体,将探针从水中取出。用适宜的水密盖例如塑胶覆膜和橡皮筋将烧杯盖封。将烧杯剧烈摇晃约 30 秒以溶解剩余固体,如果需要,额外使用涡旋型搅拌器。

[0159] 打开烧杯盖子,测量电导率,并且记录数值作为最终电导率。

[0160] 根据下式计算每个时间点的溶解 %:

[0161] 溶解 % =  $100\% \times (\text{电导率} - \text{初始水电导率})$

[0162]  $(\text{最终电导率} - \text{初始水电导率})$

[0163] 按需重复测量,以获得代表性平均值。

[0164] STnS 组合物的溶解测试数据示于图 1 中。

[0165] 在 60 秒时间点,本发明的组合物具有至少约 60%,或至少约 70%,或至少约 80% 的溶解 %。在 120 秒时间点,本发明的组合物具有至少约 80%,或至少约 85%,或至少约 90%,或至少约 95% 的溶解 %。

[0166] 测定结构化表面活性剂稳定性的第三相方法

[0167] “第三相”方法用于测定结构化表面活性剂相在个人清洁组合物中的稳定性。所述方法涉及在 50°C 下将个人护理组合物放置 10 天以快速老化。快速老化后,将约 4 克组合物转移到 Beckman 离心管 (11×60mm) 中。将离心管放置到 Beckman LE-80 超高速离心机中,并在以下条件下操作超高速离心机:50,000rpm,2 小时和 40C。

[0168] 超高速离心后,如图 10 中所示,通过使用电子数显卡尺(精确至 0.01mm)测定各表面活性剂相高度来测定第三相体积。包含 Expancel 微球体的个人清洁组合物实例示于图 10 中。

[0169] 正顶层为疏水性有益相层(烃或大豆油等)。疏水性有益相层下方的层包含表面活性剂/水,由下列测定: $H_a$  为包含表面活性剂/水的所有层的高度,并且  $H_b$  为仅在疏水性有益相层下方的透明“第三相”层的高度。为最大程度地减少材料在不同层间的迁移,在超速离心结束后的 30 分钟内记录读数是重要的。如下计算第三相体积:第三相体积 % =  $H_b / H_a * 100\%$

[0170] 在快速老化稳定性实施方案后,所述结构化表面活性剂组合物优选包含小于 10% 的“第三相”体积。在快速老化稳定性实施方案后,所述结构化表面活性剂组合物更优选包含小于 5% 的“第三相”体积。在快速老化稳定性实施方案后,所述结构化表面活性剂组合物更优选包含小于 2% 的“第三相”体积。在快速老化稳定性实施方案后,所述结构化表面活性剂组合物甚至更优选包含小于 1% 的“第三相”体积。在快速老化稳定性实施方案后,所述结构化表面活性剂组合物最优选包含小于 0% 的“第三相”体积。

## 实施例

[0171] 下列实施例描述和证明了本发明范畴内的实施方案。给出的这些实施例仅仅是说

明性的,不可理解为是对本发明的限制,因为在不脱离本发明实质和范围的条件下可作出许多变型。

[0172] STnS 组合物比较

[0173] 如下制备表 I (下文) 中的组合物:将水加入混合容器中。然后在持续搅拌下加入下列成分:氯化钠、N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠、十三烷基硫酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚-3、EDTA 和苯甲酸钠。通过加入柠檬酸溶液(50%活性)将 pH 调节至  $\text{pH}=5.7 \pm 0.2$ 。然后加入甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮。直至搅拌均匀。

[0174] 制备这些组合物后,采用本文所述方法测定它们的层状相体积、杨氏模量和零剪切粘度。结果收集于下表 I 中并且图示于图 2 和 3 中。图 2 显示了根据本发明实施例剪切应力和比较实施例剪切应力的粘度特征。显示了本发明实施例 2 (标记为十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠) 的粘度特征显著高于比较实施例 4 (标记为十三烷基聚氧乙烯醚-1 硫酸钠) 和比较实施例 3 (标记为十三烷基硫酸钠),并且还高于比较实施例 1 (标记为十三烷基聚氧乙烯醚-3 硫酸钠)。图 3 图示描绘了表 I 中实施例的杨氏模量。

[0175] 表 I

[0176]

表面活性剂相组合物	比较实施例 1(w/w%)	实施例 2 (w/w%)	实施例 3 (w/w%)	比较实施例 4(w/w%)
十三烷基聚氧乙烯醚-3 硫酸钠 <sup>1</sup>	16.56	-	-	-
十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠 <sup>1</sup>	-	16.56	-	-
十三烷基聚氧乙烯醚-1 硫酸钠 <sup>1</sup>	-	-	16.56	-
十三烷基硫酸钠 <sup>1</sup>	-	-	-	16.56
月桂基硫酸钠 <sup>2</sup>				
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠 <sup>3</sup>	4.94	4.94	4.94	4.94
十三烷基聚氧乙烯醚-3 (HLB=8) <sup>4</sup>	2.0	2.0	2.0	2.0
氯化钠	4.75	4.75	4.75	4.75
甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮 <sup>5</sup>	0.033	0.033	0.033	0.033
EDTA <sup>6</sup>	0.15	0.15	0.15	0.15
苯甲酸钠	0.2	0.2	0.2	0.2
柠檬酸, 滴定 ( $\text{pH}=\pm 0.2$ )	5.7	5.7	5.7	5.7
水	适量	适量	适量	适量
清洁相中的总起泡表面活性剂 (%)	21.5%	21.5%	21.5%	21.5%
层状相体积 (%)	100%	100%	100%	0%
杨氏模量 (Pa)	100.0	131.6	38.57	0.26
零剪切粘度 (PaS)	2552	3060	1029	10.7

[0177] 1. 购自 Stepan Coporation 2. 购自 Procter & Gamble Co. ;3. 购自 Cognis Chemical Corp. 4. Iconal TDA-3, 购自 BASF Corp. 5. Kathon CG, 购自 Rohm & Haas Company (Philadelphia, Pa) ;6. Dissolvine NA 2x

[0178] 实施例 1-4 的稀释测试

[0179] 通过稀释于去离子水中,测试表 I 中的组合物。通过将 10 克去离子水加入 90 克



上文比较实施例和本发明实施例的组合物中,制备具有 10% 稀释因子的样品。通过将 20 克至 60 克去离子水加入 80 克至 40 克上文比较实施例和本发明实施例的组合物中,制备具有 20%-60% 稀释因子的样品。这些样品经由 SpeedMixer™ (DAC 型,400FV,购自 FleckTeck, Inc USA)以 2,000rpm 速率均匀搅拌 60 秒。由方法部分中所述的超速离心方法测定层状相体积。该测试的结果收集于表 II 中,并且图示表示于图 4 和 5 中。图 4 示出保持 100% 层状体积的最高稀释度。图 5 示出提高稀释时的层状相 %。本发明实施例 2 的 ST2S 制剂令人惊奇地在至多 40% 稀释下保持 100% 的层状相体积。比较实施例 1 (ST3S)的层状相体积非常早地开始减少。

[0180] 表 II

[0181]

去离子水中的稀释因子	10%	20%	30%	40%	50%	60%
清洁相中的总起泡表面活性剂组分 (%)	19.35 %	17.2 %	15.05 %	12.9 %	10.75 %	8.6 %
比较实施例 1 稀释时的层状相体积 (%)	100 %	92.07 %	47.44 %	25.77 %	21.84 %	7.27 %
实施例 2 稀释时的层状相体积 (%)	100 %	100 %	100 %	100 %	69.88 %	32.58 %
实施例 3 稀释时的层状相体积 (%)	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %
比较实施例 4 稀释时的层状相体积 (%)	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %

[0182] 脂质稳定性和起泡性能

[0183] 将表 I 中的组合物与组成示于表 III (a)中的第二脂质相混合,形成两相组合物。如下制备脂质相:将凡士林和矿物加热至约 88°C,然后将凡士林和矿物油混合在一起。使脂质相冷却并且搅拌,直至 45°C。停止搅拌将使脂质相冷却过夜至环境条件。将表面活性剂和脂质相经由 SpeedMixer™ (DAC 型,400FV,购自 FleckTeck, Inc USA)以 800rpm 速率混合 60 秒。形成这些多相组合物后,进行稳定性测试和起泡测试。50°C 下将产物老化 10 天后,评定稳定性。本发明实施例 3 保持 100% 层状相,而比较实施例 1 和 2 示出自 100% 分别至约 86% 和 77% 的降低的层状相体积。用泡夫工具评定产物起泡性能。以圆周运动方式将 10 克测试产物加在泡夫上。加入 10 克水。将产物在泡夫上摩擦。然后将泡夫保持于烧杯上方以收集泡沫。以每秒挤压一次的速率,将泡沫扭转并且挤压 10 次,然后以相反方向扭转并且挤压 10 次。扭转结束时,拉细绳以挤压泡夫三次。使烧杯中的泡沫变平,并且进行体积测量。按如下标度评定泡沫体积:

[0184]

观察到的泡沫体积范围	评价
泡沫体积 ≤ 1,000mL	1 - 差
1,000mL < 泡沫体积 ≤ 1,500mL	2 - 尚可
1,500mL < 泡沫体积 ≤ 2,000mL	3 - 好
2,000mL < 泡沫体积 ≤ 2,500mL	4 - 非常好
泡沫体积 > 2,500mL	5 - 优异

