



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 697 30 854 T2 2005.09.29**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 939 620 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **697 30 854.5**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US97/16779**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **97 943 425.5**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 98/011873**

(86) PCT-Anmeldetag: **22.09.1997**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **26.03.1998**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **08.09.1999**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **22.09.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **29.09.2005**

(51) Int Cl.7: **A61K 7/50**
A61K 7/48

(30) Unionspriorität:
717379 23.09.1996 US

(73) Patentinhaber:
**The Procter & Gamble Company, Cincinnati, Ohio,
US**

(74) Vertreter:
**TER MEER STEINMEISTER & Partner GbR
Patentanwälte, 81679 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LI,
LU, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:
GLENN, Wayne, Robert, Maineville, US

(54) Bezeichnung: **FLÜSSIGES PERSÖNLICHES REINIGUNGSMITTEL, WELCHES EIN LIPOPHILES FEUCHTHALTE-
MITTEL MIT RELATIV GROSSEN TROPFEN ENTHÄLT**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Technisches Gebiet

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft flüssige Körperreinigungszusammensetzungen, die eine klinisch wirksame Befeuchtung der Haut vorsehen. Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen sind Emulsionen, welche eine Feuchthaltephase, umfassend ein lipophiles Hautfeuchthaltemittel, und eine wäßrige Reinigungsphase, umfassend ein Tensid und einen Stabilisator, enthalten. Die lipophilen Feuchthaltemittel, welche die flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen hierin umfassen, umfassen selbst Tropfen, die eine solche Teilchengrößenverteilung aufweisen, daß mindestens etwa 10 Gew.-% der Tropfen größer als 500 µm im Durchmesser sind.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Flüssige Körperreinigungsprodukte werden in den Vereinigten Staaten und weltweit immer beliebter. Erwünschte flüssige Körperreinigungszusammensetzungen müssen eine Reihe von Kriterien erfüllen. Um für die Verbraucher annehmbar zu sein, muß ein flüssiges Körperreinigungsprodukt zum Beispiel gute Reinigungseigenschaften zeigen, gute Schaumbildungseigenschaften besitzen, gegenüber der Haut mild sein (darf keine Austrocknung oder Reizung hervorrufen) und sollte vorzugsweise auch einen Feuchthaltevorteil für die Haut vorsehen.

[0003] Flüssige Körperreinigungsprodukte, die hohe Anteile an lipophilen Hautkonditionierungsmitteln enthalten, sind offenbart worden. Tatsächlich sind Verbraucherprodukte wie 'Olay Moisturizing Body Wash', die lipophile Hautkonditionierungsmittel auf der Haut abscheiden, insbesondere wenn sie zusammen mit dem 'Olay Cleansing Puff' verwendet werden, bei Verbrauchern außerordentlich populär. Dennoch würden es einige Verbraucher vorziehen, einen noch größeren Feuchthaltevorteil durch diese flüssigen Körperreinigungsprodukte zu erhalten. Daher wäre es wünschenswert, eine flüssige Körperreinigungszusammensetzung mit noch besseren Feuchthalteeigenschaften vorzusehen.

[0004] Es ist nun festgestellt worden, daß die Deposition eines lipophilen Hautfeuchthaltemittels auf der Haut drastisch erhöht werden kann, falls das lipophile Hautfeuchthaltemittel relativ große Öltropfen umfaßt.

Zusammenfassung der Erfindung

[0005] Die vorliegende Erfindung betrifft flüssige Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen, welche eine Feuchthaltephase und eine wäßrige Reinigungsphase umfassen. Die Feuchthaltephase umfaßt etwa 1 bis etwa 30 Gew.-% der Zusammensetzung an lipophilen Hautfeuchthaltemitteln, welche Tropfen mit einer solchen Teilchengrößenverteilung umfassen, daß mindestens etwa 10 Gew.-% der Tropfen einen Durchmesser von mindestens etwa 500 µm aufweisen. Die wäßrige Reinigungsphase umfaßt etwa 0,1 bis etwa 10 Gew.-% der Zusammensetzung eines Stabilisators, etwa 5 bis etwa 30 Gew.-% der Zusammensetzung eines schäumenden Tensids und Wasser.

Ausführliche Beschreibung der Erfindung

[0006] Die vorliegende Erfindung betrifft flüssige Körperreinigungszusammensetzungen, welche eine klinisch wirksame Befeuchtung der Haut vorsehen. So wie hierin verwendet, verweist "flüssige Körperreinigungszusammensetzungen" auf abwaschbare Körperreinigungsprodukte, einschließlich, aber nicht begrenzt auf, Duschbäder, flüssige Handseifen und Shampoos. Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen sind Emulsionen, welche eine Feuchthaltephase, umfassend ein lipophiles Hautfeuchthaltemittel, und eine wäßrige Reinigungsphase, umfassend ein Tensid, einen Stabilisator und Wasser, enthalten. Die lipophilen Feuchthaltemittel, welche die flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen hierin umfassen, umfassen selbst Tropfen mit einer solchen Teilchengrößenverteilung, daß mindestens etwa 10 Gew.-% der Tropfen größer als etwa 200 µm im Durchmesser sind. Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung verweist der Durchmesser eines Teilchens auf die längste Achse des Teilchens. Es ist festgestellt worden, daß, wenn mindestens etwa 10 Gew.-% der Tropfen, umfassend das lipophile Hautfeuchthaltemittel, größer als etwa 200 µm im Durchmesser sind, die flüssige Körperreinigungszusammensetzung, welche das lipophile Hautfeuchthaltemittel enthält, eine klinisch wirksame Befeuchtung der Haut vorsieht.

[0007] Flüssige Körperreinigungszusammensetzungen, welche ein lipophiles Hautfeuchthaltemittel enthalten, wobei mindestens 10 Gew.-% der Tropfen einen Durchmesser von größer als etwa 200 µm aufweisen,

einschließlich der darin enthaltenden Materialien und Verfahren zur deren Herstellung werden nachstehend ausführlich beschrieben:

I. Bestandteile

A. Feuchthaltephase

[0008] Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen umfassen eine Feuchthaltephase, welche ein lipophiles Hautfeuchthaltemittel umfaßt. Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen umfassen etwa 1 bis etwa 30%, vorzugsweise etwa 3 bis etwa 25, mehr bevorzugt etwa 5 bis etwa 25%, eines lipophilen Hautfeuchthaltemittels.

[0009] Das Lipid-Hautfeuchthaltemittel sieht einen Feuchthaltevorteil für den Benutzer des Körperreinigungsprodukts vor, wenn das Lipid-Feuchthaltemittel auf der Haut des Verbrauchers abgeschieden wird. Es ist festgestellt worden, daß die Deposition des lipophilen Hautfeuchthaltemittels drastisch erhöht wird, wenn mindestens etwa 10 Gew.-%, vorzugsweise mindestens etwa 20 Gew.-%, mehr bevorzugt mindestens etwa 30 Gew.-%, noch mehr bevorzugt mindestens etwa 50 Gew.-% und am meisten bevorzugt mindestens etwa 80 Gew.-% der Tropfen, umfassend das lipophile Hautfeuchthaltemittel, eine Tropfengröße von größer als etwa 200 µm, vorzugsweise größer als etwa 250 µm, mehr bevorzugt größer als etwa 300 µm, noch mehr bevorzugt größer als etwa 500 µm und am meisten bevorzugt größer als etwa 550 µm aufweisen. Im allgemeinen gilt, je größer die Menge an lipophilem Hautfeuchthaltemittel mit einer großen Teilchengröße ist und je größer die Teilchengröße des lipophilen Hautfeuchthaltemittels ist, desto größer ist die Deposition des Feuchthaltemittels auf der Haut.

[0010] Die zur Verwendung hierin geeigneten lipophilen Hautfeuchthaltemittel weisen typischerweise eine Konsistenz (k) auf, welche von etwa 5 Poise bis etwa 5.000 Poise, vorzugsweise etwa 10 Poise bis etwa 3.000 Poise und mehr bevorzugt etwa 50 Poise bis etwa 2.000 Poise reicht, gemessen durch das Konsistenzverfahren, welches nachstehend in dem Abschnitt 'Analysenverfahren' dargelegt ist. Geeignete lipophile Hautfeuchthaltemittel zur Verwendung hierin weisen weiterhin einen Scherindex (n) im Bereich von etwa 0,1 bis etwa 0,9, vorzugsweise etwa 0,1 bis etwa 0,5 und mehr bevorzugt etwa 0,2 bis etwa 0,5 auf, gemessen durch das Scherindexverfahren, welches nachstehend in dem Abschnitt 'Analysenverfahren' dargelegt ist.

[0011] Ohne an eine Theorie gebunden zu sein, nimmt man an, daß lipophile Hautfeuchthaltemittel, welche rheologische Eigenschaften besitzen, die sich von den hierin definierten unterscheiden, entweder zu leicht emulgiert werden und sich daher nicht abscheiden oder zu "starr" sind, um sich an die Haut anzuhaften oder darauf abzuschneiden und einen Feuchthaltevorteil vorzusehen. Ferner sind die rheologischen Eigenschaften des lipophilen Hautfeuchthaltemittels auch für die Wahrnehmung des Verbrauchers wichtig. Einige lipophile Hautfeuchthaltemittel werden bei der Deposition auf der Haut als zu klebrig angesehen und werden durch den Verbraucher nicht bevorzugt.

[0012] In einigen Fällen kann das lipophile Hautfeuchthaltemittel auch vorzugsweise im Hinblick auf dessen Löslichkeitsparameter definiert sein, wie durch Vaughan in *Cosmetics and Toiletries*, Bd. 103, S. 47-69, Oktober 1988, definiert ist. Ein lipophiles Hautfeuchthaltemittel mit einem Vaughan-Löslichkeitsparameter (VSP) von 5 bis 10, vorzugsweise 5,5 bis 9, ist zur Verwendung in den flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen hierin geeignet.