[0185] 本发明实施例 3 (十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠) 示出显著高于比较实施例 4 (十三烷基聚氧乙烯醚-1 硫酸钠, 1500mL) 的泡沫体积 (2600mL)。观察到的泡沫体积趋势与图 2 中所示的稀释特征一致。比较实施例 4 的组合物 (十三烷基聚氧乙烯醚-1 硫酸钠) 即使在高稀释因子 (至多 60% 稀释因子) 下仍保持层状相, 因此泡沫产生较慢, 而本发明实施例 3 在 50C 下 10 天后示出优异的层状相稳定性和高起泡性能, 归因于约 40% 稀释因子下最佳的相变 (图 2)。

[0186] 表 III (a)

[0187]

	脂质相组合物 (w/w%)
凡士林	70.0
矿物油	30.0

[0188] 表 III (b)

[0189]

	比较实施例 1+ 脂质 55:45w/w	本发明实施例 2 +脂质 55:45w/w	比较实施例 3 +脂质 55:45w/w	比较实施例 4 +脂质 55:45w/w
初始层状相体积	100%	100%	100%	0%
50C 下 10 天后 的层状相体积	77%	100%	100%	0% (不稳定)
采用泡夫工具观 察到的泡沫体积	4 非常好	5 优异	2 尚可	5 优异

[0190] 具有辅助表面活性剂的组合物比较

[0191] 如下制备表 IV (下文) 中的组合物: 将水加入混合容器中。然后在持续搅拌下, 加入下列成分: 氯化钠、椰油基甜菜碱、椰油酰氨基丙基甜菜碱、月桂酰氨基丙基甜菜碱、癸基葡糖苷、椰油基甘氨酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚-3、EDTA 和苯甲酸钠。通过加入柠檬酸溶液 (50% 活性) 将 pH 调节至  $\text{pH}=5.7 \pm 0.2$ 。然后加入甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮。一直搅拌至均匀。

[0192] 制备这些组合物后, 采用本文所述方法, 测定它们的层状相体积、杨氏模量和零剪切粘度。结果收集于下表 IV 中。比较实施例和本发明实施例均具有高层状相体积 (70% 至 100%) 以及高杨氏模量 (约 95Pa 至约 249Pa) 和零剪切粘度 (约 2544PaS 至约 5757PaS)。

[0193] 表 IV

[0194]

表面活性剂相组合物	实施例 5 (w/w%)	实施例 6 (w/w%)	实施例 7 (w/w%)	比较 实施例 8 (w/w%)	比较 实施例 9 (w/w%)
十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠	16.56	16.56	16.56	16.56	16.56
椰油基甜菜碱	4.94				
椰油酰氨基丙基甜菜碱		4.94			
月桂酰氨基丙基甜菜碱			4.94		
癸基葡糖苷				4.94	
椰油基甘氨酸钠					4.94
十三烷基聚氧乙烯醚-3 (HLB=8)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
氯化钠	4.75	4.75	4.75	4.75	4.75
甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻 唑啉酮	0.033	0.033	0.033	0.033	0.033
EDTA	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
苯甲酸钠	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
柠檬酸, 滴定 (pH = ± 0.2)	5.7	5.7	5.7	5.7	5.7
水	适量	适量	适量	适量	适量
<u>清洁相中的总起泡表面活性 剂组分 (%)</u>	21.5%	21.5%	21.5%	21.5%	21.5%
层状相体积 (%)	100%	100%	100%	70%	100%
杨氏模量 (Pa)	95.1	248.9	134.2	185.5	176.6
零剪切粘度 (PaS)	2544	5757	3507	4809	3836

[0195] 实施例 5-9 的稀释测试

[0196] 基于实施例 1-5 稀释测试详述中描述的不同方法, 通过稀释于去离子水中, 测试表 IV (a) 中的组合物。该测试的结果收集于表 V 中, 并且图示表示于图 6 中。图 6 还包含本发明实施例 3 (N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠) 的稀释特征图。本发明实施例 5-7 的 ST2S 制剂令人惊奇地在至多 30%-50% 稀释下保持高层状相体积。比较实施例 8 和 9 的层状相体积非常早地开始减少 (小于 20% 稀释因子)。

[0197] 表 V

去离子水中的稀释因子	10%	20%	30%	40%	50%	60%
清洁相中的总起泡表面活性剂组分 (%)	19.35%	17.2%	15.05%	12.9%	10.75%	8.6%
稀释时实施例 5 的层状相体积 (%)	100%	100%	100%	100%	100%	37.7%
稀释时实施例 6 的层状相体积 (%)	100%	100%	100%	58.6%	42.4%	18.3%
稀释时实施例 7 的层状相体积 (%)	100%	100%	100%	74.6%	34.4%	18.3%
稀释时实施例 8 的层状相体积 (%)	61%	0%	0%	0%	0%	0%
稀释时实施例 9 的层状相体积 (%)	100%	0%	0%	0%	0%	0%

[0199] 脂质稳定性和起泡性能

[0200] 将表 IV 中的组合物与组成示于表 III (a) 中的第二脂质相混合, 形成多相组合物。将表面活性剂和脂质相经由 SpeedMixer™ (DAC 型, 400FV, 购自 FleckTeck, Inc USA) 以 800rpm 速率混合 60 秒。形成这些多相组合物后, 进行稳定性测试和起泡测试。通过在 50°C 下将产物老化 10 天后, 经由超速离心方法测定层状相体积, 评定稳定性。本发明实施例 5-7 保持 100% 的层状相, 而比较实施例 8-9 示出自 100% 至约 0% 的降低的层状相体积。层状相稳定性特征示出与图 7 所示惊奇相似的趋势, 图 7 示出比较实施例 8-9 在低稀释因子下具有显著降低的层状相体积, 而本发明实施例 2、5-7 在较高稀释因子下显示出相变点。

[0201] 表 VI

[0202]

	实施例 5 +脂质 55:45w/w	实施例 6 +脂质 55:45w/w	实施例 7 +脂质 55:45w/w	比较实施例 8 +脂质 55:45w/w	比较实施例 9 +脂质 55:45w/w
初始层状相体积	100%	100%	100%	69.7%	100%
稳定 50C 下 10 天 后的层状相体积	100%	100%	100%	0% (不稳定)	0% (不稳定)

[0203] 具有缔合聚合物的组合物比较

[0204] 实施例 10-16 示出本发明缔合聚合物的功效。如下制备表 VI (下文) 中的组合物: 首先将水加入混合容器中。然后在持续搅拌下, 加入下列成分: 氯化钠、瓜尔羟丙基三甲基氯化铵、N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠。然后将聚合物粉末 (Aquepec 和 Stabylen 30 聚合物) 加入十三烷基聚氧乙烯醚-3 中以形成预混合物。将聚合物-十三烷基聚氧乙烯醚-3 预混合物加入主混合容器中并且充分搅拌。Aqua SF-1 为含水分散体, 并且无需与十三烷基聚氧乙烯醚-3 预混合, 直接加入混合容器中。然后加入 EDTA 和苯甲酸钠。通过加入柠檬酸溶液 (50% 活性) 将 pH 调节至 pH=5.7±0.2。然后加入甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮。一直搅拌至均匀。如下制备多相组合物: 经由 SpeedMixer™ 以 2,000rpm 的速率, 在 60 秒内将大豆油加入表面活性剂相组合物中。

[0205] 制备这些组合物后, 采用本文所述方法, 测定它们的层状相体积、杨氏模量和零剪

切粘度。结果收集于下表 VII 中。本发明实施例 11-14 示出约 145% 至约 388% 的杨氏模量显著增加,而比较实施例 15 和 16 显示对组合物结构具有最小至负面的影响。杨氏模量的增加量令人惊奇地归因于低使用量(约 0.2%)。据信,协同行为归因于聚合物疏水链与表面活性剂组合物层状囊泡之间的牢固缔合相互作用。

[0206] 表 VII

[0207]

组合物	比较实 施例 10 (w/w%)	实施例 11(w/w %)	实施例 12(w/w %)	实施例 13(w/w %)	实施例 14(w/w %)	比较实 施例 15 (w/w%)	比较实 施例 16 (w/w%)
十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸 钠	7.30	7.30	7.30	7.30	7.30	7.30	7.30
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙 基乙酸钠	2.18	2.18	2.18	2.18	2.18	2.18	2.18
十三烷基聚氧乙烯醚- 3(HLB=8)	0.88	0.88	0.88	0.88	0.88	0.88	0.88
氯化钠	4.28	4.28	4.28	4.28	4.28	4.28	4.28
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38
丙烯酸酯/丙烯酸 C10-C30 烷基酯交联聚合物 (Aqupec SER-300)		0.18					
丙烯酸酯/丙烯酸 C10-C30 烷基酯交联聚合物 (Aqupec SER-150)			0.18				
丙烯酸酯/丙烯酸 C10-C30 烷基酯交联聚合物 (Aqupec HV-701EDR)				0.18			
丙烯酸酯/乙烯基异癸酸酯 交联聚合物 (Stabylen 30)					0.18		
卡波姆(Aqupec HV504E)						0.18	
丙烯酸酯共聚物(Aqu SF-1)							0.18
甲基氯异噻唑啉酮和甲基异 噻唑啉酮 <sup>5</sup>	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
EDTA <sup>6</sup>	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14
苯甲酸钠	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18
柠檬酸, 滴定(pH = ± 0.2)	5.7	5.7	5.7	5.7	5.7	5.7	5.7
大豆油	10	10	10	10	10	10	10
水	适量	适量	适量	适量	适量	适量	适量
<u>组合物中的总起泡表面活 性剂组分</u>	9.48%	9.48%	9.48%	9.48%	9.48%	9.48%	9.48%
层状相体积 (%)	93%	96.4%	100%	100%	100%	87%	100%
杨氏模量(Pa)	19.04	93.04	76.67	52.43	46.77	19.57	6.6
相对于无聚合物的对照物的 杨氏模量增量%	-	388%	303%	175%	145%	3%	-65%
量筒泡沫体积(mL)	530	505	480	482	495	545	520