[0013] Eine große Vielzahl von Materialien vom Lipid-Typ und Mischungen von Materialien sind zur Verwendung als lipophile Hautfeuchthaltemittel in den erfindungsgemäßen Körperreinigungszusammensetzungen geeignet. Vorzugsweise ist das lipophile Hautkonditionierungsmittel gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Kohlenwasserstoffölen und Wachsen, Siliconen, Fettsäurederivaten, Cholesterin, Cholesterinderivaten, Di- und Triglyceriden, Pflanzenölen, Pflanzenölderivaten, flüssigen unverdaubaren Ölen, wie solchen, welche beschrieben sind in den US-Patenten 3,600,186 an Mattson, erteilt am 17. August 1971, und 4,005,195 und 4,005,196 an Jandacek et al., beide erteilt am 25. Januar 1977, alle hierin unter Bezugnahme eingeschlossen, oder Mischungen von flüssigen verdaubaren oder unverdaubaren Ölen mit festen Polyolpolyestern, wie solchen, welche beschrieben sind in US-Patent 4,797,300 an Jandacek, erteilt am 10. Januar 1989, in den US-Patenten 5,306,514, 5,306,516 und 5,306,515 an Letton, alle erteilt am 26. April 1994, wobei alle unter Bezugnahme hierin eingeschlossen sind, und Acetoglyceridestern, Alkylestern, Alkenylestern, Lanolin und dessen Derivaten, Milchtriglyceriden, Wachsestern, Bienenwachsderivaten, Sterolen, Phospholipiden und Mischungen hiervon. Fettsäuren, Fettsäureseifen und wasserlösliche Polyole sind von der Definition eines lipophilen Hautfeuchthaltemittels hierin ausdrücklich ausgeschlossen.

[0014] Kohlenwasserstofföle und Wachse: Einige Beispiele sind Petrolatum, Mineralöl, mikrokristalline Wachse, Polyalkene (z. B. hydriertes und nichthydriertes Polybuten und Polydecen), Paraffine, Cerasin, Ozokerit, Polyethylen und Perhydrosqualen. Mischungen von Petrolatum und hydrierten und nichthydrierten, hochmolekulargewichtigen Polybutenen, wobei das Verhältnis von Petrolatum zu Polybuten von etwa 90 : 10 bis etwa 40 : 60 reicht, sind auch zur Verwendung als Lipid-Hautfeuchthaltmittel in den Zusammensetzungen hierin geeignet.

[0015] Siliconöle: Einige Beispiele sind Dimethiconcopolyol, Dimethylpolysiloxan, Diethylpolysiloxan, hochmolekulargewichtiges Dimethicon, gemischtes C1-C30-Alkylpolysiloxan, Phenyldimethicon, Dimethiconol und Mischungen hiervon. Mehr bevorzugt werden nichtflüchtige Silicone, gewählt aus Dimethicon, Dimethiconol, gemischtem C1-C30-Alkylpolysiloxan und Mischungen hiervon. Nichtbegrenzende Beispiele für hierin nützliche Silicone sind in US-Patent Nr. 5,011,681 an Ciotti et al., erteilt am 30. April 1991, hierin unter Bezugnahme eingeschlossen, beschrieben.

[0016] Di- und Triglyceride: Einige Beispiele sind Rizinusöl, Sojabohnenöl, derivatisierte Sojabohnenöle wie maleiertes Sojabohnenöl, Distelöl, Baumwollsaamenöl, Maisöl, Walnußöl, Erdnußöl, Olivenöl, Lebertran, Mandelöl, Avocadoöl, Palmöl und Sesamöl, Pflanzenöle und Pflanzenölderivate, Kokosnußöl und derivatisiertes Kokosnußöl, Baumwollsaamenöl und derivatisiertes Baumwollsaamenöl, Jojobaöl, Kakaobutter und dergleichen.

[0017] Acetoglyceridester werden verwendet, und ein Beispiel hierfür sind acetylierte Monoglyceride.

[0018] Lanolin und dessen Derivate werden bevorzugt, und einige Beispiele sind Lanolin, Lanolinöl, Lanolinwachs, Lanolinalkohole, Lanolinfettsäuren, Isopropylanolat, acetyliertes Lanolin, acetylierte Lanolinalkohole, Lanolinalkohollinoleat und Lanolinalkoholricinoleat.

[0019] Am meisten bevorzugt wird, wenn mindestens 75% des lipophilen Hautfeuchthaltmittels aus Lipiden bestehen, welche gewählt sind aus der Gruppe, bestehend aus: Petrolatum, Mischungen von Petrolatum und hochmolekulargewichtigem Polybuten, Mineralöl, flüssigen unverdaubaren Ölen (z. B. flüssigen Baumwollsaamensucroseoctaestern) oder Mischungen von flüssigen verdaubaren oder unverdaubaren Ölen mit festen Polyolpolyestern (z. B. Sucroseoctaester, hergestellt aus C22-Fettsäuren), wobei das Verhältnis von flüssigem verdaubarem oder unverdaubarem Öl zu dem festen Polyolpolyester von etwa 96 : 4 bis etwa 80 : 20 reicht, hydriertem oder nichthydriertem Polybuten, mikrokristallinen Wachsen, Polyalken, Paraffin, Cerasin, Ozokerit, Polyethylen, Perhydrosqualen, Dimethiconen, Alkylsiloxan, Polymethylsiloxan, Methylphenylpolysiloxan und Mischungen hiervon. Wenn eine Mischung von Petrolatum und anderen Lipiden verwendet wird, beträgt das Verhältnis von Petrolatum zu den anderen gewählten Lipiden (hydriertes oder nichthydriertes Polybuten oder Polydecen oder Mineralöl) vorzugsweise etwa 10 : 1 bis etwa 1 : 2 und mehr bevorzugt etwa 5 : 1 bis etwa 1 : 1.

B. Wäßrige Reinigungsphase

[0020] Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen umfassen auch eine wäßrige Reinigungsphase, welche einen Stabilisator, ein schäumendes Tensid und Wasser umfaßt. Jede Komponente hiervon wird nachstehend ausführlich beschrieben:

1. Stabilisator

[0021] Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen enthalten auch typischerweise etwa 0,1 bis etwa 10%, vorzugsweise etwa 0,25 bis etwa 8%, mehr bevorzugt etwa 0,5 bis etwa 5%, eines Stabilisators in der wäßrigen Phase.

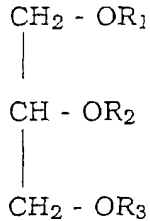
[0022] Der Stabilisator wird verwendet, um ein kristallines stabilisierendes Netzwerk in der Emulsion zu bilden, welches verhindert, daß die Tropfen des lipophilen Hautfeuchthaltmittels verschmelzen und eine Phasentrennung in dem Produkt auftritt. Das Netzwerk zeigt eine zeitabhängige Wiederherstellung der Viskosität nach der Scherung (z. B. Thixotropie).

[0023] Die hierin verwendeten Stabilisatoren sind keine Tenside. Die Stabilisatoren sehen eine verbesserte Lagerungs- und Beanspruchungsstabilität vor, aber ermöglichen, daß die Öl-in-Wasser-Emulsion beim Schäumen eine Entmischung zeigt, und sorgen dadurch für eine erhöhte Lipiddeposition auf der Haut. Dies trifft insbesondere zu, wenn die erfindungsgemäßen Öl-in-Wasser-Reinigungsemulsionen in Verbindung mit einem polymeren rautenmaschigen Schwammhilfsmittel, wie das bei Campagnoli, US-Patent 5,144,744, erteilt am 8. September 1992, hierin unter Bezugnahme eingeschlossen, beschriebene, verwendet werden.

[0024] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfaßt der in den Körperreinigungszusammensetzungen hierin verwendete Stabilisator einen kristallinen hydroxylhaltigen Stabilisator. Dieser Stabilisator kann ein(e) hydroxylhaltige(r) Fettsäure, Fettester oder Fettseife, eine wasserunlösliche wachsartige Substanz oder dergleichen sein.

[0025] Der kristalline hydroxylhaltige Stabilisator ist gewählt aus der Gruppe, bestehend aus:

(i)



worin bedeuten

R_1



$-\text{C}-\text{R}_4(\text{CHOH})_x\text{R}_5(\text{CHOH})_y\text{R}_6;$

R_2 R_1 oder H,

R_3 R_1 oder H,

R_4 C_{0-20} -Alkyl,

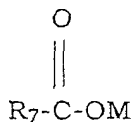
R_5 C_{0-20} -Alkyl,

R_6 C_{0-20} -Alkyl,

$R_4 + R_5 + R_6 = \text{C}_{10-22}$

und worin $1 \leq x + y \leq 4$;

(ii)



worin bedeuten

R_7 $-\text{R}_4(\text{CHOH})_x\text{R}_5(\text{CHOH})_y\text{R}_6$

M Na^+ , K^+ oder Mg^{++} oder H; und

(iii) Mischungen hiervon.

[0026] Einige bevorzugte hydroxylhaltige Stabilisatoren schließen 12-Hydroxystearinsäure, 9,10-Dihydroxystearinsäure, Tri-9,10-dihydroxystearin und Tri-12-hydroxystearin (hydriertes Rizinusöl besteht zum größten Teil aus Tri-12-hydroxystearin) ein. Tri-12-hydroxystearin wird zur Verwendung in den Emulsionszusammensetzungen hierin am meisten bevorzugt.

[0027] Wenn diese kristallinen hydroxylhaltigen Stabilisatoren in den Körperreinigungszusammensetzungen hierin verwendet werden, sind sie typischerweise in einem Anteil von etwa 0,5 bis 10%, vorzugsweise 0,75 bis 8%, mehr bevorzugt 1,25 bis etwa 5%, der flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen anwesend. Der Stabilisator ist unter Umgebungs- bis nahezu Umgebungsbedingungen in Wasser unlöslich.

[0028] Alternativ kann der in den Körperreinigungszusammensetzungen hierin verwendete Stabilisator ein polymeres Verdickungsmittel umfassen. Falls polymere Verdickungsmittel als Stabilisator in den Körperreinigungszusammensetzungen hierin verwendet werden, sind sie typischerweise in einer Menge im Bereich von etwa 0,01 bis etwa 5 Gew.-%, vorzugsweise etwa 0,3 bis etwa 3 Gew.-%, der Zusammensetzung eingeschlossen. Das polymere Verdickungsmittel ist vorzugsweise ein anionisches, nichtionisches, kationisches oder hydrophob modifiziertes Polymer, gewählt aus der Gruppe, bestehend aus kationischen Polysacchariden aus der Klasse der kationischen Guargummen mit Molekulargewichten von 1.000 bis 3.000.000; anionischen, kationischen und nichtionischen Homopolymeren, abgeleitet aus Acryl- und/oder Methacrylsäure; anionischen, kationischen und nichtionischen Celluloseharzen; kationischen Copolymeren von Dimethyldialkylammoniumchlorid

rid und Acrylsäure; kationischen Homopolymeren von Dimethyldialkylammoniumchlorid; kationischen Polyalkylen- und Ethoxypolyalkylenimininen; Polyethylenglykol mit einem Molekulargewicht von 100.000 bis 4.000.000; und Mischungen hiervon. Vorzugsweise ist das Polymer gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Natriumpolyacrylat, Hydroxyethylcellulose, Cetylhydroxyethylcellulose und Polyquaternium-10.

[0029] Ein anderer Stabilisator, welcher in den Körperreinigungszusammensetzungen hierin verwendet werden kann, ist ein C10-C22-Ethylenglykolfettsäureester. C10-C22-Ethylenglykolfettsäureester können auch vorzugsweise in Kombination mit den oben beschriebenen polymeren Verdickungsmitteln verwendet werden. Der Ester ist vorzugsweise ein Diester, mehr bevorzugt ein C14-C18-Diester und am meisten bevorzugt Ethylenglykoldistearat. Wenn C10-C22-Ethylenglykolfettsäureester als Stabilisator in den Körperreinigungszusammensetzungen hierin verwendet werden, sind sie typischerweise in einem Anteil von etwa 3 bis etwa 10%, vorzugsweise etwa 5 bis etwa 8%, mehr bevorzugt etwa 6 bis etwa 8%, der Körperreinigungszusammensetzungen anwesend.

[0030] Eine andere Klasse von Stabilisatoren, die in den erfindungsgemäßen Körperreinigungszusammensetzungen verwendet werden können, umfaßt dispergiertes amorphes Silica, gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Kieselpulver und ausgefälltem Silica und Mischungen hiervon. So wie hierin verwendet, verweist der Begriff "dispergiertes amorphes Silica" auf ein kleines, feinverteiltes, nichtkristallines Silica mit einer mittleren Agglomerat-Teilchengröße von weniger als etwa 100 µm.

[0031] Kieselpulver, welches auch als Bogen-Silica bekannt ist, wird durch die Dampfphasen-Hydrolyse von Silicontetrachlorid in einer Wasserstoff-Sauerstoff-Flamme hergestellt. Man nimmt an, daß der Verbrennungsprozeß Silicdioxidmoleküle hervorbringt, welche unter Bildung von Teilchen kondensieren. Die Teilchen kollidieren miteinander, binden aneinander und backen zusammen. Das Ergebnis dieses Prozesses ist ein dreidimensionales verzweigt-kettiges Aggregat. Wenn sich das Aggregat unterhalb des Schmelzpunkts von Silica abkühlt, welcher etwa 1710°C beträgt, resultieren weitere Kollisionen in einer mechanischen Verhakung der Ketten unter Bildung von Agglomeraten. Ausgefällte Silicas und Silicagele werden im allgemeinen in wäßriger Lösung hergestellt. Vgl. das Technische Datenblatt TD-100 von Cabot mit dem Titel "CAB-O-SIL® Untreated Fumed Silica Properties and Functions", Oktober 1993, das Technische Datenblatt TD-104 von Cabot mit dem Titel "CAB-O-SIL® Fumed Silica in Cosmetic and Personal Care Products", März 1992, beide hierin unter Bezugnahme eingeschlossen.

[0032] Das Kieselpulver weist vorzugsweise eine mittlere Agglomerat-Teilchengröße im Bereich von etwa 0,1 bis etwa 100 µm, vorzugsweise etwa 1 bis etwa 50 µm und mehr bevorzugt etwa 10 bis etwa 30 µm auf. Die Agglomerate bestehen aus Aggregaten, welche eine mittlere Teilchengröße im Bereich von etwa 0,01 bis etwa 15 µm, vorzugsweise etwa 0,05 bis etwa 10 µm, mehr bevorzugt etwa 0,1 bis etwa 5 µm und am meisten bevorzugt etwa 0,2 bis etwa 0,3 µm aufweisen. Das Silica weist vorzugsweise einen Oberflächeninhalt von größer als 50 m²/g, mehr bevorzugt größer als etwa 130 m²/g und am meisten bevorzugt größer als etwa 180 m²/g auf.

[0033] Wenn amorphe Silicas als Stabilisator hierin verwendet werden, sind sie typischerweise in den Emulsionszusammensetzungen in Anteilen im Bereich von etwa 0,1 bis etwa 10%, vorzugsweise etwa 0,25 bis etwa 8% und mehr bevorzugt etwa 0,5 bis etwa 5% anwesend.

[0034] Eine vierte Klasse von Stabilisatoren, welche in den erfindungsgemäßen Körperreinigungszusammensetzungen verwendet werden können, umfaßt einen dispergierten Smectitton, gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Bentonit und Hectorit und Mischungen hiervon. Bentonit ist ein kolloidales Aluminiumtensulfat. Vgl. Merck Index, 11. Auflage, 1989, Eintrag 1062, S. 164, hierin unter Bezugnahme eingeschlossen. Hectorit ist ein Ton, welcher Natrium, Magnesium, Lithium, Silicon, Sauerstoff, Wasserstoff und Fluor enthält. Vgl. Merck Index, 11. Auflage, 1989, Eintrag 4538, S. 729, hierin unter Bezugnahme eingeschlossen.

[0035] Wenn Smectitton als Stabilisator in den erfindungsgemäßen Körperreinigungszusammensetzungen verwendet wird, ist er typischerweise in Mengen im Bereich von etwa 0,1 bis etwa 10%, vorzugsweise etwa 0,25 bis etwa 8% und mehr bevorzugt etwa 0,5 bis etwa 5% eingeschlossen.

2. Schäumendes Tensid

[0036] Die erfindungsgemäßen Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen umfassen auch ein schäumendes Tensid, gewählt aus der Gruppe, bestehend aus anionischen Tensiden, nichtionischen Tensiden, kationischen Tensiden, amphoteren Tensiden und Mischungen hiervon.

[0037] Das schäumende Tensid ist hierin definiert als ein Tensid oder eine Tensidmischung hiervon, welche, wenn kombiniert, eine Gleichgewichtsoberflächenspannung zwischen 15 und 50 Dynes/cm und mehr bevorzugt zwischen 20 und 45 Dynes/cm aufweisen, gemessen bei der CMC (kritischen Mizellenkonzentration) bei 25°C. Einige Tensidmischungen können eine Oberflächenspannung aufweisen, welche geringer ist als diejenige der einzelnen Komponenten hiervon.

[0038] Die Körperreinigungszusammensetzungen hierin umfassen etwa 5 bis etwa 30%, vorzugsweise etwa 5 bis etwa 25% und am meisten bevorzugt etwa 10 bis etwa 25% eines schäumenden Tensids.

[0039] Hier nützliche anionische Tenside schließen ein: Acylisethionate, Acylsarcosinate, Alkylglycerylethersulfonate, Alkylsulfate, Alkylsulfate, Acyllactylat, Methylacyltaurate, Paraffinsulfonate, lineare Alkylbenzolsulfonate, N-Acylglutamate, Alkylsulfosuccinate, alpha-Sulfofettsäureester, Alkylethercarboxylate, Alkylphosphatester, ethoxylierte Alkylphosphatester, alpha-Olefinsulfate, die Alkylethersulfate (mit 1 bis 12 Ethoxygruppen) und Mischungen hiervon, wobei die Tenside C8-C22-Alkylketten enthalten, und wobei das Gegenion gewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Na, K, NH₄ und N(CH₂CH₂OH)₃. Das anionische Tensid wird mehr bevorzugt, wenn es gewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Acylisethionat, Acylsarcosinaten, Acyllactylaten, Alkylsulfosuccinaten, Alkylglycerylethersulfonaten, Methylacyltauraten, Alkylethersulfaten, Alkylsulfaten, Alkylphosphatestern und Mischungen hiervon, wobei die Tenside C8- bis C14-Alkylketten enthalten, und in einem Anteil von etwa 8 bis etwa 20% anwesend ist.

[0040] Amphotere synthetische Tenside können nicht als das alleinige Tensid in diesem Produkt wirksam sein, aber werden als ein Co-Tensid in einem geringeren Anteil von etwa 1 bis etwa 10 Gewichtsteilen bevorzugt, und die mehr bevorzugten Typen sind gewählt aus Alkylamphomono- und -diacetaten, Alkylbetainen, Alkyldimethylaminoxiden, Alkylsultainen, Alkylamidopropylbetainen, Alkylamidopropylhydroxysultainen und Mischungen hiervon, wobei diese Tenside C8- bis C22-Alkylketten enthalten.

[0041] Nichtionische synthetische Tenside können nicht als das alleinige Tensid in diesem Produkt wirksam sein, aber können als ein Co-Tensid in einem geringeren Anteil von etwa 1 bis etwa 15 Gew.-% verwendet werden. Die mehr bevorzugten Typen sind gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Alkylglucoseamiden, Alkylglucoseestern, Polyoxyethylenamiden, Fettalkanamiden, Alkylaminoxiden, Alkylpolyglucosiden, Polyoxyethylenalkylphenolen, Polyoxyethylenestern von Fettsäuren, EO/PO-Blockcopolymeren wie Polyoxaminen und Polyoxameren, Sorbitanestern und Alkoholestern, und Mischungen hiervon.

[0042] Kationische synthetische Tenside können nicht als das alleinige Tensid in diesem Produkt wirksam sein, aber werden als ein Co-Tensid in einem geringeren Anteil von etwa 0,5 bis etwa 6 Gew.-% bevorzugt. Die mehr bevorzugten Typen der kationischen Tenside sind gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Alkyltrimoniumchlorid und -methosulfat, und Dialkyldimoniumchlorid und -methylsulfat, und Alkylalkoniumchlorid und -methylsulfat, und Mischungen hiervon. Diese Tenside enthalten C12 bis C24 Kohlenstoffatome pro Alkylkette. Das am meisten bevorzugte kationische Tensid ist gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Stearalkoniumchlorid, Stearyltrimoniumchlorid, Distearyltrimoniumchlorid und Mischungen hiervon. Kationische Tenside können auch als eine Lipid-Depositionshilfe wirksam sein.

[0043] Die flüssigen Emulsionszusammensetzungen hierin können zusätzlich zu dem schäumenden synthetischen Tensid auch wahlweise eine C8-C14-Fettsäureseife enthalten, wobei die Seife ein Gegenion aufweist, gewählt aus der Gruppe, bestehend aus K und N(CH₂CH₂OH)₃, und Mischungen hiervon. In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfassen die flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen weniger als etwa 5 Gew.-%, vorzugsweise weniger als etwa 4 Gew.-%, mehr bevorzugt weniger als etwa 3 Gew.-% und am meisten bevorzugt weniger als etwa 2 Gew.-% einer Fettsäureseife.