[0208] 具有阳离子沉积聚合物的组合物比较

[0209] 如下制备表 VIII (下文)中的组合物:将水加入混合容器中。然后在持续搅拌下,加入下列成分:氯化钠、瓜尔羟丙基三甲基氯化铵、N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚硫酸钠、十三烷基聚氧乙烯醚-3、EDTA 和苯甲酸钠。通过加入柠檬酸

溶液(50%活性)将 pH 调节至  $\text{pH}=5.7 \pm 0.2$ 。然后加入甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮。一直搅拌至均匀。如下制备有益相:将凡士林和单油酸甘油酯加热至约  $85^{\circ}\text{C}$ 。然后搅拌下将凡士林和单油酸甘油酯共混在一起。缓慢搅拌下将脂质相冷却至  $45^{\circ}\text{C}$ 。停止搅拌,并使脂质相过夜冷却至环境温度。经由 SpeedMixer™,以 2,000rpm 速率在 60 秒内将  $\text{TiO}_2$  加入脂质中。由体外沉积方法( $\Delta$ -L)评定沉积。数据表明,阳离子聚合物的电荷密度是沉积的关键。当阳离子电荷密度过低(小于  $0.8\text{meq/g}$ )或过高(高于  $2.0\text{meq/g}$ )时,沉积显著降低。达到高沉积的最佳电荷密度介于约  $0.8\text{meq/g}$  至约  $2.0\text{meq/g}$  之间。

[0210] 表 VIII

[0211]

	比较 实施 例 17	比较 实施 例 18	实施 例 19	实施 例 20	实施 例 21
<b>I: 表面活性剂相组合物</b>					
十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠	11.59	11.59	11.59	11.59	11.59
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠	3.46	3.46	3.46	3.46	3.46
十三烷基聚氧乙烯醚-3 (HLB=8)	1.40	1.40	1.40	1.40	1.40
氯化钠	4.75	4.75	4.75	4.75	4.75
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (电荷密度= $0.18\text{meq/g}$ )	0.60				
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (电荷密度= $0.72\text{meq/g}$ )		0.60			
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (电荷密度= $0.95\text{meq/g}$ )			0.60		
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (电荷密度= $1.60\text{meq/g}$ )				0.60	
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (电荷密度= $2.45\text{meq/g}$ )					0.60
( $\text{pH} = \pm 0.2$ , 柠檬酸或 NaOH)	(5.7)	(5.7)	(5.7)	(5.7)	(5.7)
EDTA	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
苯甲酸钠	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮	0.033	0.033	0.033	0.033	0.033
水	适量	适量	适量	适量	适量
<b>II: 有益相组合物</b>					
凡士林	91.47	91.47	91.47	91.47	91.47
单油酸甘油酯	1.87	1.87	1.87	1.87	1.87
氧化钛 (RBTD-834-11S2, 得自 Kobo Products)	6.66	6.66	6.66	6.66	6.66
<b>III: 表面活性剂相与有益相的比率 (w/w)</b>	<b>85: 15</b>	<b>85: 15</b>	<b>85: 15</b>	<b>85: 15</b>	<b>85: 15</b>
体外沉积 ( $\Delta$ L)	0.36	7.65	16.96	18.70	8.75

[0212] 附加的示例性制剂

[0213] 附加的示例性制剂列于下表 IX 中。

[0214] 表 IX

[0215]

组合物	实施例 22 (w/w% )	实施例 23 (w/w% )	实施例 24 (w/w% )	实施例 25 (w/w% )	实施例 26 (w/w% )	实施例 27 (w/w% )	实施例 28 (w/w% )	实施例 29 (w/w% )
十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠	7.30	7.30	7.30	6.89	10.3	6.5	6.5	7.30
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠	2.18	2.18	2.18	2.05	-	1.9	1.9	
椰油酰氨基丙基甜菜碱	-	-	-	-	3.18	-	-	2.18
十三烷基聚氧乙烯醚-3	0.88	0.88	0.88	0.83	1.24	0.78	0.78	0.88
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵(N-Hance 3196, CD = 0.7meq/g)	-	-	-	-	0.53	-	-	-
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵(N-Hance CG-17, CD = 0.9meq/g)	0.38	0.38	0.38	0.36	-	0.34	0.34	0.38
丙烯酸酯/丙烯酸 C10-C30 烷基酯交联聚合物(Aqupec SER 300)	0.18	0.18	0.18	0.17	-	0.16	0.16	0.18
PEG-90M	-	-	-	-	0.13	-	-	
氯化钠	4.28	4.28	4.28	4.04	4.22	4.5	4.5	4.28
柠檬酸/氢氧化钠	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7
凡士林	9.80	-	1.96	-	-	-	-	-
单油酸甘油酯	0.20	-	.04	-	-	-	-	-
大豆油	-	10.0	8	15.0	10	-	5.0	10.0
聚二甲基硅氧烷	-	-	-	-	-	5.0	-	
水/防腐剂/香料	适量	适量	适量	适量	适量	适量	适量	适量
层状相%								
杨氏模量 (Pa)	114.2	47.6	33.7	18.4	36.0	28.4	33.5	43.7

[0216] 临床研究:皮肤保湿有益效果的评定

[0217] 临床研究设计为用于评定个人护理产品在干燥腿部皮肤上有益效果的沐浴剂腿部受控施用测试(LCAT)方案。设计腿部洗涤研究,估计消费者相关的接触等级,例如洗涤频率。用于该研究的技术是已公布方法的修改形式(Ertel 等人,1999)。参考文献:Ertel, K. D., Neumann, P. B., Hartwig, P. M., Rains, G. Y. 和 Keswick, B. H., Leg Wash protocol to assess the skin moisturization potential of personal cleansing products., Int. J. Cosmet. Sci. 21:383-397(1999)。

[0218] 临床设计:根据下文所述的干燥度评级方法,筛选干燥皮肤得分为



[0219] 2.0 或更高的人类受试者。

<u>等级<sup>a</sup></u>	<u>干燥度<sup>b</sup></u>
0.0	理想的皮肤
1.0	可看到小块和/或细粉末状物, 偶然看到小斑, 普遍分布
2.0	普遍分布的细粉, 可存在早期裂纹或偶见小凸斑
[0220] 3.0	普遍分布的中等粉末状物和/或中等裂纹和凸斑
4.0	普遍分布的粗粉和/或大裂纹和凸斑
5.0	普遍分布的大裂纹和凸斑, 可存在湿疹变化, 但不突出, 可看到出血裂纹
6.0	可存在普遍分布的严重裂纹, 出血裂纹和湿疹变化, 大斑点可开始消失

[0221] a 如果需要, 可采用半个单位等级

[0222] b “普遍分布”是指大于 50% 的施用区域受影响的情况

[0223] 每次处理, 选择 38 位一批的受试者。所有受试者用 **Olay**<sup>®</sup> 条皂预调理 7 天, 然后 1 次施用 / 天处理 3 周, 并且 2 天回归。测量包括干燥皮肤评级、皮肤水分测试仪、TEWL、皮肤弹性测试仪和获得生物标记分析物的条带剥脱。处理设计示于下表 X 中。代号 A 为未处理对照物(仅为水)。代号 B 为购自 Walmart 的为比较实施例的商业 Olay Crème Ribbons 沐浴剂, 其包含约 25% 的凡士林 / 矿物油作为有益相。代号 C、D、E 和 F 的制剂提供于下表 XI 中。临床干燥结果提供于表 XII 至 XV 中。

[0224] 表 X :LCAT-1 临床设计

[0225]

LCAT-1 临床设计
[A] 水(未处理) (比较)
[B] Olay Crème Ribbons (比较, 25% 脂质相)
[C] 本发明实施例 30
[D] 本发明实施例 31
[E] 本发明实施例 32
[F] 本发明实施例 33

[0226] 表 XI

[0227]

组合物	实施例 30	实施例 31	实施例 32	实施例 33
十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠	6.89	7.30	6.89	6.89
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠	2.05	2.18	2.05	-
椰油酰氨基丙基甜菜碱	-	-	-	2.05
十三烷基聚氧乙烯醚-3	0.83	0.88	0.83	0.83
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵 (N-Hance CG-17, CD = 0.9meq/g)	0.36	0.38	0.36	0.36
丙烯酸酯/丙烯酸 C10-C30 烷基酯交 联聚合物(Aqupec SER 300)	0.17	0.18	0.17	0.17
氯化钠	4.04	4.28	4.04	4.04
柠檬酸/氢氧化钠	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7
凡士林	14.7	9.80	-	14.7
单油酸甘油酯	0.3	0.20	-	0.3
大豆油	-	-	15.0	-
水/防腐剂/香料	适量	适量	适量	适量
总起泡表面活性剂	8.89	9.48	8.94	8.94
层状相体积%				
杨氏模量 (Pa)				
零剪切粘度 (PaS)				