3. Wasser

[0044] Die erfindungsgemäßen feuchthaltenden Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen umfassen Wasser als einen wesentlichen Bestandteil. Das Wasser ist typischerweise in einem Anteil von etwa 30 bis etwa 80%, vorzugsweise etwa 40 bis etwa 75% und am meisten bevorzugt etwa 40 bis etwa 65% der erfindungsgemäßen Körperreinigungszusammensetzungen vorhanden.

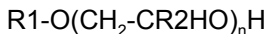
4. Wahlweise Bestandteile

[0045] Die erfindungsgemäßen Körperreinigungszusammensetzungen können auch eine Reihe von wahlweisen Bestandteilen in der wäßrigen Phase enthalten.

[0046] Zum Beispiel können die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen wahlweise ein wasserdispergierbares, gelbildendes Polymer einschließen. Dieses Polymer ist vorzugsweise ein anionisches, nichtionisches, kationisches oder hydrophob modifiziertes Polymer, gewählt aus der Gruppe, bestehend aus kationischen Polysacchariden aus der Klasse der kationischen Guargummen mit Molekulargewichten von 1.000 bis 3.000.000; anionischen, kationischen und nichtionischen Homopolymeren, abgeleitet aus Acryl- und/oder Methacrylsäure; anionischen, kationischen und nichtionischen Celluloseharzen; kationischen Copolymeren von Dimethyldialkylammoniumchlorid und Acrylsäure; kationischen Homopolymeren von Dimethyldialkylammoniumchlorid; kationischen Polyalkylen- und Ethoxypolyalkyleniminen; Polyethylenglykol mit einem Molekulargewicht von 100.000 bis 4.000.000; und Mischungen hiervon. Vorzugsweise ist das Polymer gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Natriumpolyacrylat, Hydroxyethylcellulose, Cetylhydroxyethylcellulose und Polyquaternium-10.

[0047] Das Polymer ist vorzugsweise in den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen in einem Anteil von etwa 0,1 Teilen bis 1 Teil und mehr bevorzugt 0,1 Teilen bis 0,5 Teilen eingeschlossen. Die Polymere können zusätzlich dazu, daß sie eine Produktstabilisierung vorsehen, das sensorische Gefühl des Lipids auf der Haut verbessern. Das verbesserte sensorische Gefühl resultiert aus einer verringerten Klebrigkeit und Fettigkeit und einer verbesserten Weichheit. Eine besonders bevorzugte Ausführungsform ist die Verwendung einer Mischung von Polymeren, wobei einige hiervon zur Produktstabilisierung bevorzugt werden und einige für ein verbessertes sensorisches Gefühl bevorzugt werden. Bevorzugte Polymere zur Verbesserung des sensorischen Gefühls sind gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Polyethylenglykol, Hydroxypropylguar, Guarhydroxypropyltrimoniumchlorid, Polyquaternium-3, -5, -6, -7, -10, -11 und -24, und Mischungen hiervon.

[0048] Eine andere besonders bevorzugte wahlweise Komponente der vorliegenden Zusammensetzungen umfaßt ein oder mehrere Befeuchtungsmittel und gelöste Stoffe. Eine Vielzahl von Befeuchtungsmitteln und gelösten Stoffen kann verwendet werden und kann in einem Anteil von etwa 0,5 bis etwa 25% und mehr bevorzugt etwa 3,0 bis etwa 20% anwesend sein. Die Befeuchtungsmittel und gelösten Stoffe sind nichtflüchtige organische Materialien mit einer Löslichkeit von mindestens 5 Teilen in 10 Teilen Wasser. Ein bevorzugtes wasserlösliches organisches Material ist gewählt aus der Gruppe, bestehend aus einem Polyol der Struktur:



worin R1 = H oder C1-C4-Alkyl; R2 = H oder CH₃; und n = 1–200; C2-C10-Alkandiolen; Guanidin; Glycolsäure und Glycolatsalzen (z. B. Ammonium und quaternäres Alkylammonium); Milchsäure und Lactatsalzen (z. B. Ammonium und quaternäres Alkylammonium); Polyhydroxyalkoholen wie Sorbit, Glycerin, Hexantriol, Propylenglykol, Hexylenglykol und dergleichen; Polyethylenglykol; Zuckern und Stärken; Zucker- und Stärkederivaten (z. B. alkoxylierte Glucose); Panthenol (einschließlich D-, L- und die D,L-Formen); Pyrrolidon; Carbonsäure; Hyaluronsäure; Lactamidmonoethanolamin; Acetamidmonoethanolamin; Harnstoff; und Ethanolaminen der allgemeinen Struktur (HOCH₂CH₂)_xNH_y, worin x = 1–3 ist, y = 0–2 ist, und x + y = 3 ist; und Mischungen hiervon. Die am meisten bevorzugten Polyole sind gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Glycerin, Polyoxypropylen-(1)-glycerol und Polyoxypropylen-(3)-glycerol, Sorbit, Butylenglykol, Propylenglykol, Saccharose, Harnstoff und Triethanolamin.

[0049] Bevorzugte wasserlösliche organische Materialien sind gewählt aus der Gruppe, bestehend aus Glycerin, Polyoxypropylen-(1)-glycerol und Polyoxypropylen-(3)-glycerol, Sorbit, Butylenglykol, Propylenglykol, Saccharose und Harnstoff und Triethanolamin.

[0050] Die Verwendung von Öl-Verdickungspolymeren, wie solchen, welche aufgeführt sind in EP 0 547 897 A2 an Hewitt, veröffentlicht am 23. Juni 1993, hierin unter Bezugnahme eingeschlossen, in der Wasserphase der erfindungsgemäßen Emulsionen kann auch nützlich sein.

[0051] Eine Vielzahl von zusätzlichen Bestandteilen kann in die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen eingebracht werden. Diese Materialien, einschließlich, aber nicht begrenzt auf, flüssige Erscheinungshilfen, Salze und deren Hydrate, und andere "Füllstoffmaterialien" sind in US-Patent 5,340,492 an Kacher et al., erteilt am 23. August 1994, und US-Patent Nr. 4,919,934 an Deckner et al., erteilt am 24. April 1990, hierin unter Bezugnahme eingeschlossen, aufgeführt.

[0052] Andere nichtbegrenzende Beispiele dieser zusätzlichen Bestandteile schließen Vitamine und Derivate hiervon (z. B. Ascorbinsäure, Vitamin E, Tocopherylacetat und dergleichen); Sonnenschutzmittel; Verdickungsmittel (z. B. Polyolalkoxyester, erhältlich als Crothix von Croda, in Anteilen von bis zu 2%, und Xanthangummi in Anteilen von bis zu etwa 2%); Konservierungsmittel zur Aufrechterhaltung der antimikrobiellen Integrität der

Zusammensetzungen; Anti-Akne-Medikamente (Resorcinol, Salicylsäure und dergleichen); Antioxidationsmittel; Hauterweichungs- und -heilmittel wie Aloe vera-Extrakt, Allantoin und dergleichen; Chelatoren und Sequestranten; und für ästhetische Zwecke geeignete Mittel, wie Duftstoffe, etherische Öle, Hautanfühlhilfen, Pigmente, Hilfsmittel mit Perlmutteffekt (z. B. Glimmer und Titandioxid), Zusätze zum Vorsehen eines schmirgelnden Gefühls beim Abspülen (z. B. Kieselpulver), Zusätze zur Erhöhung der Deposition (z. B. maleiertes Sojabohnenöl in Anteilen von bis zu 3%), Pigmentfarben, Färbemittel und dergleichen (z. B. Nelkenöl, Menthol, Kampfer, Eukalyptusöl und Eugenol) ein.

II. Verfahren zur Herstellung der feuchthaltenden flüssigen Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen hierin

[0053] In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden flüssige Körperreinigungsemulsionen, welche lipophile Hautfeuchthaltemittel enthalten, worin die Tropfen die erforderliche Teilchengröße aufweisen, durch Einkapseln der lipophilen Hautfeuchthaltemittel innerhalb eines komplexen Koazervats, um die Integrität der großen Tropfen während der Verarbeitung und Verpackung der Reinigungszusammensetzungen zu bewahren, hergestellt. Um den Feuchthaltevorteil zu erhalten, muß das lipophile Hautfeuchthaltemittel sich jedoch auf der Haut abscheiden können. Daher muß das komplexe Koazervat, welches das lipophile Hautfeuchthaltemittel während der Verarbeitung der flüssigen Körperreinigungszusammensetzung einkapselt, von einer solchen Beschaffenheit sein, das es dennoch erlaubt, daß das darin enthaltene lipophile Hautfeuchthaltemittel sich auf der Haut abscheidet.

[0054] Die Hauptfaktoren, welche die Fähigkeit des komplexen Koazervats beeinflussen, die Integrität der Teilchen während der Verarbeitung zu bewahren und dennoch erlauben, daß das Feuchthaltemittel sich auf der Haut abscheidet, sind die relative Festigkeit/Weichheit des komplexen Koazervats und die Dicke des komplexen Koazervats. Insbesondere muß das komplexe Koazervat ausreichend fest und hinreichend dick sein, um die Integrität der Teilchen des lipophilen Hautfeuchthaltemittels während der Verarbeitung der flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen zu bewahren, aber es muß ausreichend weich und hinreichend dünn sein, um zu erlauben, daß das darin eingekapselte lipophile Hautfeuchthaltemittel sich auf der Haut abscheidet. Es ist festgestellt worden, daß eine geeignete Festigkeit für das komplexe Koazervat von etwa 50 bis etwa 1.400 Gramm an Kraft, vorzugsweise etwa 400 bis etwa 1.200 Gramm an Kraft und mehr bevorzugt etwa 600 bis etwa 1.000 Gramm an Kraft reicht, gemessen durch das Koazervat-Festigkeitsverfahren, welches nachstehend in dem Abschnitt Analysenverfahren beschrieben wird. Es ist ferner festgestellt worden, daß das komplexe Koazervat eine geeignete Dicke aufweist, wenn mindestens etwa 10%, vorzugsweise mindestens etwa 30%, mehr bevorzugt mindestens etwa 50% und am meisten bevorzugt mindestens etwa 70% der eingekapselten Teilchen des lipophilen Hautfeuchthaltemittels in dem Endprodukt nicht kugelförmig sind. Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung sind nicht kugelförmige Teilchen solche Teilchen mit einem Seitenverhältnis (Länge dividiert durch die Breite) von größer als 1,1. Man nimmt an, daß die nicht kugelige Form der Teilchen direkt mit der Dicke des komplexen Koazervats in Beziehung steht und daß die Dicke des komplexen Koazervats direkt zu der Deposition einer bestimmten Teilchengrößenverteilung proportional ist.