[0228] 表 XII :目视干燥结果

[0229]

属性	评定	样品尺寸	处理	分组*	调整平均	标准误差
专家干燥 度评级	基线	37	[F]实施例 33	a	2.669	0.069
		38	[E]实施例 32	ab	2.718	0.069
		38	[A]水 (未处理)	ab	2.749	0.069
		36	[B] Olay Crème Ribbons	b	2.794	0.070
		37	[C]实施例 30	b	2.801	0.069
		37	[D]实施例 31	b	2.824	0.069
属性	评定	样品尺寸	处理	分组*	调整平均	标准误差
专家干燥 度评级	Trt 1 后 3 小 时 (1.3)	36	[C]实施例 30	a	1.772	0.118
		37	[F]实施例 33	a	1.830	0.117
		37	[E]实施例 32	ab	1.950	0.117
		35	[D]实施例 31	ab	2.022	0.120
		35	[B] Olay Crème Ribbons	b	2.116	0.120
		36	[A]水 (未处理)	c	2.774	0.118
属性	评定	样品尺寸	处理	分组*	调整平均	标准误差
专家干燥 度评级	Trt 5 后 3 小 时 (5.3)	35	[C]实施例 30	a	0.525	0.118
		36	[F]实施例 33	a	0.675	0.117
		35	[D]实施例 31	b	1.089	0.118
		37	[E]实施例 32	b	1.289	0.115
		34	[B] Olay Crème Ribbons	b	1.386	0.120
		35	[A]水 (未处理)	c	2.828	0.118
属性	评定	样品尺寸	处理	分组*	调整平均	标准误差
专家干燥 度评级	Trt 12 后 3 小时 (12.3)	35	[C]实施例 30	a	0.103	0.085
		36	[F]实施例 33	ab	0.129	0.084
		35	[D]实施例 32	b	0.339	0.085
		34	[B] Olay Crème Ribbons	c	0.753	0.086
		37	[E]实施例 32	c	0.927	0.083
		35	[A]水 (未处理)	d	2.569	0.085

[0230] 表 XIII : 比较实施例 34 和水的 LCAT-2 临床设计

[0231]

LCAT-2 临床设计
[G] 未处理 - 仅为水
[H] 比较实施例 34

[0232]

组合物	比较实施例 34
十三烷基聚氧乙烯醚-3 硫酸钠	6.32%
月桂基硫酸钠	6.30%
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠	3.74%
氯化钠	4.00%
十三烷基聚氧乙烯醚-3	1.48%
芳香剂	0.80%
柠檬酸	0.70%
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵	0.44%
丙烯腈 / 甲基丙烯腈 / 甲基丙烯酸甲酯共聚物, 异戊烷	0.27%
黄原胶	0.16%
苯甲酸钠	0.15%
PEG-90M	0.11%
EDTA 二钠	0.11%
甲基氯异噻唑啉酮, 甲基异噻唑啉酮	0.0004%
甘氨酸大豆(大豆)油	15.0000%
水	适量

[0233] 表 XIV : 比较实施例 34 的目视干燥结果

[0234]

属性	天	样品尺寸	处理	分组*	最小平方平均	标准误差
专家干燥度 评级	第 1 天, 基线	26	[H]比较实施例 34	ab	2.615	0.077
		24	[G]未处理-仅为水	b	2.744	0.080
属性	天	样品尺寸	处理	分组*	最小平方平均	标准误差
专家干燥度 评级	第 1 天, 3 小时	26	[H]比较实施例 34	a	2.091	0.120
		24	[G]未处理-仅为水	b	2.523	0.125
属性	天	样品尺寸	处理	分组*	最小平方平均	标准误差
专家干燥度 评级	第 5 天, 3 小时	26	[H]比较实施例 34	a	2.466	0.132
		24	[G]未处理-仅为水	a	2.641	0.138
属性	天	样品尺寸	处理	分组*	最小平方平均	标准误差
专家干燥度 评级	第 12 天, 3 小 时	24	[H]未处理-仅为水	a	2.827	0.163
		26	[G]比较实施例 34	a	3.137	0.156

[0235]

[0236] 表 XV :商业沐浴剂和水的 LCAT-3 临床设计。

[0237]

LCAT-3 临床设计
[I] 未处理 - 仅为水
[J] 包含大豆油的商业沐浴剂

[0238]

属性	评定	样品尺寸	处理	分组*	调整 平均	标准 误差
专家干燥 度评级	基线	47	[J]包含大豆油的商业沐浴剂	a	2.769	0.073
		46	[I]未处理-仅为水	a	2.787	0.073
属性	评定	样品尺寸	处理	分组*	调整 平均	标准 误差
专家干燥 度评级	Trt 1 后 3 小时(1.3)	46	[J]包含大豆油的商业沐浴剂	ab	2.719	0.090
		45	[I]未处理-仅为水	b	2.726	0.091
属性	评定	样品尺寸	处理	分组*	调整 平均	标准 误差
专家干燥 度评级	Trt 5 后 3 小时(5.3)	44	[I]未处理-仅为水	a	3.209	0.121
		46	[J]包含大豆油的商业沐浴剂	a	3.224	0.118

[0239] 图 8 示出本发明实施例 32 相对于比较实施例 34 和包含大豆油的商业产品的临床保湿有益效果。显然,相对于比较实施例 34 和包含大豆油的商业产品,本发明实施例 32 在 5 天后表现出显著的皮肤干燥缓解作用。据信存在两个对显著有益效果起作用的因素:一个因素在于,本发明实施例基本上不含月桂基硫酸钠,在比较实施例 34 中月桂基硫酸钠可能起到不利的作用,造成皮肤刺激;而第二个关键因素在于,本发明实施例因阳离子聚合物相对于比较实施例(0.7meq/g)具有最佳的电荷密度(0.92meq/g),而具有较高的脂质沉积。据信,两个因素对于包含大豆油的组合物的令人惊奇的临床功效而言是重要的。

#### [0240] 示例性制剂

[0241] 预期其它组合物如洗手液、面部清洁剂和手洗盘碟洗涤剂能够用本发明配制。示例性制剂列于下文中。

[0242]

组合物	实施例 35 (w/w%)	实施例 36 (w/w%)	实施例 37 (w/w%)	实施例 38 (w/w%)	实施例 39 (w/w%)
十三烷基聚氧乙烯醚-2 硫酸钠	7.96	7.96	6.50	7.55	7.55
N-月桂酰胺基乙基-N-羟乙基乙酸钠	2.35	2.35	1.92	-	-
椰油酰氨基丙基甜菜碱	-	-	-	2.23	2.23
十三烷基聚氧乙烯醚-3	0.96	0.96	0.78	0.91	0.91
瓜尔羟丙基三甲基氯化铵	0.41	0.41	0.34	0.30	-
丙烯酸酯/丙烯酸 C10-C30 烷基酯交联聚合物(Aqupec SER 300)	0.20	0.20	0.16	0.19	0.19
氯化钠	4.66	4.66	3.80	4.42	4.22
柠檬酸/氢氧化钠	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7	pH = 5.7
凡士林	1.96	-	-	-	-
单油酸甘油酯	0.04	-	-	-	-
大豆油	-	2	20	7.0	10
水/防腐剂/香料	适量	适量	适量	适量	适量

[0243] 本文所公开的量纲和值不应当被理解为严格限于所引用的精确值。相反,除非另外指明,每个这样的量纲均旨在既表示所引用的值,也表示围绕此值的功能上等同的范围。例如,公开为“40mm”的量纲旨在表示“约 40mm”。

[0244] 应当理解,在本说明书全文中给出的每一最大数值限度将包括每一较低数值限度,如同该较低数值限度在本文中被明确地表示。在本说明书全文中给出的每一最小数值限度将包括每一较高数值限度,如同该较高数值限度在本文中被明确地表示。在本说明书全文中给出的每一数值范围将包括包含于该较宽数值范围内的每一较窄数值范围,如同该较窄数值范围在本文中被明确地表示。

[0245] 发明详述中引用的所用文献的相关部分以引用方式并入本文;任何文献的引用均不可理解为是对其作为本发明的现有技术的认可。当本书面文件中术语的任何含义或定义与引入本文以供参考的文献中的术语的任何含义或定义冲突时,将以赋予本书面文件中的术语的含义或定义为准。

[0246] 尽管举例说明和描述了本发明的特定实施方案,但是对本领域的技术人员显而易见的是,在不脱离本发明的实质和范围的情况下能够做出许多其它的改变和变型。因此,所附权利要求旨在涵盖本发明范围内的所有这些改变和变型。

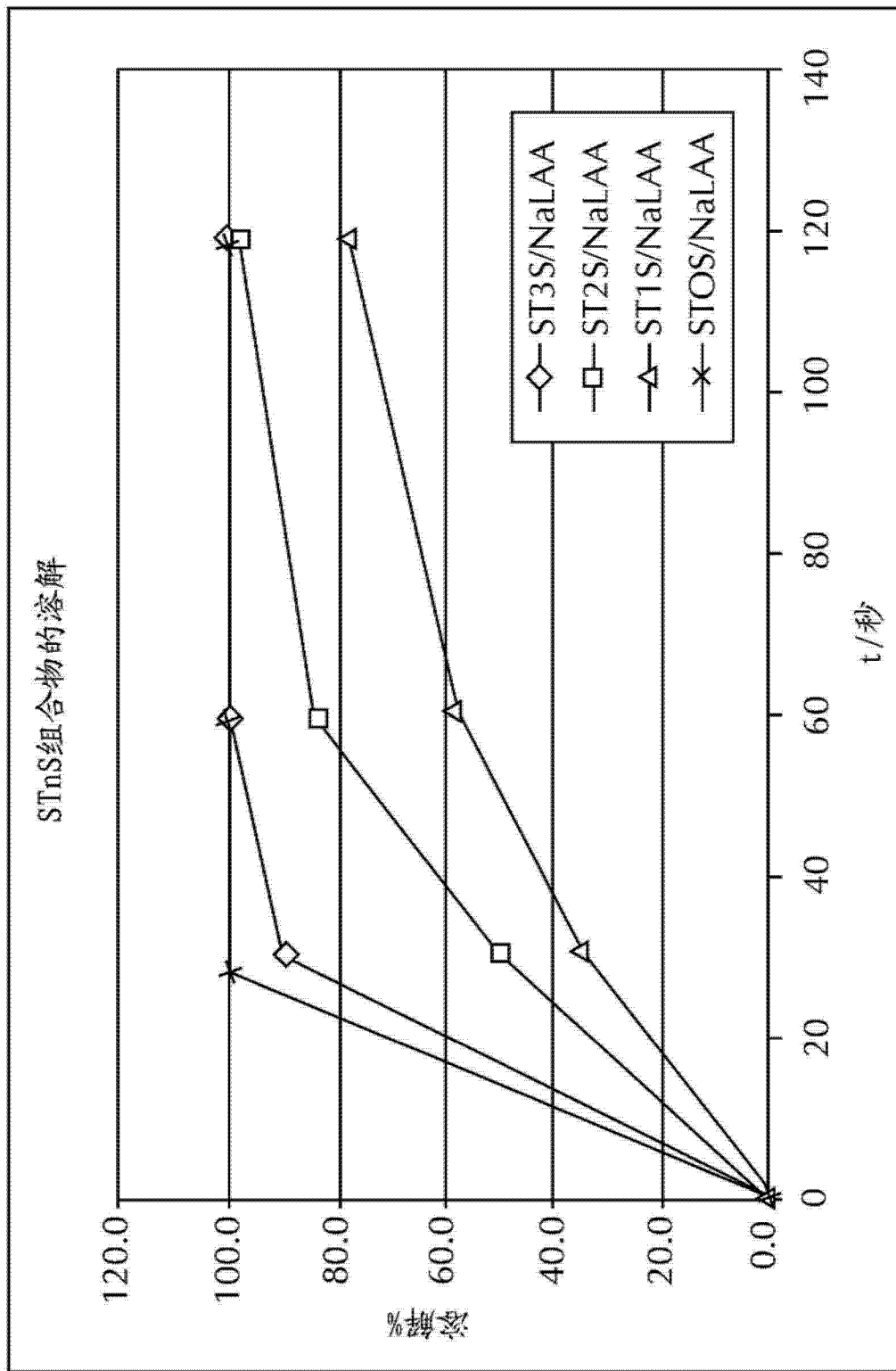


图 1



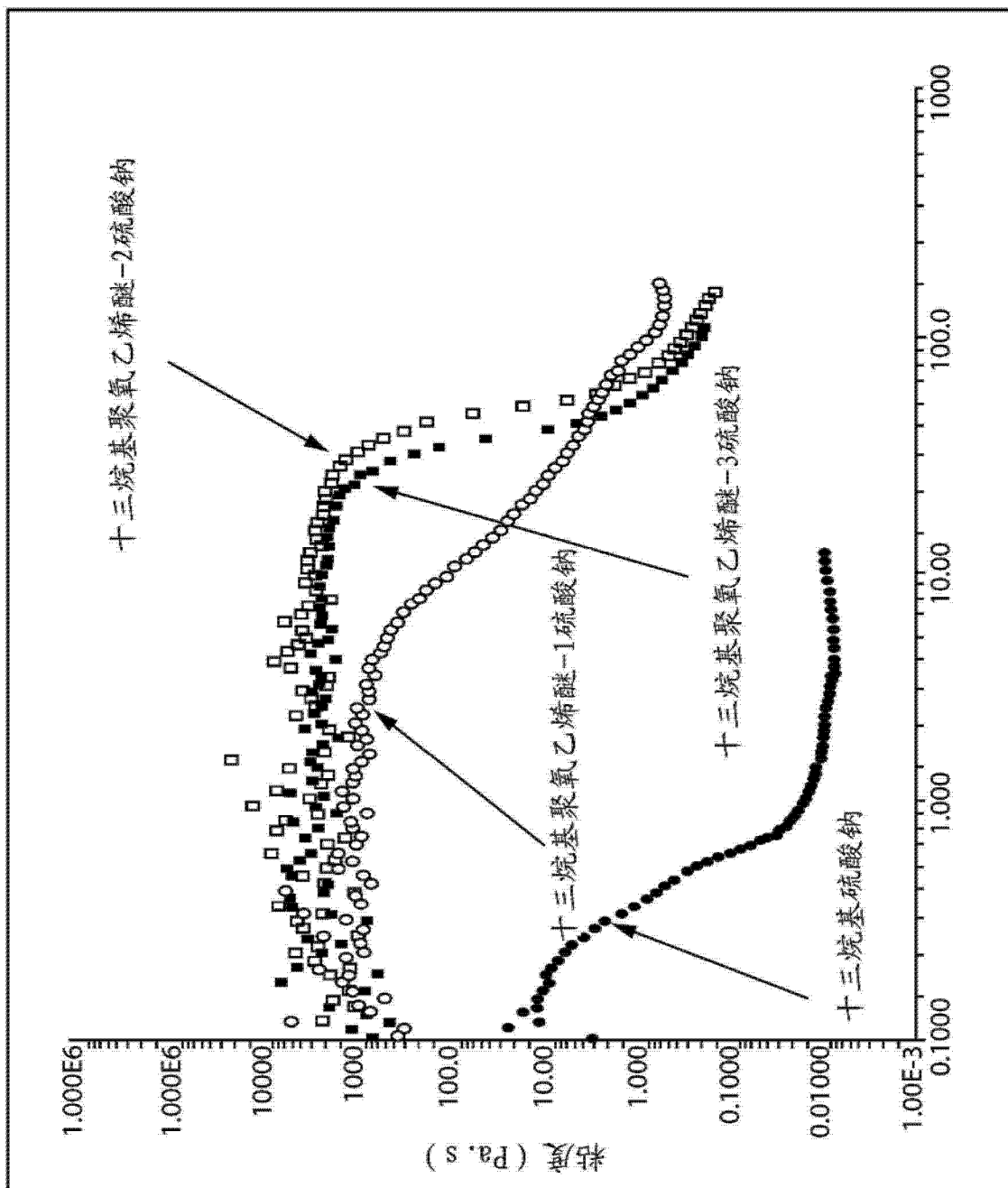


图 2

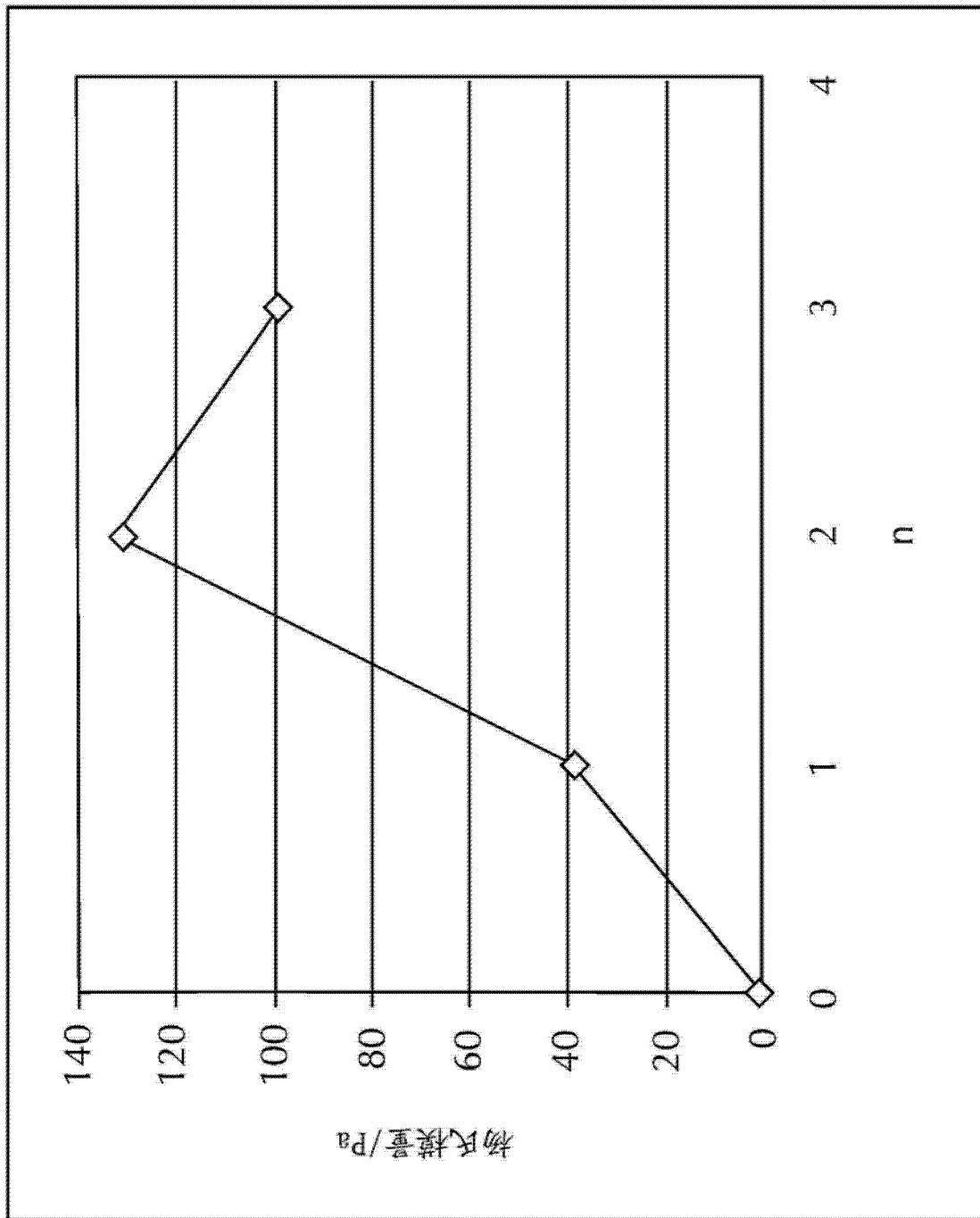


图 3

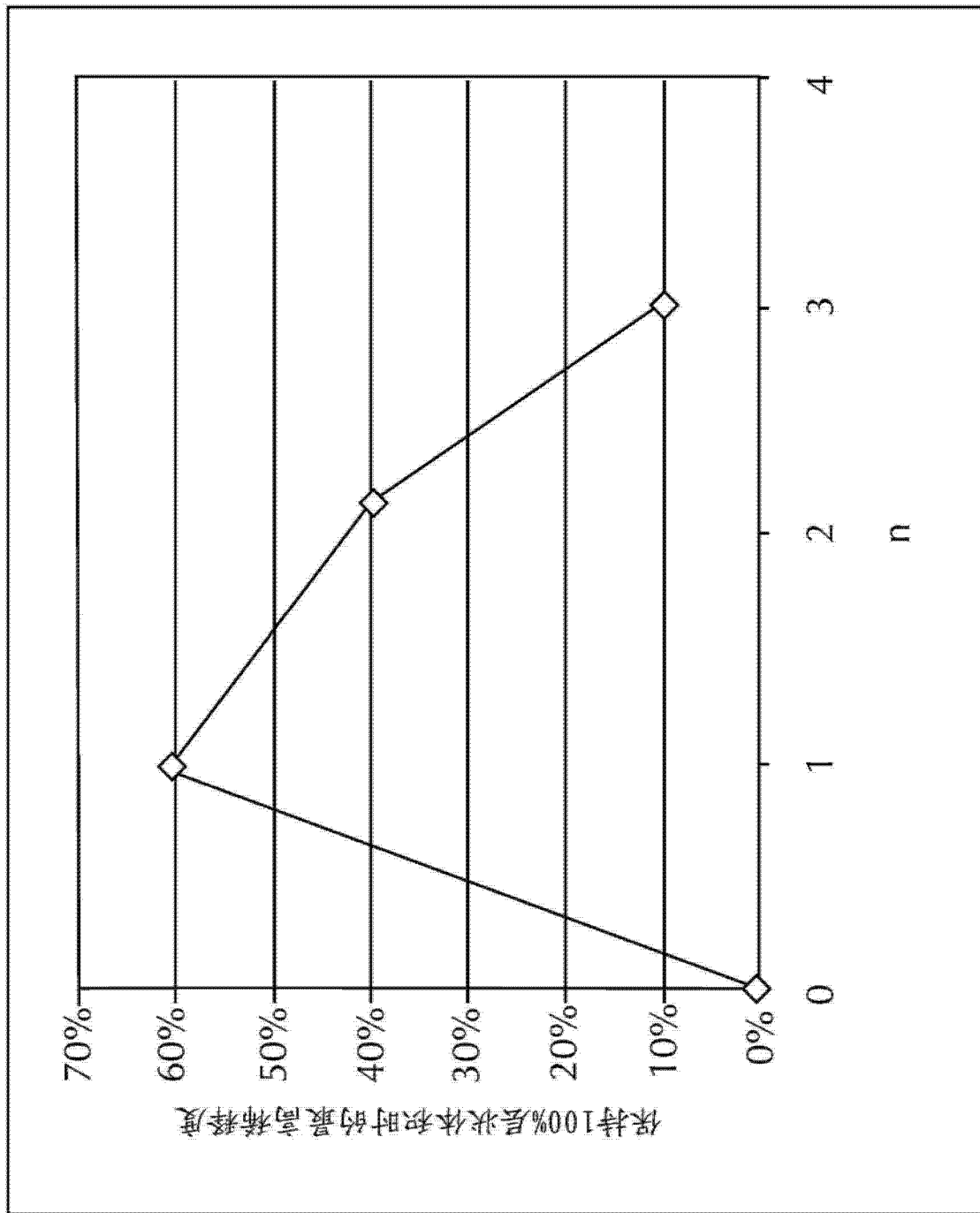


图 4

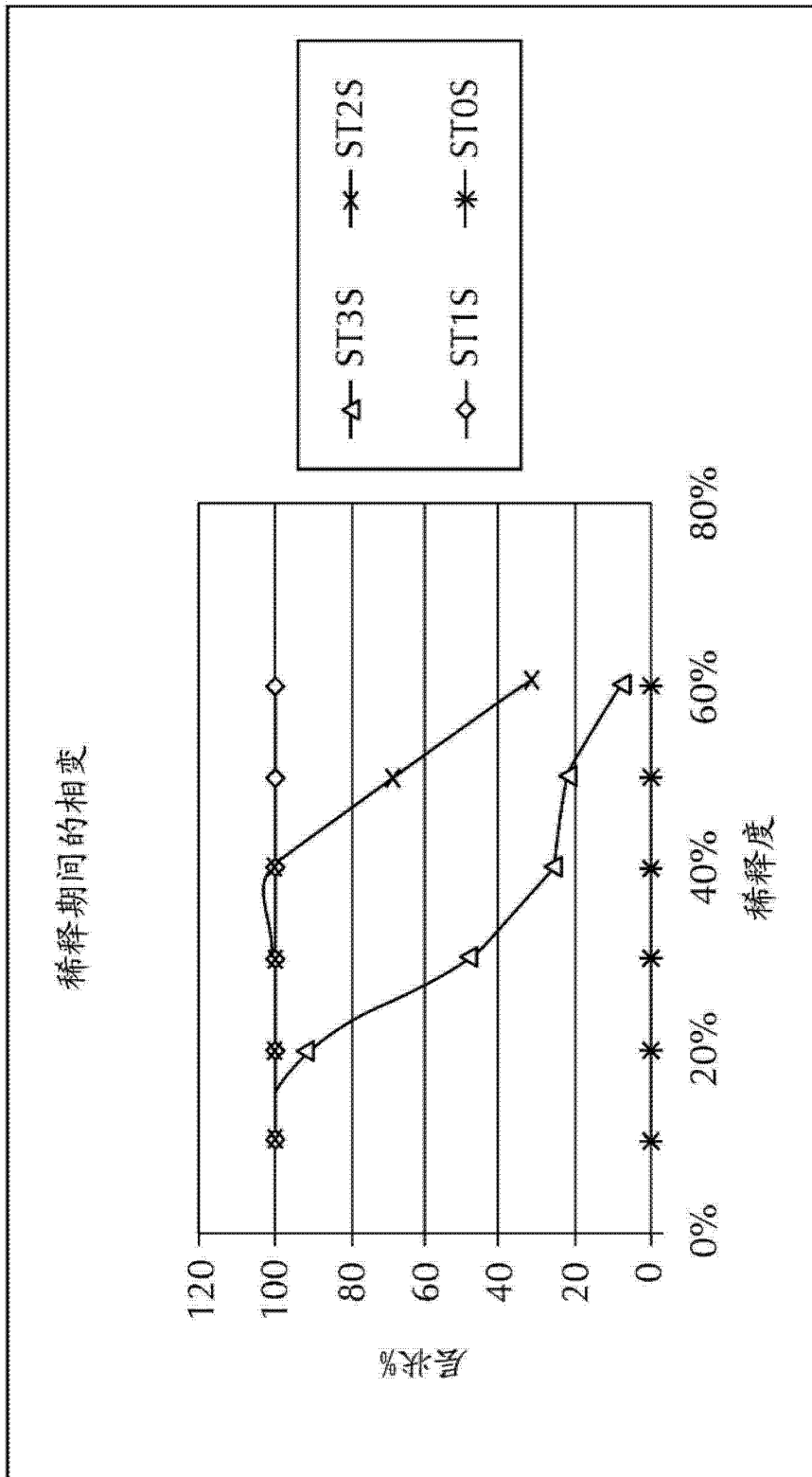


图 5

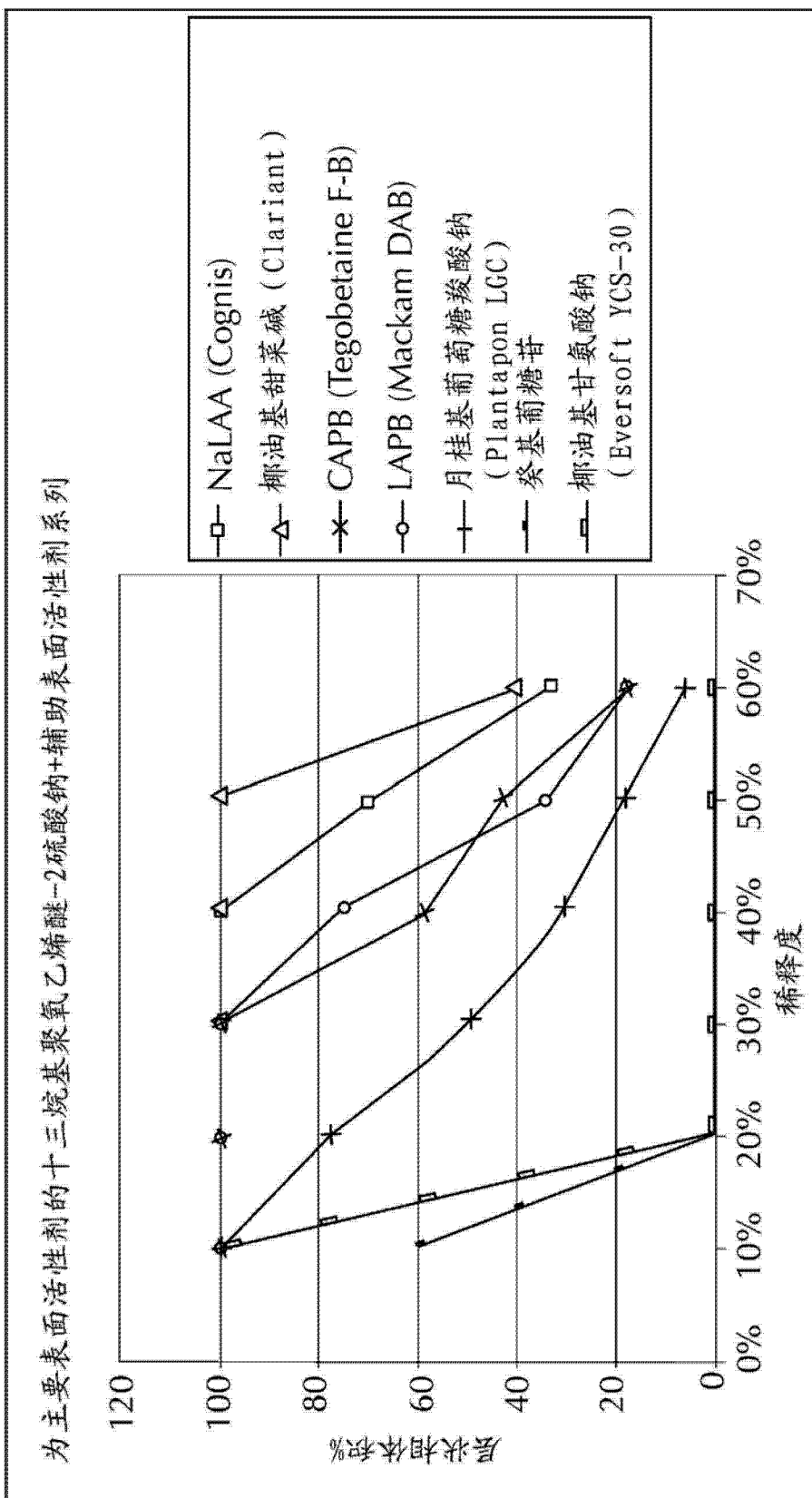


图 6

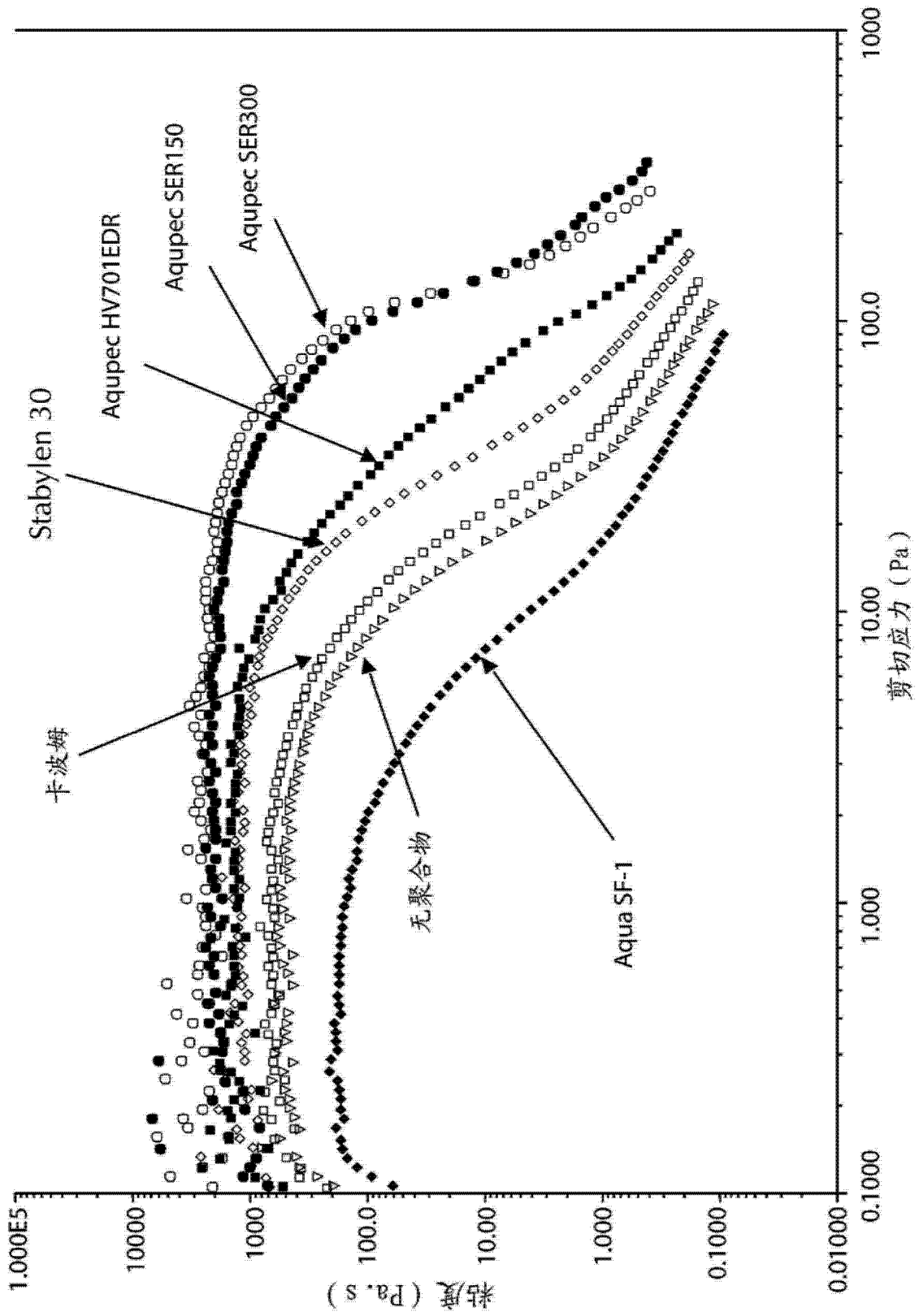


图 7

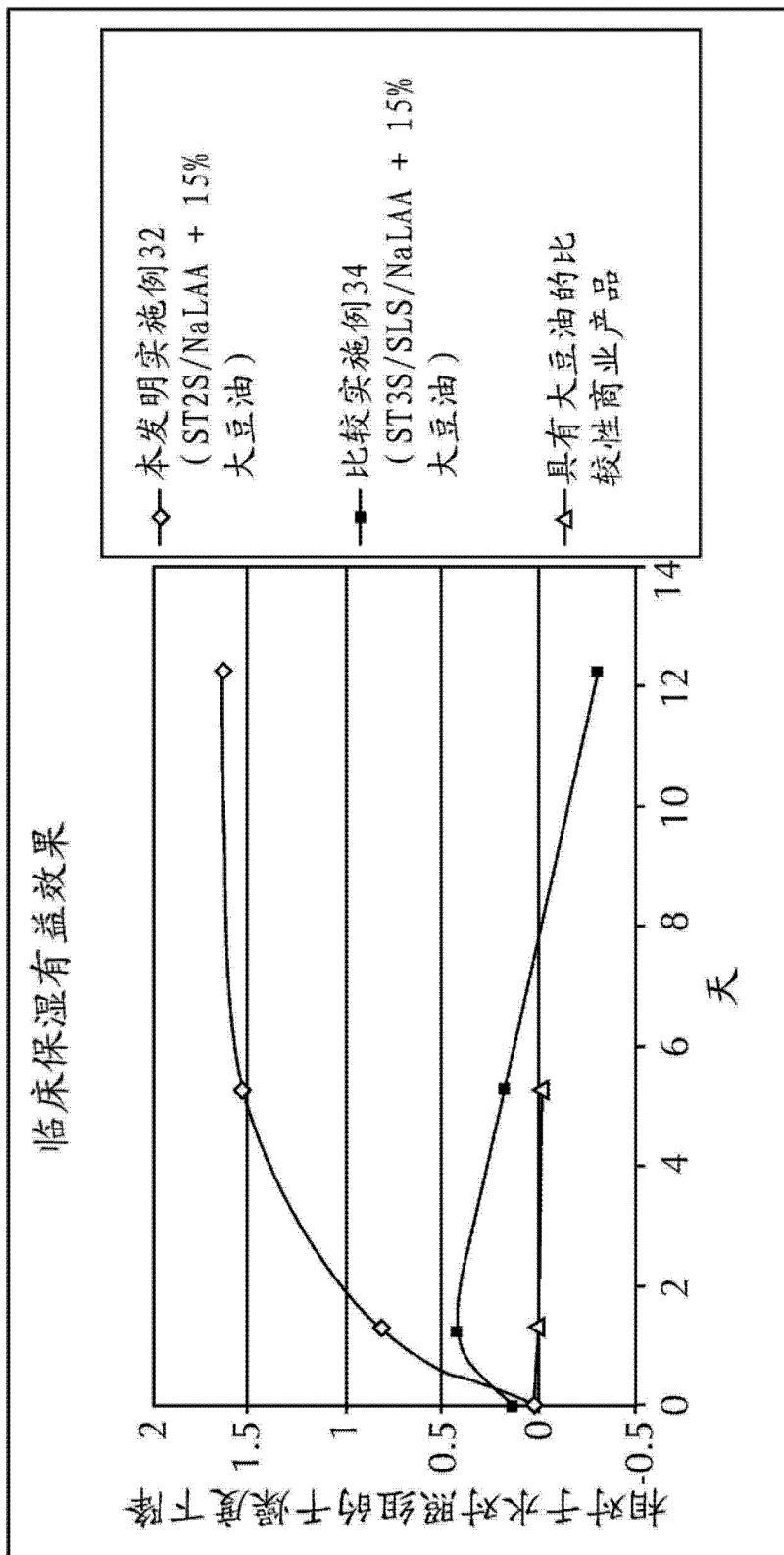


图 8

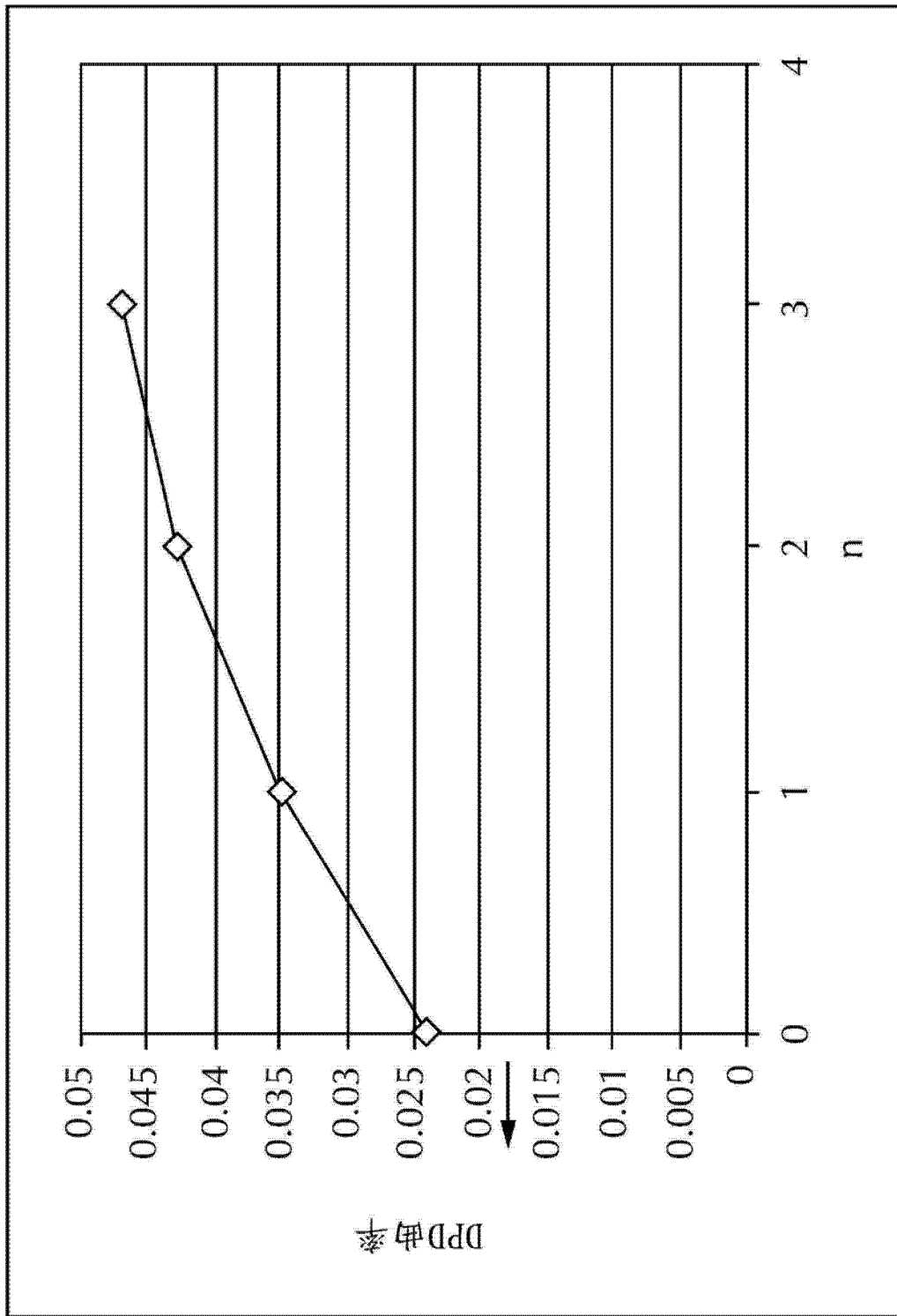


图 9



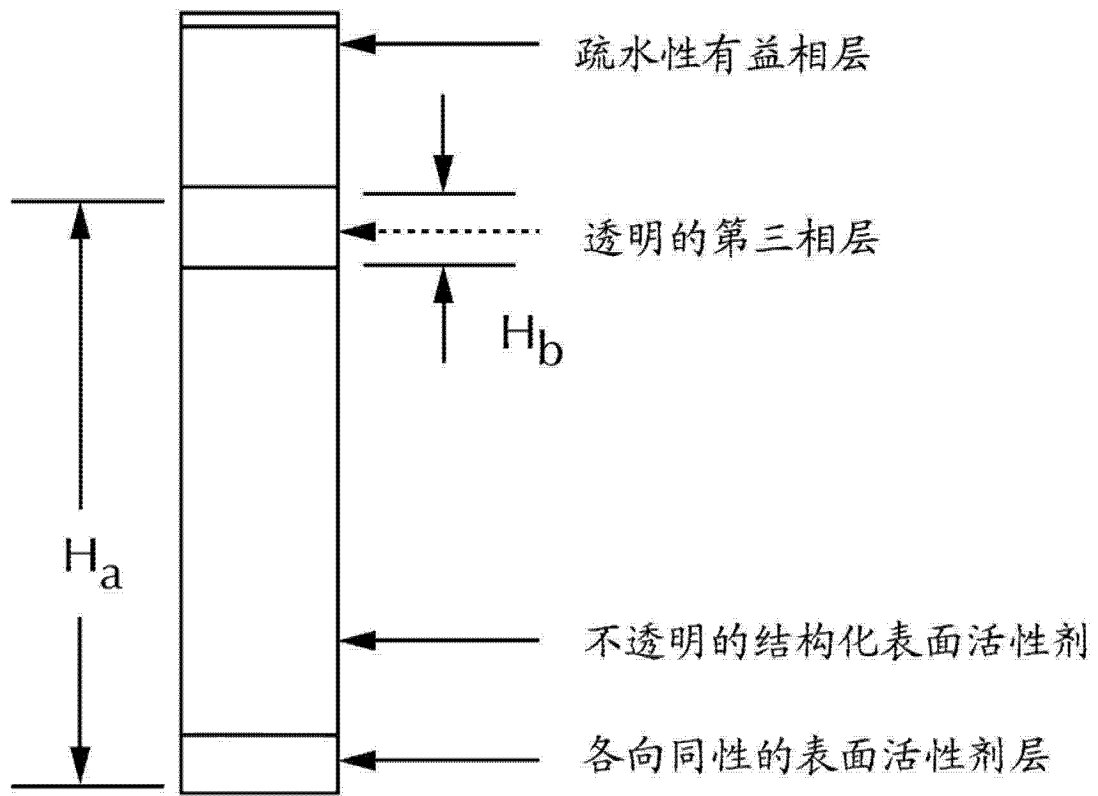


图 10