[0055] Das in dieser Ausführungsform der Erfindung verwendete Koazervat ist ein Komplex aus einem Polykation mit einem minimalen Filtratgewicht von etwa 10 g und einem Polyanion. Das komplexe Koazervat umfaßt typischerweise etwa 0,1 bis etwa 15%, vorzugsweise etwa 0,5 bis etwa 10%, mehr bevorzugt etwa 1 bis etwa 5%, eines Polykations und etwa 0,01 bis etwa 10%, vorzugsweise etwa 0,05 bis etwa 5%, mehr bevorzugt etwa 0,1 bis etwa 1%, eines Polyanions. Das Verhältnis von Polykation zu Polyanion in dem temporären komplexen Koazervat reicht von etwa 30 : 1 bis etwa 1 : 5, vorzugsweise etwa 20 : 1 bis etwa 1 : 2 und mehr bevorzugt etwa 15 : 1 bis etwa 1 : 1. Typischerweise bestehen etwa 50 bis etwa 95% jeder Kapsel aus dem lipophilen Hautfeuchthaltemittel. Das Verhältnis des lipophilen Hautfeuchthaltemittels zu dem komplexen Koazervat reicht typischerweise von etwa 5 : 1 bis etwa 1 : 5, vorzugsweise etwa 3 : 1 bis etwa 1 : 3 und mehr bevorzugt etwa 2 : 1 bis etwa 1 : 2.

[0056] Wenn dieses Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen verwendet wird, umfassen die Zusammensetzungen etwa 1 bis etwa 35%, vorzugsweise etwa 5 bis etwa 30% und mehr bevorzugt etwa 10 bis etwa 25% des eingekapselten lipophilen Hautfeuchthaltemittels. Die Menge an eingekapseltem lipophilem Hautfeuchthaltemittel, welche in den Körperreinigungszusammensetzungen eingeschlossen ist, ist eine solche Menge, daß die Zusammensetzung etwa 1 bis etwa 30%, vorzugsweise etwa 3 bis etwa 25% und mehr bevorzugt etwa 5 bis etwa 25% des lipophilen Hautfeuchthaltemittels enthält. Typischerweise enthält die Körperreinigungszusammensetzung etwa 0,1 bis etwa 5%, vorzugsweise etwa 0,3 bis etwa 3% und mehr bevorzugt etwa 0,5 bis etwa 1,5% des Polykations und etwa 0,01 bis etwa 1%, vorzugsweise etwa 0,02 bis etwa 0,5% und mehr bevorzugt etwa 0,03 bis etwa 0,2% des

Polyanions.

[0057] Polykationen, welche zur Verwendung in dieser Ausführungsform zur Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen geeignet sind, weisen ein minimales Filtratgewicht von etwa 10 g, vorzugsweise etwa 15 g und mehr bevorzugt etwa 20 g auf, gemessen durch das Filtratgewichtsverfahren, welches nachstehend in dem Abschnitt Analysenverfahren dargelegt ist. Polykationen mit einem Filtratgewicht von weniger als etwa 10 g bilden bei der Kombination mit dem Polyanion kein hinreichend dickes Koazervat, um die Integrität der Teilchen des lipophilen Hautfeuchthalttemittels während der Verarbeitung der flüssigen Körperreinigungszusammensetzung zu bewahren.

[0058] Proteine mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht im Bereich von etwa 50 bis etwa 1.000.000 sind bevorzugte Polykationen zur Verwendung in dieser Ausführungsform zur Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen. Bevorzugte Proteine zur Verwendung hierin schließen zum Beispiel Gelatine, Ovalbumin, Serumalbumin, Casein, Chitin und Mischungen hiervon ein.

[0059] Gelatine ist ein besonders bevorzugtes Protein zur Verwendung als ein Polykation in dieser Ausführungsform zur Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen. Gelatine kann gemäß der Quellkraft charakterisiert werden. Die Quellkraft ist die Kraft (gemessen in Gramm), welche erforderlich ist, um die Oberfläche eines 63/3% Gew./Gew. Gels, das bei 10°C für 16–18 Stunden altern konnte, eine Distanz von 4 mm unter Verwendung eines Flachbodenkolbens mit einem Durchmesser von 12,7 mm einzudrücken. Das verwendete Meßgerät ist das Bloom Gelometer. Eine halbautomatische Version des Bloom Electronic Jelly Testers kann auch verwendet werden. Gelatinen mit einer Quellkraft im Bereich von etwa 60 bis etwa 300, vorzugsweise etwa 100 bis etwa 300, mehr bevorzugt etwa 150 bis etwa 300 und am meisten bevorzugt etwa 200 bis etwa 300 sind zur Verwendung hierin geeignet.

[0060] Andere Polykationen mit dem erforderlichen Filtratgewicht, wie Polyvinylamin und Cellulosederivate, können auch geeigneterweise hierin verwendet werden.

[0061] Die zur Verwendung hierin geeigneten Polyanionen schließen zum Beispiel Polyphosphat, Gummi arabicum, Natriumalginat, Carragen, Celluloseacetat, Phthalat, Pektin, Carboxymethylcellulose, Ethylenmaleinsäureanhydrid und Mischungen hiervon ein.

[0062] Polyphosphat ist ein besonders bevorzugtes Polyanion zur Verwendung hierin.

[0063] Das eingekapselte lipophile Hautfeuchthalttemittel kann durch Herstellen einer heißen wäßrigen Lösung aus einem Polykation und einem Polyanion bei einer Temperatur, welche größer ist als der Schmelzpunkt des lipophilen Hautfeuchthalttemittels, und Einmischen des lipophilen Hautkonditionierungsmittels unter scheinungsarmen Bedingungen, wobei kein Vernetzungsmittel verwendet wird, hergestellt werden. Wenn das Polykation Gelatine ist, wird der pH innerhalb des Bereichs von etwa 3,5 bis etwa 5,0 eingestellt. Das Polykation und das Polyanion komplexieren unter Bildung eines Koazervats, und beim Abkühlen trennt sich das Koazervat als eine Wand ab, welche das lipophile Hautfeuchthalttemittel eingekapselt.

[0064] Es ist wichtig, daß die Mischung aus Polykation, Polyanion und lipophilem Hautfeuchthalttemittel im wesentlichen frei an einem Vernetzungsmittel ist, um sicherzustellen, daß das komplexe Koazervat die erforderlichen Festigkeitseigenschaften besitzt. Wenn wesentliche Mengen eines Vernetzungsmittels hierin verwendet werden, ist das komplexe Koazervat zu fest, um zu erlauben, daß das darin enthaltene lipophile Hautfeuchthalttemittel sich auf der Haut abscheidet. So wie hierin verwendet, bedeutet "im wesentlichen frei an einem Vernetzungsmittel", daß die Mischung weniger als etwa 0,25% eines Vernetzungsmittels enthält. Vernetzungsmittel sind Elemente, Gruppen oder Verbindungen, welche zwei Ketten von polymeren Molekülen durch Verknüpfung bestimmter Kohlenstoffatome der Ketten durch vorwiegend chemische Bindungen miteinander vernetzen. Vernetzungsmittel schließen zum Beispiel Glutaraldehyd, Harnstoff, Formaldehyd, Phenol, Gerbsäure und Mischungen hiervon ein.

[0065] Wenn die lipophilen Hautfeuchthalttemittel eingekapselt sind, ist die Teilchengröße des lipophilen Hautfeuchthalttemittels eine Funktion des UpM-Werts des Mischers, der Zusammensetzung der wäßrigen Lösung und der Rheologie der wäßrigen Lösung. Im allgemeinen gilt, je niedriger der UpM-Wert des Mischers ist, desto größer ist die Teilchengröße des eingekapselten lipophilen Hautfeuchthalttemittels. Um eine große Teilchengröße für das eingekapselte lipophile Hautfeuchthalttemittel zu erzielen, werden auch vorzugsweise Emulgiermittel wie Tenside in der wäßrigen Lösung vermieden, und sie sollte auch im wesentlichen ein Newtonsches Verhalten und eine nichtviskose Rheologie zeigen.

[0066] Wenn die eingekapselten Teilchen des lipophilen Hautfeuchthaltemittels in die Matrix des Körperreinigungsmittels eingemischt werden, ist das Ausmaß der mechanischen Beanspruchung, welche auf die eingekapselten Teilchen ausgeübt wird, derart, daß mindestens etwa 10% der eingekapselten Teilchen in dem Endprodukt nicht kugelförmig sind.

[0067] Ein anderes Verfahren zur Herstellung von flüssigen Körperreinigungsemulsionszusammensetzungen, welche lipophile Hautfeuchthaltemittel mit der erforderlichen Teilchengröße enthalten, ist das Einbringen des lipophilen Hautfeuchthaltemittels in die Matrix des flüssigen Körperreinigungsmittels unter sehr scherungsarmen Bedingungen. Herkömmliche Beimischungstechniken (z. B. das chargenweise Mischen in einem Tank mit einem Rührwerk und das reihenweise statische Mischen) können eine geringe Scherung vorsehen. Um eine geringe Scherung bei der chargenweisen Beladung eines Tanks mit einem Rührwerk vorsehen, wird ein niedriger UpM-Wert verwendet. Um eine geringe Scherung bei der Verwendung eines statischen Mischers zu erreichen, wird die Anzahl an Elementen minimiert, wird der Durchmesser maximiert und wird die Durchflußrate minimiert. Statische Kock- oder Kenics-Mischer können in dieser Ausführungsform zur Herstellung der erfindungsgemäßen feuchthaltenden flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen verwendet werden.

III. Eigenschaften der flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen hierin

[0068] Um die oben beschriebenen Depositionsvorteile zu erreichen und um für den Verbraucher annehmbar zu sein, ist es wichtig, daß die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen bestimmte rheologische Eigenschaften besitzen. Insbesondere weisen die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen eine Viskosität im Bereich von etwa 2.000 Centipoise bis etwa 100.000 Centipoise, vorzugsweise etwa 5.000 Centipoise bis etwa 70.000 Centipoise, mehr bevorzugt etwa 10.000 Centipoise bis etwa 40.000 Centipoise, und eine Fließgrenze im Bereich von etwa 5 bis etwa 90 Dynes/cm², vorzugsweise etwa 7 bis etwa 50 Dynes/cm², mehr bevorzugt etwa 9 bis etwa 40 Dynes/cm² und am meisten bevorzugt etwa 11 bis etwa 30 Dynes/cm² auf, gemessen durch das Fließgrenzenverfahren, welches nachstehend in dem Abschnitt Analysenverfahren dargelegt ist.

[0069] Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen sehen klinisch wirksame Feuchthaltevorteile für die Haut vor. Man nimmt an, daß diese Vorteile auf die drastisch erhöhte Deposition eines lipophilen Hautfeuchthaltemittels, das relativ große Tropfen umfaßt, im Vergleich zu lipophilen Hautfeuchthaltemitteln, welche kleinere Tropfen umfassen, zurückzuführen sind. Die erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen weisen einen Depositionswert von mindestens etwa 10 µg/cm², vorzugsweise mindestens etwa 15 µg/cm², mehr bevorzugt mindestens etwa 20 µg/cm² und am meisten bevorzugt mindestens etwa 30 µg/cm² des lipophilen Hautfeuchthaltemittels auf der Haut auf, gemessen durch das Depositionsverfahren, welches nachstehend in dem Abschnitt Analysenverfahren dargelegt ist.

Analysenverfahren

[0070] Eine Reihe von Parametern, welche zur Charakterisierung von Elementen der vorliegenden Erfindung verwendet werden, werden durch bestimmte experimentelle Analysenverfahren quantifiziert. Jedes dieser Verfahren wird nachstehend ausführlich beschrieben:

1. Konsistenz (k) und Scherindex (n) des lipophilen Hautfeuchthaltemittels

[0071] Das Carrimed CSL 100 Controlled Stress Rheometer wird verwendet, um den Scherindex, n, und die Konsistenz, k, des hierin verwendeten lipophilen Hautfeuchthaltemittels zu bestimmen. Die Bestimmung wird bei 35°C mit dem 4 cm/2°-Konus-Meßsystem, typischerweise eingestellt auf einen 51 µm-Spalt, und mit Hilfe der programmierten Anwendung einer Scherbeanspruchung (typischerweise etwa 0,06 Dynes/cm² bis etwa 5.000 dynes/cm²) mit der Zeit durchgeführt. Falls diese Beanspruchung eine Deformation der Probe zur Folge hat, d. h. eine elastische Verformung der Meßgeometrie von mindestens 10–4 rad/sec, dann wird diese Verformungsrate als eine Scherrate angezeigt. Diese Daten werden verwendet, um eine Fließkurve der Viskosität μ im Vergleich zu der Scherrate $\dot{\gamma}$ für das Material aufzustellen. Diese Fließkurve kann dann modelliert werden, um einen mathematischen Ausdruck bereitzustellen, welcher das Verhalten des Materials innerhalb bestimmter Grenzen der Scherbeanspruchung und der Scherrate beschreibt. Diese Ergebnisse wurden an das folgende allgemein anerkannte Potenzgesetzmodell angepaßt (vgl. zum Beispiel: "Chemical Engineering" von Coulson und Richardson, Pergamon, 1982; oder "Transport Phenomena" von Bird, Stewart und Lightfoot, Wiley, 1960):

Viskosität, $\mu = k(\dot{\gamma})^{n-1}$.

2. Viskosität der flüssigen Körperreinigungszusammensetzung

[0072] Das Wells-Brookfield Konus/Platten-Modell DV-II+-Viskosimeter wird verwendet, um die Viskosität der flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen hierin zu bestimmen. Die Bestimmung wird bei 25°C mit dem 2,4 cm°-Konus(Spindel CP-41)-Meßsystem mit einem Spalt von 0,013 mm zwischen den zwei kleinen Stiften auf dem jeweiligen Konus und der Platte durchgeführt. Die Messung wird durch Injizieren von 0,5 ml der zu analysierenden Probe zwischen den Konus und die Platte und Drehen des Konus bei einer eingestellten Geschwindigkeit von 1 UpM ausgeführt. Der Widerstand gegen die Drehung des Konus ruft ein Drehmoment hervor, welches proportional zu der Scherbeanspruchung der flüssigen Probe ist. Der Wert des Drehmoments wird abgelesen und durch das Viskosimeter basierend auf den geometrischen Konstanten des Konus, der Drehgeschwindigkeit und der mit dem Drehmoment verbundenen Beanspruchung in absolute Centipoise-Einheiten (mPa*s) umgerechnet.

2. Deposition des lipophilen Hautfeuchthaltemittels

A. Vorbereitung

[0073] Die Arme werden mit einem seifenfreien, lipidfreien Produkt gewaschen, um die Hintergrundinterferenz so weit wie möglich zu reduzieren, und dann trocken getupft. Das Individuum befeuchtet dann die gesamte Oberfläche des inneren Unterarms für fünf Sekunden mit 95–100 F warmem Leitungswasser. Das Individuum durchtränkt dann eine Quaste, wie die bei Campagnoli, US-Patent 5,144,744, erteilt am 8. September 1992, beschriebene, und läßt die Quaste für 10 Sekunden abtropfen. Ein Milliliter der flüssigen Körperreinigungszusammensetzung, welche das lipophile Hautfeuchthaltemittel enthält, wird auf den Unterarm des Individuums aufgebracht, und dann wird das Produkt mit der Quaste für 10 Sekunden verrieben, um Schaum zu erzeugen. Der Schaum wird für 15 Sekunden auf dem Unterarm belassen, gefolgt durch ein gründliches Abspülen für 15 Sekunden, wobei das Wasser vom inneren Ellbogen zum Handgelenk fließt. Der Arm des Individuums wird dann mit einem Papierhandtuch trocken getupft. Das Individuum läßt dann den Arm für 30 Sekunden "an der Luft trocknen".

B. Depositionsprotokoll – Sebumeter

[0074] Die Deposition des lipophilen Hautfeuchthaltemittels auf der Haut wird unter Verwendung des Sebumeters SM810 gemessen, welcher im Handel von der Courage und Khazaka GmbH erhältlich ist. Das Sebumeter mißt die Menge des lipophilen Hautfeuchthaltemittels, welches auf der Haut abgeschieden worden ist, mittels Photometrie unter Verwendung eines speziellen Kunststoffstreifens, welcher durchsichtig wird, wenn er das lipophile Hautfeuchthaltemittel absorbiert. Der Kunststoffstreifen ist über einen Spiegel hinaus verlängert, welcher mit einer Feder verbunden ist. Die Meßsonde der Vorrichtung (bestehend aus Feder, Spiegel und Kunststoffstreifen) wird für 30 Sekunden gegen die Haut gedrückt. Der Depositionswert ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) gibt die Menge des lipophilen Hautfeuchthaltemittels auf der Haut an. Der Depositionswert erhöht sich mit der zunehmenden Menge des lipophilen Hautfeuchthaltemittels. Das Verfahren ist gegen Feuchtigkeit unempfindlich. Die Sebumeter-Ablesewerte (3) werden über die Länge des Unterarms genommen, und der Depositionswert ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) ist definiert als der Mittelwert der drei Ablesewerte, dividiert durch einen Umrechnungsfaktor, um die Sebumeter-Ablesewerte in tatsächliche Depositionsmengen in $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ umzurechnen.

[0075] Das Sebumeter weist die folgenden Begrenzungen auf:

1. Der Sebumeterstreifen weist auch natürliche Hautlipide nach. Ein Kriterium dieses Tests ist, daß der mit dem Sebumeter gemessene Basislinienwert der Individuen vor dem Waschen weniger als oder gleich 3 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ Unterarmhaut beträgt.
2. Das Sebumeter kann ähnlich wie andere Oberflächenextraktionsmessungen nicht das gesamte abgeschiedene lipophile Hautfeuchthaltemittel messen. Falls die Hauttopographie wellenförmig ist, ist es möglich, daß ein Teil des abgeschiedenen lipophilen Hautfeuchthaltemittels nicht durch den Sebumeterstreifen extrahiert werden kann.
3. Der Sebumeterstreifen wird bei einem Depositionswert oberhalb etwa 300 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ abgesättigt; so daß durch dieses Verfahren nur Depositionswerte bis zu etwa 300 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ messen werden können.
4. Verschiedene lipophile Hautfeuchthaltemittel weisen unterschiedliche Umrechnungsfaktoren auf. Zum Testen von Nichtpetrolatum-Lipiden ist eine neue Kalibrierungskurve erforderlich.

C. Kalibrierung

[0076] Um die Sebumeter-Daten, welche erhalten werden, wie oben beschrieben, in Depositionsdaten umzu-

wandeln, ist es notwendig, einen Umrechnungsfaktor zu bilden. Um den Umrechnungsfaktor zu bilden wird eine Extraktion für jedes Lipidsystem durchgeführt, und die extrahierte Probe wird mittels Gaschromatographie analysiert. Die Extraktion wird gleichzeitig mit der Sebumeter-Ablesung durchgeführt und wird für den gleichen Unterarm ausgeführt. Das Extraktionsverfahren ist wie folgt:

- 1) Ein offener Glaszylinder (mit einem Durchmesser von 2 Inches) wird auf dem inneren Unterarm des Individuums plaziert und an der Stelle sicher befestigt.
- 2) 5 ml Extraktionslösungsmittel werden zu dem Zylinder zugegeben.
- 3) Die Flüssigkeit wird auf dem Arm des Individuums unter Verwendung eines stumpfen Glasrührstabs für 30 Sekunden gerührt. Der gesamte Oberflächeninhalt des umfaßten Unterarms wird mit dem Lösungsmittel behandelt.
- 4) Die Flüssigkeit wird unter Verwendung einer Einmal-Vollpipette in ein 6 Dram-Fläschchen überführt.
- 5) Die Schritte 2–5 werden zweimal wiederholt (insgesamt drei Proben, 15 ml gesammeltes Lösungsmittel).

[0077] Die extrahierte Probe wird dann mittels Gaschromatographie wie folgt analysiert:

Apparatur

Gaschromatograph	HP 5890 oder ein Äquivalent, ausgestattet mit einem Kapillar-Einlaßsystem und einem Flammen-Ionisations-Detektor
Integrationsystem	PEN Turbochrom V. 4.0-Datensystem oder HP 3396 Serie II-Integrator oder ein Äquivalent mit Peak-Gruppenbildungsvermögen
Säule	DB-5ht, 30 M × 0,32 mm I. D., 0,10 µm Filmdicke, J&W Scientific, Kat. Nr. 123-5731
Analysenwaage	Abwiegekapazität 0,0001 g
Pipette	1 ml, Klasse A
Meßkolben:	1.000 ml, 100 ml, mit Glasstopfen
Glasspritze:	100 µl Volumen
Autosampler-Fläschchen:	Mit Klemmverschlüssen
Trockenbad:	Eingestellt auf 80–85°C
Pipettor:	Eppendorf-Repeater mit 12,5 ml-Reservoir
Rührplatte und Rührstäbchen:	Teflonbeschichtete Rührstäbchen

Reagenzien

Heptan	ACS-Qualität
Squalan	Aldrich, Kat. Nr. 23,431-1, oder ein Äquivalent
Lipidstandard	

GC-Bedingungen

Trärgas:	Helium mit UHP-Qualität oder Helium mit normaler Qualität, gereinigt durch ein Trockenrohr und einen Sauerstoff-Gaswäscher. Fließdruck eingestellt auf 25 psi mit 25 ml/min-Aufspaltung.
Injektionsmodus	Aufspaltungslos
Injektionsvolumen:	2 µl
Injektor-Temperatur:	310°C
Ofentemperaturprogramm:	100°C für 0 Minuten @ 10°C/min auf 350°C; Halten für 6 min
Detektor-Temperatur:	350°C
Wasserstoff- und Luftströme	Optimiert für den verwendeten Gaschromatograph
Bündelungsfaktor:	2

Lösungen

- Interne Standardlösung:** In einem sauberen trockenen 100 ml-Meßkolben werden mit einer Analysenwaage 0,1 g Squalan abgewogen, wobei das Gewicht auf 0,0002 g genau eingestellt wird. Das Volumen wird mit Heptan aufgefüllt, der Kolben wird verschlossen, und die Lösung wird gerührt, um das Squalan zu lösen. (Eine 1 : 1000-Verdünnung dieser Lösung kann als Extraktionslösungsmittel bei der Erzeugung von Proben verwendet werden.)
- Lipidstammlösung:** In einem sauberen trockenen 100 ml-Meßkolben werden mit einer Analysenwaage 0,5 g Lipidstandard abgewogen, wobei das Gewicht auf 0,0002 g genau eingestellt wird. Das Volumen wird mit Heptan aufgefüllt, der Kolben wird verschlossen, und die Lösung wird zum Mischen gerührt.
- Lipid-Arbeitsstandards:** Drei Autosampler-Fläschchen werden wie folgt markiert: "100 µg", "300 µg" und "500 µg". Unter Verwendung der Glasspritze werden 15 µl der internen Standardlösung in jedes Fläschchen transferiert. Die Spritze wird mit Heptan gut gespült und dann verwendet, um die folgenden Mengen der Lipidstammlösung in die Fläschchen einzubringen:

Std. Vol. Stammlsg. (µl)

100 µg 20

300 µg 60

500 µg 100

Die Lösung wird mit etwa 0,5 ml Heptan verdünnt, die Fläschchen werden verschlossen und zum Mischen geschüttelt.

Arbeitsgang

1. Kalibrierung: Jeder Standard wird unter den obigen Bedingungen laufen gelassen. Die 10–14 größten Peaks aus dem Kalibrierungslauf werden ausgewählt und es wird eine Peakgruppe innerhalb der Kalibrierung des Verfahrens gebildet. Die Menge des Lipids in dem Standard wird der Gruppe für jeden Kalibrierungswert zugewiesen. Das Flächenverhältnis wird auf der y-Achse aufgetragen. Die Linie darf nicht durch den Ursprung führen oder den Ursprung einschließen. Der r^2 -Wert sollte mindestens 0,9990 betragen. Die Kalibrierung wird nach jeweils zehn bis zwölf Proben und am Ende des Probenlaufs überprüft.

2. Probenanalyse: Die Proben werden unter einem Strom von trockenem Stickstoff bis zur Trockene eingedampft und in 0,5 ml Heptan aufgenommen. Das Fläschchen wird dicht verschlossen und für 5 Minuten in ein Trockenbad gestellt. Das Fläschchen wird geschüttelt, um den Rückstand vollständig zu lösen. Die Lösung wird in Autosampler-Fläschchen überführt und mit dem kalibrierten Gerät bei der geeignet eingestellten ISTD-Menge analysiert. Wichtig: Da die Basislinie ungenau ist, wird jede Ergebnis-Datei manuell auf eine richtige Peakidentifizierung überprüft.

[0078] Die GC-Daten werden dann auf einer Kurve gegen die Sebumeter-Daten aufgetragen. Die Steigung der Kurve ist der Umrechnungsfaktor. Der Umrechnungsfaktor für Petrolatum ist 0,56.

4. Filtratgewicht des Polykations

[0079] Das Filtratgewicht eines Polykations wird mit Hilfe einer Filtrationsapparatur gemessen, welche mittels mechanischem Absaugen arbeitet, um das Polykation-Koazervat wirksam abzufiltrieren.

[0080] Das komplexe Koazervat wird gebildet durch Zusammenmischen des gelösten Polykations und gelö-

tem Natriumhexametaphosphat (Glass H von FMC Corporation – mit einer durchschnittlichen P_2O_5 -Kettenlänge von 21). Die Gesamtmenge an kombiniertem Polykation und Natriumhexametaphosphat, welche zusammengemischt werden soll, beträgt 12 g. Das zu verwendende Verhältnis von Polykation zu Natriumhexametaphosphat ist ein Verhältnis, bei dem ein Präzipitat gebildet wird. Wenn Gelatine das Polykation ist, dann beträgt das zu verwendende Verhältnis von Gelatine zu Natriumhexametaphosphat 11 : 1 (z. B. 11 g Gelatine und 1 g Natriumhexametaphosphat).

[0081] Wenn die geeigneten Mengen an Polykation und Natriumhexametaphosphat, welche zusammengemischt werden sollen, berechnet worden sind, wie oben beschrieben, werden das Polykation und das Natriumhexametaphosphat beide in deionisiertem Wasser unter Erhitzen und Rühren gelöst. Die zu verwendende Gesamtmenge an Wasser zur Lösung des Polykations und des Natriumhexametaphosphats beträgt 286 g. Das Natriumhexametaphosphat wird in 19 Gewichtsteilen Wasser gelöst. Das Polykation wird in dem restlichen Wasser gelöst.

[0082] Nachdem das Polykation und das Natriumhexametaphosphat getrennt gelöst worden sind, werden die zwei Lösungen zusammengemischt. Wenn Gelatine als Polykation verwendet wird, wird der pH dann durch tropfenweise Zugabe von Eisessig unter Rühren auf 3,7 eingestellt. Die erhaltene Mischung wird dann auf Raumtemperatur gekühlt, um eine Phasentrennung des Polykation/Natriumhexametaphosphat/Wasser-Koazervatkomplexes zu induzieren, wobei der Koazervatkomplex abfiltriert und gewogen werden kann. Der Koazervatkomplex wird mit Hilfe eines Aufbaus, bestehend aus einem 1000 ml-Erlenmeyerkolben, einem 100 mm-Prozellan-Büchner-Trichter und Whatman-Filterpapier, Qualität Nr. 40, mit einer mittleren Porosität/mittleren Durchflußrate von 90 mm, aus der Lösung abfiltriert. Die mechanische Absaugung wird mit Hilfe einer 1/6 PS Gast-Vakuumpumpe vorgesehen. Der abfiltrierte Koazervatkomplex wird gewogen, und das Gewicht wird als das Filtratgewicht des Polykations in Gramm registriert.

5. Teilchengrößenverteilung für Teilchen des lipophilen Hautfeuchthaltemittels

[0083] Die Teilchengrößenverteilung des lipophilen Hautfeuchthaltemittels wird mittels eines Laserrastermikroskops abgeschätzt, welches kommerziell durch Lasentec hergestellt wird (Lasentec M100F). Die Lasentec M100F-Vorrichtung mißt suspendierte Teilchen durch das Abtasten eines fokussierten Laserstrahls bei einer konstanten Geschwindigkeit über Teilchen, welche in der Flüssigkeit suspendiert sind, und das Vorbeiführen einer Sonde an einem Fenster. Wenn der Fokus ein Teilchen einfängt, wird etwas Licht an die Sonde zurück gestreut und in einen elektrischen Impuls umgewandelt, welcher durch die Beziehung $d = v \cdot t$ in eine Größe umgerechnet wird. Die Dauer des Impuls entspricht der Zeit (t), während der das Teilchen im Fokus beleuchtet wird. Da die Geschwindigkeit (v) des Brennpunkts bekannt ist, entspricht (d) daher der abgetasteten Distanz über das Teilchen. Die Distanz entspricht der Länge einer Sehne des Teilchens. Die Sehnenlängenverteilung ist eine genaues direktes Maß für die Abmessungen der Teilchenstruktur und der Form der Teilchenstruktur auf einer dreidimensionalen Basis. Die M100F-Vorrichtung unterteilt die Teilchen in 38 Kanäle im Bereich von 1,9 bis 1.000 μm . Die Teilchengrößenverteilung wird unter Verwendung einer Länge-Kubikzahl-Gewichtsmittel-Sehnenberechnung generiert, die eine Abschätzung der Menge an Substanz pro Teilchengröße (im Vergleich zu der Anzahl an Teilchen pro Teilchengröße) ergibt:

Länge-Kubikzahl-Gewichtsmittel-Sehne

$$\frac{\sum_{i=1}^k n_i m_i^4}{\sum_{i=1}^k n_i m_i^3}$$

n_i = Zählimpulse in einem einzelnen Meßkanal

M_i = Halbierungspunkt eines einzelnen Kanals

k = Oberer Kanal # ($2 \leq k \leq 38$).

[0084] Die Lasentec-Vorrichtung mißt die Teilchengrößenverteilung aller Strukturen innerhalb der Formel, einschließlich Präzipitate und Luftblasen. Daher wird die Lichtmikroskopie als eine ergänzende Technik zur Messung der Teilchengröße des lipophilen Feuchthaltemittels verwendet, um die durch die Lasentec M100F-Vorrichtung generierten Daten zu überprüfen. Bei dieser Technik wird das Produkt bei einer sehr geringen Vergrößerung ($< 10 \times$) zwischen einer Platte und einem Deckglas betrachtet, und die Teilchengrößen des lipophilen Feuchthaltemittels wird mit Hilfe eines Mikrometers abgeschätzt.

6. Fließgrenze der flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen

[0085] Das Carrimed CSL 100 Controlled Stress Rheometer wird verwendet, um die Fließgrenze der flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen zu bestimmen. So wie hierin verwendet, entspricht die Fließgrenze dem Ausmaß der Beanspruchung, welche erforderlich ist, um eine elastische Verformung von 1% bei der flüssigen Körperreinigungszusammensetzung hervorzurufen. Die Bestimmung wird bei 77°C mit dem 4 cm⁻²-Konus-Meßsystem, eingestellt auf einen 51 µm-Spalt, durchgeführt, wobei die Bestimmung mit Hilfe der programmierten Anwendung einer Scherbeanspruchung (typischerweise etwa 0,06 Dynes/cm² bis etwa 5.000 Dynes/cm²) mit der Zeit ausgeführt wird. Falls dieses Ausmaß einer mechanischen Beanspruchung eine Deformation der Probe zur Folge hat, kann eine Kurve der Scherbeanspruchung gegen die mechanische Beanspruchung aufgestellt werden. Aus dieser Kurve kann die Fließgrenze der flüssigen Körperreinigungszusammensetzung berechnet werden.

7. Festigkeit des komplexen Koazervats

A. Herstellung

[0086] Das komplexe Koazervat wird durch Kombinieren der Formelmengen des gewünschten Polykations und Polyanions in einer wäßrigen Lösung gebildet. Wenn das Polykation Gelatine ist, wird der pH durch die tropfenweise Zugabe von Eisessig innerhalb des Bereichs von 3,5 bis 4,5 eingestellt. Die erhaltene Mischung wird gekühlt, um eine Phasentrennung des Koazervats zu induzieren. Der Überstand wird dekantiert, und eine ausreichende Menge des komplexen Koazervats wird in eine Petrischale zur Kultur (100 × 15 mm) transferiert, so daß die Schale vollständig gefüllt ist und eine glatte Oberfläche in einer Ebene mit dem oberen Ende der Schale zurückbleibt. Die Probe wird dann bei Raumtemperatur für 24 Stunden äquilibrieren gelassen.

B. Festigkeitsprotokoll

[0087] Das Stable MicroSystems Universal TA.XT2-Strukturanalysengerät und das XT.RA Dimension-Datenerfassungssystem werden verwendet, um die Festigkeit des komplexen Koazervats zu messen. Das Strukturanalysengerät verwendet eine zylindrische Sonde (14 × 11,5 mm), um die Kraft bei der Komprimierung des komplexen Koazervats zu messen. Die Sonde wird innerhalb von 2 mm der Höhe der Probe des komplexen Koazervats justiert. Die Sonde drückt sich bis zu einer Auslösekraft von 5 Gramm bei der Geschwindigkeit von 1 mm/sec nach unten, gefolgt durch eine 4 mm Komprimierungsstrecke bei den Eintritts- und Austrittsgeschwindigkeiten von 1 mm/sec. Das Datenerfassungssystem zeichnet die erforderliche Kraft bei der Komprimierung gegen die Zeit auf. Die maximale Kraft bei der Komprimierung wird als die Festigkeit des komplexen Koazervats aufgezeichnet.

8. Methode zur Bestimmung der nicht kugelförmigen Teilchen in %

[0088] Ein Stereo-Binokularmikroskop (Zeiss SV8) wird verwendet, um die nicht kugelförmigen Teilchen in % in dem Endprodukt zu bestimmen. Typischerweise werden Bilder des Endprodukts bei einer Vergrößerung im Bereich von 9,5 × bis 24 × aufgenommen. Unter Verwendung der Bilder wird die Anzahl der nicht kugelförmigen Teilchen (wie oben definiert) in dem Bild gezählt. Die Anzahl der nicht kugelförmigen Teilchen in wird bestimmt, indem die Anzahl der nicht kugelförmigen Teilchen durch die Gesamtzahl an Teilchen dividiert wird.

Beispiele

[0089] Die folgenden Duschgelzusammensetzungen sind nichtbegrenzende Beispiele der erfindungsgemäßen flüssigen Körperreinigungszusammensetzungen.

Bestandteile	#1	#2	#3	#4
<u>Vormischung von eingekapselten Teilchen</u>				
Zusammensetzung:				
Gelatine Typ A; Quellkraft 150	2,21	0,0	0,0	0,0
Gelatine Typ A; Quellkraft 100	0,0	2,21	0,0	0,0
Gelatine Typ A; Quellkraft 275	0,0	0,0	2,21	1,98
Hexametapolyphosphat	0,20	0,20	0,20	0,18
Petrolatum	40,16	40,16	40,16	35,42
Eisessig (zugetropft bis auf pH <4,4)	~0,08	~0,08	~0,08	~0,08
Deionisiertes Wasser (meist im Überschuß)	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
<u>Endgültige Formel mit eingebrachten</u>				
<u>filtrierten Teilchen:</u>				
Ammoniumlaurylsulfat	2,14	2,14	2,89	4,3
Ammoniumlaureth-3-sulfat	6,42	6,42	8,66	6,5
Natriumlauroamphoacetat	3,67	3,67	4,95	4,7
Fettsäureseife	0,0	0,0	0,0	0,0
Laurinsäure	1,4	1,4	1,4	1,4
Trihydroxystearin	0,38	0,38	0,75	0,4
Wahlweise Bestandteile	4,53	4,53	4,39	5,0
Eingekapselte Petrolatumteilchen (aus der	23,57	23,57	16,4	11,0
Vormischung)				
Wasser	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Schaum (Endvolumen)	450	450	390	550
Deposition ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	69	43	46	40
Teilchengröße (mindestens 50 Gew.-% der	>500	>500	>500	>500
Teilchen) (μm)				
Viskosität (cp)	13.760	--	20.100	24.770
pH	5,5-6,5	5,5-6,5	5,5-6,5	5,5-6,5
Fließgrenze (Dynes/cm^2)	10	--	14	18

Herstellung der Vormischung aus eingekapselten Teilchen

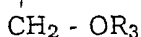
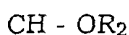
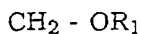
1. Das Hexametapolyphosphat wird in 19 Teilen Wasser unter Rühren gelöst.
2. Die Gelatine wird in dem restlichen Wasser gelöst und unter Rühren in einem Tank mit einem Rückwerk auf 50–60°C erhitzt.
3. Das lipophile Feuchthaltemittel wird auf 50–60°C erhitzt.
4. Das heiße lipophile Feuchthaltemittel wird bei 50–60°C zu der Gelatine-Wasser-Lösung bei 50–60°C zugegeben.
5. Die Umdrehungszahl (UpM) wird eingestellt, um die gewünschte Teilchengröße zu erhalten.
6. Die Polyphosphat-Wasser-Lösung wird zu der Dispersion aus Gelatine, Wasser und lipophilem Feuchthaltemittel zugegeben.
7. Der Eisessig bis zu einem pH-Bereich von 3,8 bis 5,0 zugetropft.
8. Die Teilchenmischung wird vor dem Einbringen der eingekapselten Teilchen in die Matrix des flüssigen Körperreinigungsmittels unter Rühren gekühlt.

Einarbeitung von eingekapselten Teilchen in die Matrix des Körperreinigungsmittels

[0090] Die eingekapselten Teilchen des lipophilen Hautfeuchthaltmittels werden unter Verwendung eines statischen Kenics-Mischers mit einem Durchmesser von 1,5 Inches und 12 Elementen in die Matrix des Körperreinigungsmittels eingemischt. Die Durchflußrate wird eingestellt, bis der gewünschte Prozentsatz an nicht kugelförmigen Teilchen erhalten wird (stark abhängig von der Rheologie).

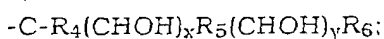
Patentansprüche

1. Flüssige Körperreinigungszusammensetzung, **dadurch gekennzeichnet**, dass sie umfasst:
 - a) eine Feuchthaltephase, umfassend 1 bis 30 Gew.-% der Zusammensetzung eines lipophilen Hautfeuchthaltmittels; wobei das Mittel Tropfen umfasst mit einer solchen Teilchengrößenverteilung, dass mindestens 20 Gew.-% der Tropfen einen Durchmesser von größer als 500 µm aufweisen, wobei mindestens 10 Gew.-% der Tropfen ein Aspektverhältnis von größer als 1,1 besitzen; und
 - b) eine wässrige Reinigungsphase, umfassend i) 0,1 bis 10 Gew.-% der Zusammensetzung eines Stabilisators, ii) 5 bis 30 Gew.-% der Zusammensetzung eines schäumenden Tensids, und iii) Wasser.
2. Flüssige Körperreinigungszusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die flüssige Körperreinigungse-mulsionszusammensetzung einen Depositionswert von mindestens 30 µg/cm² besitzt.
3. Flüssige Körperreinigungszusammensetzung nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das lipophile Hautfeuchthaltmittel eine Konsistenz im Bereich von 5 bis 5.000 Poise und einen Scherindex im Bereich von 0,1 bis 0,9 aufweist.
4. Flüssige Körperreinigungszusammensetzung nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das lipophile Hautfeuchthaltmittel Tropfen umfasst mit einer solchen Teilchengrößenverteilung, dass mindestens 50 Gew.-% der Tropfen einen Durchmesser von größer als 500 µm aufweisen.
5. Flüssige Körperreinigungszusammensetzung nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, wobei der Stabilisator ein kristalliner hydroxylhaltiger Stabilisator ist, gewählt aus der Gruppe, bestehend aus:
 - (i)



worin bedeuten

R₁



R₂ R₁ oder H,

R₃ R₁ oder H,

R₄ C₀₋₂₀-Alkyl,

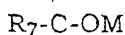
R₅ C₀₋₂₀-Alkyl,

R₆ C₀₋₂₀-Alkyl,

R₄ + R₅ + R₆ = C₁₀₋₂₂

und worin 1 ≤ x + y ≤ 4;

(ii)



worin bedeuten

$R_7 - R_4(\text{CHOH})_x R_5(\text{CHOH})_y R_6$
M Na^+ , K^+ oder Mg^{++} oder H; und
(iii) Mischungen hiervon.

6. Flüssige Körperreinigungszusammensetzung nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, wobei die Viskosität der flüssigen Körperreinigungszusammensetzung im Bereich von 2.000 Centipoise bis 40.000 Centipoise liegt.

7. Flüssige Körperreinigungszusammensetzung, dadurch gekennzeichnet, dass sie umfasst:
a) eine Feuchthaltephase, umfassend 1 bis 30 Gew.-% der Zusammensetzung eines lipophilen Hautfeuchthaltemittels; wobei das Mittel Tropfen umfasst mit einer solchen Teilchengrößenverteilung, dass mindestens 20 Gew.-% der Tropfen einen Durchmesser von größer als 500 μm aufweisen; und
b) eine wässrige Reinigungsphase, umfassend i) 0,1 bis 1,25 Gew.-% der Zusammensetzung eines Stabilisators, ii) 5 bis 30 Gew.-% der Zusammensetzung eines schäumenden Tensids und iii) Wasser; wobei die Körperreinigungszusammensetzung hergestellt wird durch Zusammenmischen der Feuchthaltephase und der wässrigen Reinigungsphase.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen