

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁶
C11D 17/00

(45) 공고일자 1999년 10월 15일

(11) 등록번호 10-0226393

(24) 등록일자 1999년 07월 27일

(21) 출원번호	10-1993-0701554	(65) 공개번호	특1993-0702500
(22) 출원일자	1993년 05월 25일	(43) 공개일자	1993년 09월 09일
(30) 우선권 주장	617,827 1990년 11월 26일 미국(US) 782,956 1991년 11월 01일 미국(US)		
(73) 특허권자	더 프록터 앤드 갬블 캠페니 데이비드 엠 모이어 미국 오하이오 45202 신시네티 프록터 앤드 갬블 플라자 1		
(72) 발명자	마크레슬리케이처 미합중국 오하이오 45040 메이슨몬트클레어 드라이브 9731 제임스에덴타네리 미합중국 오하이오 45069 웨스트체스터헤론 드라이브 5534 제임스버거캠덴 미합중국 오하이오 45241 신시네티 킹스포트 드라이브 10214 폴에드워드베스트 미합중국 오하이오 45255 신시네티 포리스트로드 7635 실비아진보올리스 미합중국 오하이오 45231 신시네티 목킹버드레인 8810		
(74) 대리인	김창세, 장성구		

심사관 : 김봉기

(54) 중화된 카복실산의 경질 인터록킹 메쉬로된 성형고체

요약

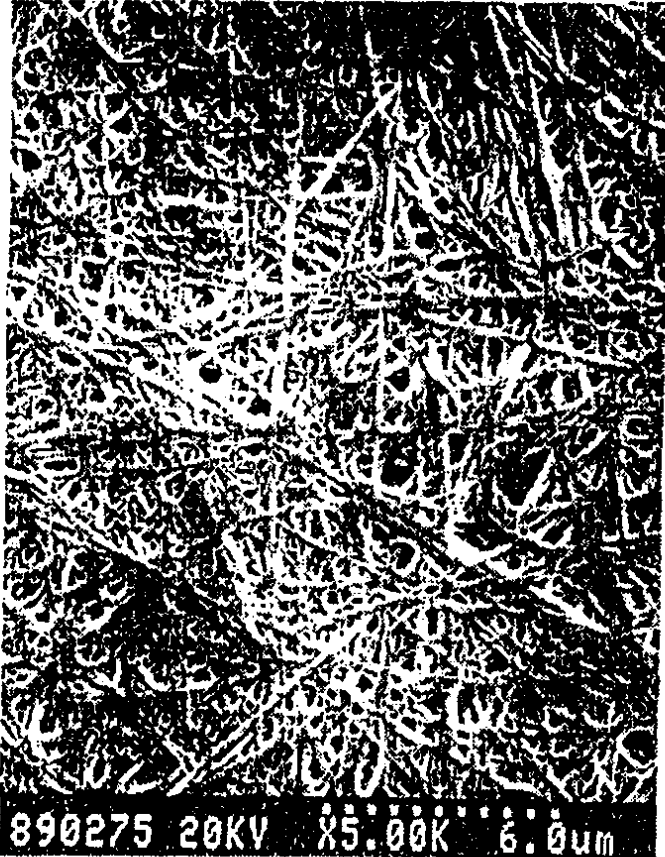
본 발명은 비교적 경질의, 중화된 결정성 카복실산의 인터록킹 메쉬를 포함하는 성형된 고휘형 3차원 골조 구조를 제공한다. 또 하나의 태양으로, 본 발명은 상기 골격구조, 즉 중화된 카복실산의 경질 인터록킹 메쉬, 바람직하게는 나트륨 비누 성유를 포함하는 개선된 크린싱 바를 제공한다. 그러한 바람직한 크린싱 바는 본질적으로 바 스미어가 없도록 제형화될 수 있다. 몇몇 크린싱 바는 놀랍게도 다량의 물 또는 기타 액체를 포함하면서 밤새 물에 침지시켜 둔 경우조차도 그의 경질성 및 탁월한 스미어 특성을 유지한다.

대표도

고수분 바의 주사전자

현미경 사진

5% NaLa 라우레이트/94% 물의 바(재결정화됨)



5000X

명세서

[발명의 명칭]

중화된 카복실산의 경질 인터록킹 메쉬(interlocking mesh)로 된 성형고체

[기술분야]

본 발명은 중화된 카복실산 성형고체 조성물, 특히, 크린싱 바, 케이크, 고체 비누, 유사 비누등에 관한 것이다.

[배경기술]

성형된 고체, 케이크 및 바 형태로 제조된 제품은 다양하다. 크린싱 바는 본 분야에 널리 공지되어 있다.

바 스미어(smear)가 감소된 크린싱 바가 본 분야에 보고되어 있다. 예를 들면, 본원에 참고로 인용한, 1961년 6월 13일자로 허여된 밀스(Mills)의 미합중국 특허 제 2,988,511호에는 저 스미어바가 기술되어 있다.

바 스미어(또는 바 슬로쓰(sloth)로 칭해짐)에 물에 담구었을 때 바 표면에 형성되는 연질 고체 또는 반죽이며, 소비자들은 이를 지저분하고 바람직하지 못하며 비경제적인 것으로 여긴다.

성형 고체, 케이크 및 바 형태로 제조된 제품은 다양하다. 예를 들면 특정의 고습 및 저 스미어 인체용 크린싱 바가 1986년 8월 19일자로 하딩(Harding)에게 허여된 미합중국 특허 제 4,606,839호에 기술되어

있다. 하당은 코코넛 및 /또는 팜커널유 비누를 사용한다.

욕실에서 사용된 인체용 크린싱 바를 검사하여 스미어가 거의 또는 전혀 없는 개선된 바에 대한 필요성이 여전히 있는가를 알아보아야 한다.

나트륨 라우레이트의 경질 비누 응고 섬유의 형성방법이 논문[American Chemical Society, Vol. 63, pp.1990-1993,(1940)]에서 마튼(L.Marton)등에 의해 보고되었다. 이 논문은 비누 제품에 대한 이용성은 개시하지 않았다. 본 명세서에서 정의한 바와 같은 성형 고체는 마튼등에 의해 개시되지 않았다.

1980년 7월 30일자 일본 특허 제 57030798호에는 비누 성분을 구성하는 지방산이 미리스트산, 팔미트산 및 스테아르산인 투명 고체 골조의 또는 성형된 비누 바가 기술되어 있다. 투명 비누는 비누 성분을 구성하는 지방산의 90중량% 이상이 미리스트산, 팔미트산 및 스테아르산이라고 기술되어 있다. 상기 제품은 우수한 거품성 및 고화성, 우수한 저장 안정성 및 인간 피부에 대한 낮은 자극성을 가진 투명 고체 비누라고 보고되어 있다. 상기 일본 특허 제 57030798호에 예시된 방법 및 투명 바 비누 조성물은 합성 계면활성제를 함유하지 않은 것으로 보인다.

또한, 비교적 고함량(15-40%)의 수분(특히 대부분의 합성 계면활성제 존재시에), 흡습성 계면활성제 및/또는 보다 고함량의 수용성 폴리올 및 탄화수소 그리이스와 같은 비교체 및 연체고체를 함유하는 견고한 비점착성 바를 제조하는 것은 어렵다.

[발명의 상세한 설명]

[발명의 개요]

본 발명은 비교적 경질의, 중화된 결정성 카복실산의 인터록킹 메쉬를 포함하는 성형된 고휘 3 차원 골조 구조를 제공한다. 또한 하나의 태양으로, 본 발명은 상기 골조 구조, 즉 중화된 카복실산의 경질 인터록킹 메쉬, 바람직하게는 나트륨 비누 섬유를 포함하는 개선된 크린싱 바를 제공한다. 놀랍게도 다량의 물 또는 기타 액체를 포함하는 몇몇 크린싱 바는 밤새 물에 침지시켜 둔 경우조차도 그의 경질성 및 탁월한 스미어 특성을 유지한다.

주사 전자 현미경(SEM) 샘플제조는 간단한 압력으로 성형체를 파쇄하여 새로운 검사용 표면을 수득하는 것을 포함한다. 파쇄된 샘플은 약 5mm의 두께를 가진 대략 10mm×15mm의 장방형(면도날)크기이다. 이 샘플들은 페인트 접착제를 사용하여 알루미늄 SEM 스텝(stub)에 올려 놓는다. 이 샘플을 펠코(Pelco) 스퍼터 코팅 장치에서 금/팔라듐 약 300Å으로 코팅시킨다. 코팅시키기전에, 허용할 만한 코팅질을 보장하는 충분한 양의 수분을 바에서 제거하기 위해 샘플을 충분한 시간동안 진공하에 둔다. 코팅시킨 후 샘플을 SEM실로 옮겨 히다찌(Hitachi)모델 S570 주사 전자 현미경으로 표준 SEM조작 조건하에서 검사하여 골조(코어)프레임을 살펴본다.

[도면의 상세한 설명]

제 1 도 및 제 2 도는 연신된 중화 카복실산 결정성 섬유의 경질 인터록킹 메쉬를 포함하는 고배율 확대된 골격 코어구조의 사진이다. 보다 구체적으로, 제 1 도 및 제 2 도는 연신된 C₁₂나트륨 비누 섬유를 각각 5000배 및 2500배 확대시킨것이다. 제 1 도 및 제 2 도의 구조는 비누 5%, 물 94% 및 염화나트륨 1%로 이루어진다.(본원의 표 7의 실시예 10 참조). 인터록킹 메쉬중의 보다 큰 섬유는 보다 작은 섬유로 이루어진 것일 수 있다. 또한 기공이 존재한다.(제 2 도 참조).

제 3 도, 제 4 도 및 제 5 도는 나트륨 C₁₂ 비누 25%, 물 74%, 염화나트륨 1%로 이루어진 골조 구조의 사진이다. 결정성 섬유상 구조는 각각 3000배, 5000배 및 1000배의 배율로 도시되어 있다.

제 6 도는 1,12-도데칸디오산의 이나트륨 염 20%로 이루어진 골조 구조의 사진이다. 결정성 섬유상 구조는 2000배 배율로 도시되어 있다(실시예 26 참조).

제 7 도는 결정성의 리튬 중화된 C₁₄ 카복실산 메쉬를 포함하는 골조(코어) 구조의 1500배 배율 사진이다(실시예 27 참조).

제 8 도는 피복된 C₁₄-C₁₆ 나트륨 비누 섬유를 포함하는 크린싱 바(이후 실시예 1)의 사진이다. 섬유는 피복되어 있으며/ 있거나 기타 바 성분과 혼합되어 있다. 배율은 1500배이다.

제 9 도는 나트륨/ 칼륨 코코넛/탈로우 비누로 된 시판 제품 IVORY[®](미국 오하이오주 신시네티 소재의 더 프록터 앤드 갬블 캄파니(The Procter and Gamble Company)로 부터 입수 가능함)프리저 바 샘플의 1000배 배율 사진이다. IVORY바 비누중의 공기는 비누가 뜨게 한다.

제 10 도는 시판 제품 NEUTROGENA[®](미국 캘리포니아주 로스앤젤레스 소재의 뉴트로지나 인코포레이션(Neutrogena Incorporation)으로부터 입수가능함) 투명 바 샘플의 1500배 배율 사진이다.

제 1 도 및 제 2 도에서, 샘플은 우선 열판(hot plate)상에서 녹인 다음 유리판 위에서 재냉각시킨 것이다. 기타 제 3 도내지 제 10 도의 샘플은 본원에서 설명하는 바와 같이 제조된 통상적인 바 또는 원래의 성형 고체 구조의 샘플이다.

본 발명은 둘이상의 상을 포함하는 성형 고체를 제공하는 것이다. 하나의 상은 중화된 카복실산 연신 결정의 개방된 삼차원의 경질 인터록킹 메쉬를 포함하는 결정성 골격 구조이다. 기타의 필수적인 상은 25℃에서 연질이거나 유동성인 수성상이다.

보다 구체적으로, 상기 골격 구조는 중화된 모노- 및/또는 디-카복실산 연신 결정의 개방된 삼차원의 비교적 경질 인터록킹 메쉬이다.

본원에서 골격구조,코어 및 골격프레임이란 용어는 모두 같은 의미로 사용된다.

본원에서 성형고체라는 용어는 바, 케이크등과 같은 형태를 포함한다 바라는 용어는 본원에서 달리 언급되지 않으면 상기 바, 케이크등의 형태를 포함한다.

메쉬라는 용어는 확대하여 주사 전자 현미경으로 관찰할때 기공 또는 틈을 가진 결정성 골격의 인터록킹 메쉬를 의미한다.

또 하나의 태양으로 본, 발명은 상기 골격 구조로 이루어진 개선된 크린싱 바를 제공한다. 몇몇 성형 고체는 물, 기타 액체 및 연성물질을 포함하는 상기 수성 상을 매우 높은 함량으로 함유하는 크린싱 바의 형태이다. 매우 높은 함량의 수성상의 존재에도 불구하고 본 발명의 바람직한 바는 심지어는 물에 방새 침지시켜 두는 경우에도 그의 경질성 및 탁월한 스미어 특성을 유지한다. 이론에 얽매이고자 하는것은 아니지만, 이들 상을 포함하는 성형 고체는 비교적 경질의 젖은 스폰지와 유사하다.

결정상은 인터록킹 판 및/또는 섬유, 바람직하게는 섬유 형태의 결정을 포함한다. 바람직하게는 상기 섬유는 나트륨 비누로 이루어진다. 상기 섬유 및/또는 판의 인터록킹 메쉬는 비교적 고함량의 물 또는 기타 연성 물질의 존재하에서 심지어는 방새 물에 침지시킨 경우조차도 3차원 구조에 강도를 부여한다.

상기 골격 구조의 강도는 표준중량 침투계 프로우브(Standard Weighted Penetrometer Probe)를 사용하여 고체의 침투 저항성을 측정하는 바와 같이 성형 고체의 경도에 의해 간접적으로 측정할 수 있다(더욱 상세한 내용은 이후의 바 경도 시험 참조). 골격 구조는 20mm두께 이상의 크린싱 바 샘플이 약 0mm 내지 약 12mm, 바람직하게는 약 1mm 내지 약 10mm, 더욱 바람직하게는 약 3mm 내지 약 8mm의 침투성을 갖기에 충분한 경질도를 갖는다.

본 발명의 바는 통상적인 투명 바와 결정 크기뿐 아니라 기타 특성면에서 구별된다. 본 발명의 인터록킹 메쉬 구조로 구성된 결정 또는 결정 다발은 바람직하게는 빛을 회절하는 크기의 것으로서, 따라서 직경 또는 길이가 400nm이상이다. 한편, 통상적인 투명바는 백색광의 파장(약 400nm보다 크다) 보다 작은 결정 직경 또는 길이를 가짐으로써 투명성을 얻으며, 빛을 회절시키지 않는다.

본 발명의 경질 골격 구조를 포함하는 바(성형고체)는 일단 형성되면 기계적인 파괴력에 노출때, 예를 들면 스몰(Small)등의 미합중국 특허 제 4,812,253호 또는 메드칼프(Medcalif)등의 미합중국 특허 제 4,820,447호에 기술된 통상적인 플로딩된(plodded)바 제조 공정에 사용된 힘하에 노출 때 그의 경질성을 잃는다. 이는 그 기계적 파괴력이 상기 경질 골격 구조를 보다 작은 조각으로 분쇄하기 때문이다. 따라서, 본 발명의 바가 플로딩 장치에서 전단력을 받게 되면 훨씬 연질인 바가 생성된다.

한편, 최종처리된 통상적인 바를 플로딩 또는 재플로딩하는 경우, 재플로딩된 통상의 바는 여전히 매우 딱딱하다. 이점에 관해서는 실시예 28 및 표 12에 상세히 나와 있으니 참조바람.

상기 골격 구조는 연질 및/또는 액체 수성상으로 채워진 기공 영역을 상당량 함유한다. 본 발명의 놀라운 특징은 본 발명의 바의 물리적 특성, 예를 들면 바 경도, 및 거의 없는 스미어 특성이 심지어는 기타 상이 재료의 대부분을 차지할 지라도 주로 결정성 인터록킹 메쉬 구조에 의존한다는 것이다. 통상적인 바에서는, 대부분의 구성성분들이 비누의 상 및 구조를 조정하거나 합성 계면활성제 성분이 바의 물리적 특성을 본질적으로 결정짓기 때문에 구성성분들이 바의 물리적 특성 전체에 영향을 줄 수 있다. 둘이상의 상(예를 들면 비누 및 수성용액)의 조합은 콜로이드성 구조 및 따라서 통상적인 바의 물리적 특성을 크게 변화시킨다.

이렇게 통상적인 바들은 바내로 혼입될 수 있는 연질 상물질의 유형, 양 및 조성면에서 본 발명보다 훨씬 제한된다. 그러한 상에는 유동 가능한 액체, 또는 허용가능한 바의 최소 경도보다 연질 물질인 대부분의 물질들이 포함된다. 이들 상에는 수성용액, 물과 계면활성제로 이루어진 액체 결정성 상, 중합체; 특히 계면활성제-함유 결정성 상, 및 더욱 특히 수용성 유기 화합물(예; 프로필렌 글리콜 및 글리세린), 소수성 물질(예; 광물성 오일, 액체 트리글리세리드) 또는 연성 소수성 물질(예; 광유, 저융점 파라핀 및 저융점 트리글리세리드)을 비롯한 기타 액체상 또는 물과 혼합될때 연성 또는 점착성으로 되는 경향이 있는 흡습성 계면활성제-함유 결정성 상이 포함된다.

물리적 면에서, 이들상 모두는 본원에서 정의한 표준 중량 침투계 프로우브가 12mm 두께의 샘플을 모두 침투할 정도로 연질이거나 유동성 액체인 것으로 특징지어 질 수 있다. 이들 상은 인터록킹 메쉬 구조 및 특정의 바람직한 물리적 특성의 손실없이 본 발명의 구조에 선택적으로 포함될 수 있다.

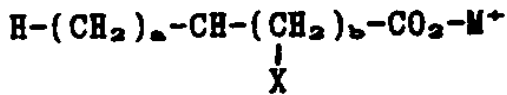
[바람직한 실시태양의 설명]

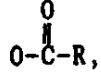
본 발명은 중화된 모노-및/또는 디-카복실산 연신된 결정의 개방된 3차원의 비교적 경질 인터록킹 메쉬 골격 구조를 포함하는 성형 고체이다.

바람직한 실시태양은 최소한 2가지의 상;(1) 연질 또는 유동성 인, 12mm두께의 샘플에 대해 약 12mm의 침투값을 가진 수성상;(2) 중화된 모노-및/또는 디-카복실산 연신된 결정의 개방된 3차원 인터록킹 메쉬를 포함하는 경질 결정성 상 골격 구조를 포함하는 경질 결정성 상을 포함하는 크린싱 바이며, 이때 상기 경질 결정성 상 골격 구조 및 상기 수성 상을 포함하는 상기 크린싱 바는 25mm두께의 샘플에 대해 0내지 약 12mm의 침투값을 가지며 상기 침투값은 47g 중량의 9인치(22.9cm) 샤프트 상부에 200g의 원추형 니들(상부값 19/32인치(1.51cm) 및 꼭지점 값 1/32인치(0.08cm))이 결합된 총 247g의 표준 중량 침투계 프로우브를 사용하여 25℃에서 측정된 값이다.

상기 크린싱 바는 상기 중화된 카복실산이 리튬 및/ 또는 나트륨 중화된 모노카복실산(비누) 및/또는 디카복실산 및 이의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되고; 이때, 상기 모노카복실산이 약 12내지 약 24개의 탄소수를 가진 지방족 알킬(렌) 쇠를 갖고; 상기 디카복실산이 약 12 내지 약 18개의 탄소수를 가진 지방족 알킬(렌) 쇠를 갖고; 상기 카복실산의 최소한 약 80%가 포화 알킬(렌)쇄를 가지며; 상기 경질 결정성 상 골격 구조가 상기 크린싱 바의 약 3내지 약 75부피를 차지하고; 상기 중화된 카복실산이 상기 크린싱 바의 약 5내지 약 75중량%를 차지하며; 상기 크린싱 바가 약 15내지 약 94중량%의 물을 함유하는 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 카복실산의 최소한 80%, 바람직하게는 90%가 하기 일반식을 갖는 경우 바람직하다;



상기식에서 a+b 는 8 내지 20 이고, a 및 b는 각각 0 내지 20이며, x는 H, OR, O-, -R, R, 또는 이의 조합이고, R은 C₁₋₃알킬, H 또는 이의 조합이며, M은 Na, Li 또는 이의 조합이다.

상기 크린싱 바는 상기 a+b가 10 내지 16이고, 상기 a 및 b 각각이 0내지 16이며, 상기 X가 H 또는 OR이고, R이 H이며, 상기 M이 Na인 경우 더욱 바람직하다.

상기 크린싱 바는, 상기 연신된 결정이 상기 포화 지방족 알킬 쇠의 최소한 약 25%가 단일 쇠 길이를 가진 섬유 유사 나트륨 지방산 비누로 이루어지고; 상기 바가 상기 나트륨 비누 약 15내지 약 75%를 포함하고; 상기 비중화된(유리)카복실산 대 비누의 비가 약 1:2 내지 약 0인 경우 매우 바람직하다. 다시 말해, 유리 지방산이 제형에서 비누의 50중량%이하이다.

상기 크린싱 바는 상기 나트륨 비누 및 물; 및 알킬설페이트, 파라핀 설포네이트, 알킬 글리세릴에테르 설포네이트, 아실 사코시네이트 메틸아실 타우레이트, 선형 알킬 벤젠 설포네이트, N-아실 글루타메이트, 알킬 글루코사이드, 알파 설포 지방산 에스테르, 아실 이세티오네이트, 알킬 설포석시네이트, 알킬 에테르카복실레이트, 알킬 포스페이트 에스테르, 에톡시화 알킬 포스페이트 에스테르, 메틸 글루코스 에스테르, 단백질 추출물, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 베타인, 알킬 설탕인, 1 내지 12개의 에톡시 기를 가진 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된 합성 계면활성제 약 2 내지 약 60%를 함유하고; 상기 계면활성제가 C₈₋₂₂알킬 쇠를 함유하는 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 합성 계면활성제가 흡습성이고; 상기 흡습성 계면활성제가 26°C 및 80% 상대 습도에서 3일동안 그의 건조 중량의 20%이상의 물을 흡수하는 계면활성제로 정의되며; 상기 바가 비교적 비평윤성인 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 흡습성 계면활성제가 알파 설포지방산 에스테르, 알킬 설페이트, 알킬 에테르카복실레이트, 알킬 베타인, 알킬 설탕인, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되는 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 물 대 상기 비누의 비가 약 1:1 내지 약 5:1 이고; 상기 물이 약 25% 내지 약 60%의 양으로 존재하고; 상기 지방족 알킬 쇠가 C₁₄내지 C₂₂의 것이고; 상기 바중의 상기 비누량이 약 15% 내지 약 35%이고; 상기 알킬 쇠의 최소한 약 85%가 포화된 것이며; 상기 비중화된(유리) 카복실산 대 상기 비누의 중량비가 약 1:4 내지 0이며; 상기 합성 계면활성제 량이 바의 약 4 내지 약 25 중량%이고; 상기 계면활성제가 나트륨 아실이세티오네이트, 나트륨 아실 사코시네이트 나트륨 알파 설포 지방산 에스테르, 나트륨 파라핀 설포네이트, 나트륨 알킬 에테르 설페이트, 나트륨 알킬 설페이트 나트륨 선형 알킬 벤젠 설포네이트, 알킬 베타인, 알킬 설탕인 및 트리알킬아민 옥사이드로 이루어진 군중에서 선택되는 경우 바람직하다.

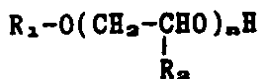
상기 크린싱 바는 상기 물 대 비누의 비가 약 1.5:1 내지 약 2:1이고; 상기 비중화된(유리)카복실산 대 상기 비누의 비가 약 1:6 내지 0이며; 상기 물의 양이 약 30%내지 약 45%이고; 상기 지방족 알킬 쇠가 약 C₁₄내지 약 C₁₈의 것이고; 상기 알킬 쇠의 최소한 약 95%가 포화된 것이고; 상기 비누량이 약 15% 내지 약 30%이고; 상기 합성 계면활성제 량이 약 8%내지 약 16%인 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 미세결정성 왁스, 광유, 카나우바 왁스, 팜 왁스, 칸델릴라 왁스, 사탕수수 왁스, 식물에서 유도된 트리 글리세리드 밀납, 스페마세티(spemaceti), 라놀린, 우드 왁스, 셀락 왁스, 동물에서 유도된 트리글리세리드, 몬타르(monter), 오조커라이트(ozokerite), 세레신(ceresin) 및 피셔-트로프쉬(Fischer-Tropsch) 왁스로 이루어진 군중에서 선택된 소수성 물질 약 0.1% 내지 약 40%를 함유 하는 것이 바람직하다.

상기 크린싱 바는 광유 및 왁스로 이루어진 군중에서 선택된 소수성 물질 약 2%내지 약 35%를 포함하고, 상기 광유 및 왁스 및 그의 혼합물이 약 49°C (120°F) 내지 약 85°C (185°F)에서 녹는 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 파라핀 왁스 약 5 내지 약 25중량%를 포함하는 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 물 10부에 최소한 5부의 용해도를 가진 비휘발성 수용성 비이온성 유기 물질 약 1%내지 약 50%를 함유하고, 상기 수용성 비이온성 유기 물질이 하기 구조식



(이때, R₁은 H 또는 C₁₋₄알킬이고, R₂는 H 또는 CH₃이며, n은 1 내지 200이다)의 폴리올, C₂₋₁₀ 알칸디올, 솔비톨, 글리세린, 당, 당 유도체, 우레아 및 하기 구조식



(이때, x는 1 내지 3 이고, y는 0 내지 2 이며, x+y는 3이다)의 에탄올 아민, 및 이들의 혼합물로 이루어

진 군중에서 선택되는 경우 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 비취발성 수용성 비이온성 유기물질을 약 2 내지 약 40% 포함하는 것이 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 비취발성 수용성 비이온성 유기 물질을 약 5 내지 약 20중량% 포함하고, 상기 유기 물질이 프로필렌 글리콜, 글리세린, 슈크로스 및 우레아, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되는 것이 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 나트륨 비누, 상기 물 및 상기 합성 계면활성제, 및 약 1% 내지 약 10%의 상기 칼륨 비누; 약 1% 내지 약 35%의 상기 마그네슘 비누; 약 1% 내지 약 35%의 상기 칼슘 비누; 약 1% 내지 약 15%의 트리에탄올암모늄 비누; 약 1% 내지 약 60%의 탄산 칼슘 및 탈크 중에서 선택된 미세 수불용성 물질; 약 0.1% 내지 약 20%의, 양이온성 폴리사카리드, 바람직하게는 분자량 1,000내지 3,000,000의 양이온성 구아 검; 양이온성 폴리알킬렌 이민, 에폭시폴리알킬렌 이민 및 폴리[N-[3-(디메틸암모니오)프로필]-N'-[3-에틸렌옥시에틸렌 디메틸암모니오)프로필]우레아 디클로라이드]; 실리콘 검; 및 실리콘 유체; JR중합체; Celquat® (미국 뉴저지주 브리지워터 소재의 내쇼날 스타치 앤드 케미칼 캠퍼니(National Starch and Chemical Company)로부터 입수 가능함)로 이루어진 군중에서 선택된 중합체성 피부 감촉 보조제; 약 0.5% 내지 약 25%의, 제올라이트, 카올린, 카올리나이트, 몬트모릴로나이트 애터펠자이트, 일라이트, 벤토나이트, 할로이사이트 및 소결된 점토로 이루어진 군중에서 선택된 알루미늄 실리케이트 점토 및/ 또는 기타 점토; 및 약 1% 재니 약 50%의, 나트륨, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 알루미늄, 리튬, 암모늄, 모노에탄올 암모늄, 디에탄올 암모늄 및 트리에탄올 암모늄으로 이루어진 군중에서 선택된 양이온 및 클로라이드, 브로마이드, 설페이트, 메타실리케이트, 오르토포스페이트, 피로 포스페이트 폴리포스페이트, 메타보레이트, 테트라보레이트, 카보네이트, 비카보네이트, 하이드로겐 포스페이트, 메틸 설페이트 및 탄소수 6이하의 모노-및 폴리 카복실레이트로 이루어진 군중에서 선택된 음이온을 가진 염 및 염 수화물로 이루어진 군중에서 선택된 기타 성분 약 0.1 내지 70%를 함유하는 것이 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 연신된 결정이 판을 포함하고, 상기 비누가 리튬 중화된 모노카복실산으로 이루어지는 것이 바람직하다.

상기 크린싱 바는 상기 연신된 결정이 섬유 상이고, 상기 중화된 디카복실산이 1,12-도데칸디오산의 이나트륨염이며 상기 바의 약 20 내지 약 70중량%를 차지하는 것이 바람직하다.

[바람직한 바의 제조방법]

본 발명의 상기 바람직한 크린싱 바의 제조방법은

I. 약 15 내지 약 94%의 물 및 약 6 내지 약 75%의 상기 중화된 카복실산을 포함하는 용융된 수성 액체를 제조하는 단계;

II. 상기 용융된 액체를 바 성형 몰드내에 붓는 단계; 및

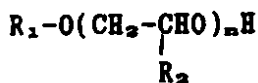
III. 상기 성형된 용융 액체를 냉각시킴으로써 결정화시켜 상기 크린싱 바를 제공하는 단계를 포함한다.

상기 방법은 용융된 수성 액체가 상기 카복실산의 수성 혼합물을 교반하면서 약 50°C(120°F)내지 약 95°C(205°F)의 온도에서 수산화 나트륨 또는 수산화 리튬으로 중화함으로써 제조되는 것이 바람직하다.

상기 방법은 상기 바의 약 2내지 약 15중량%가 설페이트, 클로라이드, 아세테이트 및 시트레이트의 나트륨 또는 리튬염 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된 결정화도 향상 염인 것이 바람직하다.

상기 방법은 상기 용융된 수성 상이 단계 I에서 연속상인 상기 용융된 수성 상에 용해되는 상기 중화된 카복실산의 양을 증가시키기 위해

(a) 하기 구조식



(이때, R₁은 H 또는 C₁₋₄ 알킬이고, R₂는 H 또는 CH₃이며, n은 1 내지 200이다)의 폴리올, C₂₋₁₀ 알칸디올, 솔비톨, 글리세린, 당, 당 유도체, 우레아 및 하기 구조식



(이때, x는 1 내지 3 이고, y는 0 내지 2 이며, x+y는 3이다)의 에탄올 아민으로 이루어진 군중에서 선택된 비취발성 수용성 비이온성 유기 물질; (b) 탄소수 1 내지 5의 알콜; (c) 알킬 설페이트, 파라핀 설포네이트 알킬 글리세릴 에테르 설포네이트, 음이온성 아실 사코시네이트, 메틸아실 타우레이트, 선형 알킬 벤젠 설포네이트, N-아실 글루타메이트, 알킬 글루코사이드, 알파 설포 지방산 에스테르, 아실 이세티오네이트, 알킬 설포석시네이트, 알킬에테르 카복실레이트, 알킬 포스페이트 에스테르, 에톡시화 알킬 포스페이트 에스테르, 메틸 글루코스 에스테르, 단백질 축합물, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 베타인, 알킬 설탕인, 1내지 12개의 에톡시 기를 가진 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된 C₈₋₂₂ 알킬렌 설페를 함유하는 합성 계면활성제로 이루어진 군중에서 선택된 가용화 보조제 약 2 내지 약 40%를 포함하는 경우 바람직하다.

상기 방법은 상기 수성 상이 약 20내지 약 100중량%의 물을 함유하는 경우 바람직하다.

상기 방법은 상기 경질 결정성 상이 약 75내지 약 100중량%의 상기 중화된 카복실산을 함유하는 경우 바람직하다.

상기 방법은 상기 바가 상기 25mm의 바 샘플에 대해 약 3mm내지 약 9mm의 침투값을 갖는 경우

바람직하다.

상기 방법은 상기 바가 왁스, 광유, 점토 중에서 선택된 결정을 포함하는 복합 비카복실산 상을 갖는 경우 바람직하다.

본 발명의 매우 바람직한 실시태양은 최소한 약 25%가 단일 쇠 길이인 C₁₂₋₂₄ 의 포화 지방족 알킬렌 쇠 최소한 약 50%로 이루어진 나트륨 지방산 비누 약 15 내지 약 50%; 물 약 15 내지 약 60%; 및 26°C 및 80% 상대 습도에서 3일 동안 그의 건조 총량의 최소한 약 20%의 물을 흡수하는 계면활성제들중에서 선택된 흡습성 합성 계면활성제 약 2 내지 약 60%를 포함하는, 연신된 나트륨 비누 결정의 경질 경정성 인터록킹 메쉬를 포함하는 인체용 크린싱 바 조성물이다.

상기 매우 바람직한 인체용 크린싱 바는 상기 흡습성 합성 계면활성제가 알파 설포 지방산 에스테르, 알킬 설페이트, 알킬 에테르 카복실레이트, 알킬 베타인, 알킬 설타인, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되는 경우 더욱 바람직하다.

상기 매우 바람직한 인체용 크린싱 바는 염화 나트륨, 황산 나트륨, 인산 수소 이나트륨, 피로인산 나트륨, 사붕산 나트륨, 아세트산 나트륨, 시트르산 나트륨 및 무기산과 단쇄 유기산의 기타 상용성 염으로 이루어진 군중에서 선택된 염 및/또는 염 수화물 약 0.5 내지 약 40%를 포함하는 경우 더욱 바람직하다.

상기 매우 바람직한 인체용 크린싱 바는 나트륨 비누 성유의 코어 구조, 물, 온화한 합성 계면활성제, 바 외관 안정제, 피부 연화제, 및 기타 크린싱 바 보조제의 다양한 제형들을 포함한다. 그러한 바람직한 바는 본질적으로 바 스미어가 없도록 제형화된다.

본 발명의 몇몇 바람직한 바는 C₁₂₋₂₄ 의 포화 지방족 알킬 쇠 최소한 50%로 이루어진 나트륨 지방산 비누로 본질적으로 이루어진 중화된 카복실산 섬유형 코어의 경질 인터록킹 메쉬를 포함한다. 바람직하게는, 상기 포화 알킬 쇠의 최소한 약 25%는 단일 쇠 길이를 갖는다.

본 발명의 몇몇 조성물은 상기 정의한 물-함유 경질메쉬 및 물을 함유하지 않은 경질메쉬를 포함한다. 이들 조성물은 물 또는 기타 적합한 용매계로 형성되어야한다. 이들 조성물은 다량의 물로 제조될 수 있으며, 최종 조성물내의 물 함량은 약 1% 또는 2% 정도로 감소될 수 있다.

그러나, 본원에 기술된 몇몇 구조의 특별한 잇점은 이들을 메쉬의 일체성을 손실시키지 않고도 탈수시킬 수 있다는 것이다. 몇가지 바람직한 성형 고체는 그들의 외부 치수의 미미한 변화없이도 탈수시킬 수 있다. 다른 바들은 삼차원 형태를 유지하면서 수축된다. 본원의 몇몇 바들은 탈수에 의해 파괴되지 않는 독특한 특징을 갖는다.

본 발명의 보다 복잡한 바들은 선택된 량의 나트륨 및/또는 리튬 비누와 함께 사용된 칼륨, 마그네슘, 트리에탄올 암모늄 및/또는 칼슘 비누 중에서 선택된 기타 지방산 염을 포함하는 골조 구조를 포함한다. 보다 복잡한 크린싱 바는 놀랍게도 다량의 물, 온화한 합성 계면활성제, 바 외관 안정제, 피부 연화제 및 기타 크린싱 바 보조제를 함유할 수 있으며 여전히 연성이고 매우 우수한 저 스미어성을 갖는다.

표 1 내지 3에는 지방족 카복실산(FA) 비누의 나트륨염으로 제조되는 몇가지 바람직한 바가 예시되어 있다.

본원에서 %, 비율 및 부는 달리 언급되지 않으면 조성물의 총 중량을 기준으로 한 것이다. 본원에서 모든 양 및 범위는 달리 언급되지 않으면 대략치이다.

[표 1]

바람직한 바, 쇠 길이 및 범위

	<u>가장 바람직한 범위</u>	<u>더욱 바람직한 범위</u>	<u>가장 바람직한 범위</u>
물의 양	15 내지 94%	25 내지 60%	30 내지 45%
물:비누의 비	0.7:1	1:1 내지 5:1	1.5:1 내지 2:1
FA 쇠 길이	C₁₂₋₂₄	C₁₄₋₂₂	C₁₄₋₁₈
총 제형중의 FA 비누량	6 내지 50%	15 내지 35%	15 내지 30%

표 1에 도시한 범위들은 필수적인 것은 아니다. 예를들면 몇몇 선택된 나트륨 비누는 약 75%양으로 사용될 수 있다. 따라서 그 범위는 약 5 내지 약 75%이다. 바람직한 양 및 비는 양이온 등에 따라, 모노카복실산에서 폴리카복실산에 이르기까지 등 다양할 수 있다.

표 1에 도시한 바들은 지시된 물의 양을 사용하여 제조되나, 최종 바의 수 함량을 감소시켜 감소된 수 함량을 갖거나 훨씬 적은 물을 함유하거나 또는 전혀 물을 함유하지 않는 바를 제공할 수 있다. 바람직한 수 함량은 바 중량의 약 20내지 약 80중량%이다.

이하의 표 2는 단일 FA 쇠 길이의 비누의 바람직한 몇몇 범위를 도시한다. 표 3은 본 발명의 조성물에 사용된 FA에서 불포화도의 몇가지 바람직한 범위를 도시하는 것이다. 몇몇 바람직한 조성물은 C 이하의 탄소수의 단쇄 FA를 거의 또는 전혀 함유하지 않는다. 비누지방산(FA)염 및 모노카복실산염이라는 용어는 본원에서는 때로는 함께 같은 의미로 사용된다. 관련시키는 것이 보다 쉽고 바람직한 실시태양이므로 비누가 사용된다.

[표 2]

단일 쇠 길이의 비누 % (총 섬유상 비누 함량 중의)

	<u>바람직한 범위</u>	<u>더욱 바람직한 범위</u>	<u>가장 바람직한 범위</u>
C ₁₂₋₂₄	25 내지 100%	50 내지 100%	75 내지 100%

[표 3]

불포화된 또는 단쇄(C 10 이하)길이 비누의 총%

	<u>일반 범위</u>	<u>바람직한 범위</u>	<u>더욱 바람직한 범위</u>
C ₁₂	0 내지 15%	0 내지 5%	0 내지 1%
C ₁₄₋₂₄	0 내지 50%	0 내지 10%	0 내지 1%

본 발명의 복합 비누 바 조성물에 대해 몇가지 중요한 바람직한 선택적 성분의 범위를 표 4에 나타낸다. 이들 성분 어느것도 기본적인 바람직한 바 코어 구조에 필수적인 것은 아니다. 0은 각각의 선택적 성분에 대해 가장 낮은 수준이다. 몇가지의 바람직한 바는 그러한 성분들을 총 약 0.1 내지 약 70% 함유할 수 있다. 본 발명에서는 이상적으로 코어 바가 비누와 물외에 다량의 기타 성분을 함유할 수 있다. 표4에 도시된 범위는 선택된 나트륨 비누 및 기타 성분을 5% 내지 약 75% 함유하는 바에 대해 특히 설명하는 것이다.

비누 성형 고체는 리튬 비누 또는 중화된 폴리카복실산으로도 제조될 수 있지만, 나트륨 비누에 대해 주어진 양 및 비와는 다소 다를 것으로 기대된다.

[표 4]

보다 복합적인 나트륨 비누 바에 대한 기타 성분의 범위(wt%)

	바탕적인 범위	더욱 바탕적인 범위	가장 바탕적인 범위
중화된 디카복실산	1 내지 40%	2 내지 30%	5 내지 25%
리튬 "비누"	1 내지 40%	2 내지 30%	5 내지 25%
칼륨 비누	1 내지 10%	2 내지 10%	5 내지 8%
마그네슘 또는 칼슘 비누	1 내지 35%	1 내지 12%	3 내지 8%
트리에탄올 암모늄 비누	1 내지 15%	2 내지 15%	5 내지 10%
합성 계면 활성제	1 내지 60%	4 내지 25%	8 내지 16%
기타 염 및 염 수화물	0.5 내지 50%	1 내지 25%	2 내지 15%
비휘발성 수용성 비이온성 유기 화합물	0.1 내지 50%	2 내지 40%	5 내지 20%
중합체성 연화성 향상제	0.1 내지 20%	0.25 내지 10%	1 내지 5%
왁스	0.1 내지 40%	2 내지 35%	3 내지 10%
기타 미세한 수용용물질	1 내지 60%	4 내지 25%	8 내지 16%
알루미늄 실리케이트/점토	0.5 내지 25%	1 내지 10%	3 내지 8%

본 발명에 유용한 비누는 동일 알킬쇄 길이를 가진 것일 수 있다. 즉, 표 2에 도시한 탄소수 12내지 24 중에서 선택된다. 동일쇄 길이는 본 발명의 바에 사용된 기타 비-나트륨 비누에 적용된다.

나트륨 비누는 바에 존재하는 비누의 최소한 약 50%인것이 바람직하다.

칼륨 비누 및/또는 트리에탄올암모늄 비누의 양은 나트륨 비누의 절반을 초과해서는 안되며, 바람직하게는 1/3미만, 더욱 바람직하게는 1/4미만이고, 마그네슘 비누량은 나트륨 비누량의 약 1/3을 초과해서는 안되며, 바람직하게는 약 1/4미만이다.

리튬 비누를 제외한 기타 비누의 합이 바람직하게는 나트륨 비누의 1/2, 더욱 바람직하게는 1/3을 초과해서는 안된다.

본 발명의 바 조성물의 합성 세제 성분은 음이온성, 비이온성, 양쪽성 및 썬비터이온성 합성 세제들로 이루어진 군중에서 선택된 세제로 정의될 수 있다. 높고 낮은 거품성 및 높고 낮은 수용성의 모든 계면활성제를 본 발명의 바 조성물에 사용할 수 있다.

본 발명에 사용하기에 적합한 합성 세제의 예들은 1967년 11월 7일자로 허여된 짐머러(Zimmerer)의 미합중국 특허 제 3,351,558호의 컬럼 6라인 70부터 컬럼 7라인 74에 기술되어 있으며, 이를 본원에 참고로 인용한다.

예로는 유기 술폰산의 수용성 염 및 지방족 황산 에스테르의 수용성 염, 즉 C의 알킬 라디칼 및 술폰산 및 황산 에스테르 라디칼로 이루어진 군중에서 선택된 라디칼을 분자 구조내에 갖는 유기 황산 반응 생성물의 수용성 염이 있다.

특히 중요한 합성 황산염 세제는 정상적인 고체인, C의 노말 1차 지방족 알코올의 황산 에스테르의 알칼리 금속염이다. 따라서, 탈로우의 환원 또는 코코넛유, 팜유, 스테아린, 팜커널유, 바바수커널유 또는 기타 코코넛계 오일의 환원에 의해 유도된 혼합된 고급 알콜류로부터 수득된 알킬 황산 나트륨 및 칼륨염을 본 발명에 사용할 수 있다.

적합하게 사용할 수 있는 기타 지방족 황산 에스테르에는 고분자량 비누-형성 카복실산으로 불완전하게 에스테르화된 다가 알콜 황산 에스테르의 수용성 염이 포함된다. 그러한 합성세제로는 1,2-히드록시프로판-3-황산 에스테르의 코코넛유 지방산 모노 에스테르의 나트륨 및 칼륨 염, 모노미리스도일 에틸렌 글리콜 설페이트의 나트륨 및 칼륨 염, 및 모노라우로일 디글리세롤 설페이트의 나트륨 및 칼륨 염과 같은 보다 고분자량 지방산 모노글리세리드 황산 에스테르의 수용성 알칼리 금속염이 있다.

통상적인 크린싱 제품에 유용한 합성 계면활성제 및 기타 선택적 물질이 또한 본 발명에 유용하다. 실제

로, 액체에 보통 유용하고 통상적인 크린싱 바에 혼입시키기가 매우 어려운 특정 흡습성 합성 계면활성제와 같은 몇몇 성분들은 본 발명의 바에 매우 상용적이다. 따라서, 크린싱 제품에 유용한 모든 공지된 합성 계면활성제가 본 발명의 조성물에 유용하다. 크린싱 제품 특히 문헌은 합성계면활성제를 개시한 것이 많다. 몇가지 바람직한 계면활성제 뿐만아니라 기타 크린싱 제품 성분들은 하기 문헌에 기술되어 있다.

미합중국 특허 번호	특허일	발명자
제 4,061,602 호	1977년 12월	오베르스타(Oberstar)등
제 4,234,464 호	1980년 11월	모샤우서(Morshauser)
제 4,472,297 호	1984년 9월	볼리치(Bolich)등
제 4,491,939 호	1985년 1월	호스킨스(Hoskins)등
제 4,540,507 호	1985년 9월	그롤리어(Grollier)
제 4,565,647 호	1986년 1월	레나도(Llenado)
제 4,673,525 호	1987년 6월	스몰(Small)등
제 4,704,224 호	1987년 11월	샤우드(Saud)
제 4,788,006 호	1988년 11월	볼리치, 쥬니어 등
제 4,812,253 호	1989년 3월	스몰 등
제 4,820,447 호	1989년 4월	메드콜프 등
제 4,906,459 호	1990년 3월	코브(Cobb)등
제 4,923,635 호	1990년 5월	시미온(Simion)등
제 4,954,282 호	1990년 9월	라이스(Rys)등

상기 특허들 모두 본 명세서에 참고로 인용한다. 몇몇 바람직한 합성 계면활성제는 본원의 실시예에 나와 있다. 바람직한 합성 계면활성제 시스템은 바 외관 안정성, 거품성, 세척성, 및 온화성에 따라 선택적으로 설계된다.

계면활성제 온화성은 계면활성제의 자극도를 측정하는데 사용되는 피부 벽 파괴 시험에 의해 측정할 수 있다. 이 시험에서, 계면활성제가 온화할 수록 피부벽은 덜 파괴된다. 피부벽 파괴는 시험 용액으로 부터 피부 표피조직을 통해 확산물 실에 함유된 생리적 완충액내로 통과하는 방사 라벨링된 물(H₂O)의 상대적인 양에 의해 측정된다. 이 시험은 논문[J. Invest. Dermatol., 1975, 64, pp.190-195]에서 프란츠(T. J. Franz)에 의해, 및 1987년 6월 16일자로 허여된 스몰 등의 미합중국 특허 제 4,673,625호(이들은 본 명세서에 참고로 인용함)에 개시되어 있으며, 상기 자료들에는 표준 알킬 글리세릴 에테르 설포네이트 혼합물을 포함하는 온화한 알킬 글리세릴 에테르 설포네이트(AGS) 계면활성제계 합성 바가 기술되어 있다. 벽 파괴시험은 온화한 계면활성제를 선택하는데 사용된다. 몇몇 바람직한 온화한 합성 계면활성제는 상기 스몰 등의 특허 및 라이스 등의 특허에 기술되어 있다. 본원의 실시예에서 바람직한 계면활성제의 몇몇 특정 예들을 사용한다.

우수한 거품성 향상 세제 계면활성제(온화한 것들)의 몇가지 예들은 나트륨 라우로일 사코시네이트, 알킬 글리세릴 에테르 설포네이트, 설포화 지방족 에스테르, 파라핀 설포네이트 및 설포화 지방산이다.

기타 계면활성제의 많은 예들은 본원에 참고로 인용한 특허들에 기술되어 있다. 이들로는 기타 알킬 설페이트, 음이온성 아실 사코시네이트, 메틸 아실 타우레이트, N-아실 글루타메이트, 아실 이세티오네이트, 알킬 설포석시네이트, 알킬 포스페이트 에스테르, 에톡시화 알킬 포스페이트 에스테르, 트리데세트 설페이트, 단백질 추출물, 에톡시화 알킬 설페이트와 알킬 아민 옥사이드의 혼합물, 베타인, 설파인 및 이들의 혼합물이 있다. 이들 계면활성제로는 1 내지 12 개의 에톡시기를 가진 알킬 에테르 설페이트, 특히 암모늄 및 나트륨 라우릴 에테르 설페이트가 포함된다.

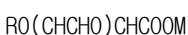
이들 기타 계면활성제의 알킬쇄는 C-C, 바람직하게는 C-C 이다. 알킬 글리코사이드 및 메틸 글루코스 에스테르가, 본 발명의 조성물에서 기타 온화한 음이온성 또는 양쪽성 계면활성제와 혼합될 수 있는 바람직한 온화한 비이온성 물질이다. 알킬 폴리글리코사이드 세제는 유용한 거품성 개선제이다. 분자의 친수성 및 소수성을 적절히 균형을 이루게 하기 위해서 알킬기는 약 8 내지 약 22개일 수 있으며 분자당 글리코사이드 단위는 약 1.1 내지 약 5개 일수 있다. 평균 글리코사이드화도가 약 1.1 내지 약 2.7, 바람직하게는 약 1.2 내지 약 2.5인 C-C 바람직하게는 C의 알킬 폴리글리코사이드가 바람직하다.

카복실산의쇄 길이가 C-C, 바람직하게는 C-C 이고, 에스테르 알코올의쇄 길이가 C-C 인, 지방족 에스테르의 설포화된 에스테르가 바람직하다. 이들에는 나트륨 알파 설포메틸 라우레이트, 나트륨 알파 설포메틸 코코에이트 및 나트륨 알파 설포메틸 탈로에이트가 포함된다.

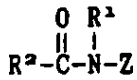
아민 옥사이드 세제는 우수한 거품성 향상제이다. 몇몇 바람직한 아민 옥사이드로는 C-C 바람직하게는 C-C 알킬 디메틸 아민 옥사이드 및 C-C, 바람직하게는 C-C 지방족 아실 아미도프로필 디메틸 아민 옥사이드, 및 이들의 혼합물이 있다.

지방산 알칸올아미드는 우수한 거품성 향상제이다. 몇몇 바람직한 알칸올아미드로는 C-C, 바람직하게는 C-C 모노에탄올아미드, 디에탄올아미드 및 모노이소프로판올아미드, 및 이들의 혼합물이 있다.

기타 세제 계면활성제로는 일반식



(이때, R은 C-C의 알킬기이고, K는 0 내지 10의 정수이고, M은 양이온이다)의 알킬 에톡시 카복실레이트; 및 일반식



(이때, R¹은 H, C₁₋₄ 알킬기, 2-히드록시에틸, 2-히드록시프로필 또는 이들의 혼합이고, R²는 C₅₋₃₁ 하이드로카빌이며, Z는 선형 하이드로카빌 쇠와 그에 직접 결합된 히드록시기 최소한 3개를 가진 폴리히드록시 하이드로카빌이다.)의 폴리히드록시 지방산 아마이드 또는 그의 알콕시화 유도체가 있다.

베타인은 우수한 거품성 향상제이다. C₈-C₁₈, 바람직하게는 C₁₂-C₁₆ 알킬 베타인, 예를 들면 코코 베타인 또는 C₈-C₁₈ 바람직하게는 C₁₂-C₁₆ 아실 아마이드 베타인, 예를 들면 코코아미도프로필 베타인, 및 이들의 혼합물과 같은 베타인들이 바람직하다.

바람직한 계면활성제 몇몇은 26°C 및 80% 상대습도에서 3일동안 그의 건조 중량의 최소한 약 20%의 물을 흡수하는 흡습성 합성 계면활성제이다. 흡습성 계면활성제는 바의 거품성을 개선한다. 몇몇 바람직한 흡습성 합성 계면활성제는 이하에 나와 있다(모두 흡습성인 것은 아니다).

[몇몇 계면활성제의 흡수성]

흡습성 계면활성제는 본원에서는 26°C 및 80% 상대습도에서 3일후 최소한 20%의 수분차를 갖는 것으로 정의한다.

부류 : 비이온성

설포네이트	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 C ₈ 글리세릴 에테르 설포네이트	39.8
나트륨 C ₁₂₋₁₄ 글리세릴 에테르 설포네이트	22.9
나트륨 C ₁₆ 글리세릴 에테르 설포네이트	71.4
나트륨 코코모노글리세리드 설포네이트	3.5

(C₈₋₁₆ 알킬 글리세릴 에테르 설포네이트의 나트륨 염)

알파 설포 에스테르 및 산	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 알파 설포 메틸 라우레이트/미리스테이트	39.3
나트륨 알파 설포 메틸 미리스테이트	44.5
나트륨 알파 설포 헥실 라우레이트	23.2
나트륨 알파 설포 메틸/헥실 라우레이트 및 미리스테이트	26.3
나트륨 알파 설포 메틸 팔미테이트	3.7
나트륨 알파 설포 메틸 스테아레이트	4.2
나트륨 2-설포 라우르산	0.2
나트륨 2-설포 팔미트산	3.8
나트륨 2-설포 스테아르산	0.0

(Na⁺R₁-C(SO₃⁻)-CO₂R₂, R₁=C₈₋₁₄ 알킬, R₂=C₁₋₈ 알킬)

나트륨 알킬 이세티오네이트	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 라우릴 이세티오네이트	31.7
나트륨 코코일 이세티오네이트	11.0
사코시네이트	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 라우릴 사코시네이트	8.8
나트륨 스테아릴 사코시네이트	13.3
나트륨 코코일 사코시네이트	18.7
알킬 설페이트	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 라우릴 설페이트	28.2
나트륨 라우레트-1설페이트	37.6
나트륨 올레일 설페이트	20.3
나트륨 세테아릴 설페이트	4.7

나트륨 세틸 설페이트	2.25
(Na ⁺ R ₁ (OCH ₂ CH ₂) _n OSO ₃ ⁻ , R ₁ =C ₈₋₁₄ 알킬, 최소한 하나의 이중결합을 가진 C ₁₆₋₂₀ 알킬(렌), n=0-18)	
아실 글루타메이트	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 코코일 글루타메이트	26.7
나트륨 라우릴 글루타메이트	17.8
나트륨 미리스틸 글루타메이트	18.1
나트륨 스테아릴 글루타메이트	12.0
알킬 에테르 카복실레이트	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 라우레트-5 카복실레이트	32.2
나트륨 팔미탈-20 카복실레이트	50.2
(Na ⁺ R ₁ (O-CH ₂ CH ₂) _n CO ₂ ⁻ , R ₁ =C ₈₋₁₈ 알킬, n=1-30)	
설포석시네이트	총 수분 흡수량*(%)
이나트륨 라우레트 설포석시네이트	33.6
포스페이트	총 수분 흡수량*(%)
나트륨 모노알킬(70%C ₁₂ /30%C ₁₄) 포스페이트	21.1
부류 : 양쪽성	
베타인	총 수분 흡수량*(%)
코코 베타인	70.0
코코아미도프로필 베타인	48.2
팔미탈아미도프로필 베타인	46.5
이소스테아릴아미도프로필 베타인	44.3
선타인	총 수분 흡수량*(%)
코코아미도프로필히드록시 선타인	59.5
아민 옥사이드	총 수분 흡수량*(%)
팔미탈 디메틸 아민 옥사이드	34.0
미리스틸 디메틸 아민 옥사이드	46.0
코코아미도프로필 아민 옥사이드	43.3
단백질 유도체	총 수분 흡수량*(%)
Na/TEA C ₁₂ 가수분해된 케라틴	34.7

* 3일, 26°C/80% 상대습도

중합체성 피부 연화제는 스몰 등의 특허 및 메드콜프 등의 특허에 기재되어 있다. 양이온성 폴리사카라이드 및 양이온성 합성 중합체 둘다 기술되어 있다. 본 발명에 유용한 양이온성 합성 중합체는 양이온성 폴리알킬렌이민, 에톡시폴리알킬렌 이민 및 폴리[N-[3-(디메틸암모니오)프로필]-N'-[3-에틸렌 옥시에틸렌 디메틸 암모니오)프로필]우레아 디클로라이드]이며, 그중 후자는 미라놀 케미칼사(Miranol Chemical Company, Inc.)에서 Miranol A-15(CAS 등록번호 제 68555-36-2 호)로 판매하고 있다.

본 발명의 바람직한 양이온성 중합체성 피부 보호제는 분자량 1,000 내지 3,000,000의 양이온성 구아 검 부류의 양이온성 폴리사카라이드이다. 더욱 바람직한 분자량 범위는 2,500 내지 350,000이다. 이들 중합체는 갈락토마난 단위를 포함하는 폴리사카라이드 주쇄 및 무수 글루코스 단위당 약 0.04 내지 약 0.8 범위의 양이온 치환도를 가지며, 이때 치환성 양이온 기는 천연 폴리사카라이드 주쇄에 대한 2,3-에폭시프로필트리메틸 암모늄 클로라이드의 부가물이다. 예로는 셀라니즈 사(Celanese Corporation)에서 판매하는 JAGUAR C-14-15, C-15 및 C-17이 있다. 본 발명에 기술된 잇점을 달성하기 위해서는 중합체는 적절하게 완전히 탈수되어 후에 비누 매트릭스내에 잘 혼합될 수 있도록 하는 구조적 또는 물리적 특성을 가져야 한다.

본 발명의 온화한 피부 크린싱 바는 실리콘 검과 실리콘 유체의 약 10:1 내지 약 1:10, 바람직하게는 약 4:1 내지 약 1:4, 가장 바람직하게는 약 3:2 내지 약 2:3 비율의 혼합물 약 0.5 내지 약 20%를 함유할 수 있다.

실리콘 검과 유체의 블렌드는 1990년 3월 6일자로 허여된 코브등의 미합중국 특허 제 4,906,459 호; 1988년 11월 29일자로 허여된 볼리치, 쥬니어 등의 제 4,788,006호; 1988년 5월 3일자로 허여된 그로트(Grote)등의 제 4,741,855호; 1987년 11월 3일자로 허여된 오(Oh)등의 제 4,704,272호; 및 1958년 3월 11일자로 허여된 지인(Geen)의 제 2,826,551호에는 샴푸 및 /또는 콘디셔너에 사용하는 것이 기술되어 있으

며, 이들 특히 모두를 본원에 참고로 인용한다.

상기 실리콘 성분은 피부 연화 특성을 부여하기에 효과적인 양, 예를 들면 조성물의 약 0.5내지 약 20%, 바람직하게는 약 1.5 내지 약 16% 및 가장 바람직하게는 약 3 내지 약 12%의 양으로 바에 존재할 수 있다. 본원에 사용된 실리콘 유체는 25°C에서 약 5 내지 약 600,000센티스톡, 가장 바람직하게는 약 350 내지 약 100,000 센티스톡 범위의 점도를 가진 실리콘을 나타낸다. 본원에 사용된 실리콘 겜은 약 200,000 내지 약 1,000,000의 분자량 및 약 600,000센티스톡 이상의 점도를 가진 실리콘을 나타낸다. 선택된 실록산의 분자량 및 점도는 그것이 겜인가 유체인가에 따라 결정될 것이다. 실리콘 겜과 유체를 함께 혼합하여 본 발명의 조성물에 혼합시킨다.

본 발명의 기타 성분들은 각종 용도에 따라 선택된다. 예를들면, 피부 크린싱 제품을 제형화하는데는 향료를 일반적으로 조성물의 약 0.1 내지 약 2.0%의 수준으로 사용할 수 있다. 알리콜, 하이드로트로프(hydrotrope), 착색제 및 충전제, 예를들면 활석, 점토, 수불용성 미립 탄산 칼슘 및 덱스트린이 또한 사용할 수 있다. 세테아릴 알콜은 세틸 알콜과 스테아릴 알콜의 혼합물이다. 방부제, 예를들면 에틸렌 디아민사초산 나트륨(EDTA)은 색 및 냄새의 질저하를 방지하기 위해 크린싱 제품에 조성물의 일반적으로 1% 미만의 양으로 혼합될 수 있다. 향균 물질이 또한 보통 1.5% 이하의 양으로 혼합될 수 있다. 상기 특허들은 본 발명의 바에 사용될 수 있는 그러한 성분 및 배합물을 기술하거나 그에 관한 것이며, 이들을 본원에 참고로 인용한다.

본 발명의 몇몇 바들은 약 5% 내지 약 75%의 상기 지방산 나트륨 비누 함유; 약 10% 내지 약 94%의 물; 및 약 1% 이상의 기타 비누, 보습제, 착색제, 용매, 충전제, 합성 세제 계면활성제, 중합체성 피부 촉감 및 연화성 보조제, 향료, 방부제 및 이들의 혼합물 중에서 선택된 또 하나의 바 성분을 함유한다.

본 발명의 몇몇 바들은 약 25% 이상이 단일 쇠 길이를 갖는 C₁₂₋₂₄의 포화 지방족 알킬 쇠 약 50% 이상으로 이루어진 함유상 지방산 나트륨 비누 5 내지 50%를 포함한다.

본 발명의 몇몇 바는 바 구조의 약 3 내지 약 75 부피%, 바람직하게는 약 15 내지 약 40 부피%를 차지하는 상기 함유를 포함한다.

몇몇 바는 약 25% 이상이 단일 쇠 길이를 갖는 C₁₂₋₂₄의 포화 지방족 알킬 쇠 약 50% 이상으로 이루어진 함유상 지방산 나트륨 비누 5 내지 75%; 물 약 10 내지 약 94%; 및 상기 표 4에 기재된 군중에서 선택된 기타 비누 바 성분 총 약 0 내지 약 70%의 경질 저 스미어 특성 구조를 포함한다.

몇몇 인체용 크린싱 비누 바 조성들은 약 25% 이상이 단일 쇠 길이를 갖는 C₁₂₋₂₄의 포화 지방족 알킬 쇠 약 50% 이상으로 이루어진 나트륨 비누 함유의 경질 인터록킹 메쉬; 및 20°C 및 80% 상대습도에서 3일 동안 그의 건조 중량의 약 20% 이상의 물을 흡수하는 계면활성제중에서 선택된 흡습성 합성 계면활성제 약 2 내지 약 40중량%를 포함한다.

[바 외관 보조제]

바외관(수-보유 및/또는 수축방지) 보조제는 바람직하게는 상기 표 4에 기재한 바와 같은 상용성 염 및 염 수화물; 수용성 유기 화합물, 예를 들면 폴리올, 우레아; 알루미늄 실리케이트 및 점토; 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된다.

수용성 유기 화합물은 또한 본 발명의 바 비누의 외관을 안정화하기 위해 사용된다. 몇몇 바람직한 수용성 유기 화합물은 프로필렌 글리콜, 글리세린, 에틸렌 글리콜, 슈크로스 및 우레아, 및 기타 상용성 폴리올이다.

특히 적당한 수용성 유기 화합물은 프로필렌 글리콜이다. 기타 상용성 유기 화합물에는 폴리올, 예를 들면 에틸렌 글리콜 또는 기타 1,7-헵탄디올, 각각 약 8,000 이하의 분자량을 가진 모노-및 폴리에틸렌 및 프로필렌 글리콜, 그의 모든 모노-C₁₋₄ 알킬 에테르, 솔비톨, 글리세롤, 글리코스, 디글리세롤, 슈크로스, 락토오스, 덱스트로스, 2-펜타올, 1-부탄올, 모노-, 디-및 트리-에탄올 암모늄, 2-아미노-1-부탄올 등 특히 다가 알콜류가 포함된다.

본원에 사용된 폴리올이라는 용어는 비-환원성 당, 예를 들면 슈크로스를 포함한다. 슈크로스는 펠링(Fehling) 용액을 환원 시키지 않으며, 따라서, 비 환원성 디사카라이드로 분류된다. 달리 언급되지 않으면, 본원에 사용된 슈크로스라는 용어는 슈크로스, 그의 유도체, 및 약 210°F(98°C)이하의 비누 가공 온도에서 실질적으로 안정한 유사한 비환원성 당 및 유사한 폴리올 류, 예를 들면 트리알로스, 라피노스, 및 스테치오스, 및 솔비톨, 락티톨 및 말티톨을 포함한다.

상용성 염 및 염 수화물은 물의 보유를 통해 바 비누 외관을 안정화하는데 사용된다. 몇몇 바람직한 염은 염화나트륨, 황산나트륨, 인산수소 이나트륨, 피로인산 나트륨, 사붕산 나트륨이다.

일반적으로, 상용성 염 및 염 수화물에는 무기산 및 저급(탄소 6개 이하) 카복실산 또는 기타 유기산의 나트륨, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 알루미늄, 리튬 및 암모늄 염, 상용하는 수화물 및 이들의 혼합물이 포함된다. 무기염에는 염산염, 브롬산염, 황산염, 메타규산염, 오르토인산염, 피로인산염, 폴리인산염, 메타붕산염, 사붕산염 및 탄산염이 포함된다. 유기 염에는 아세트산염, 포름산염, 메틸황산염 및 시트르산염이 포함된다.

수용성 아민염을 또한 사용할 수 있다. 모노에탄올아민, 디에탄올아민, 트리에탄올암모늄(TEA) 염산염이 바람직하다.

알루미늄실리케이트 및 기타 점토가 본 발명에 유용하다. 몇가지 바람직한 점토는 미합중국 특허 제 4,605,509호 및 제 4,274,975 호에 기술되어 있으며, 이들은 본원에 참고로 인용한다.

기타 유형의 점토로는 제올라이트, 카올리나이트, 몬토모릴로나이트, 아타풀가이트, 일라이트, 벤토나이트 및 할로이사이트가 있다. 또다른 바람직한 점토는 카올린이다.

왁스에는 석유계 왁스(파라핀, 미세결정성 및 광유 왁스)식물계 왁스(카나우바, 팜 왁스, 칸델릴라, 슈거 케인 왁스 및 식물계 트리글리세라이드), 동물성 왁스(밀납, 스페마세티, 울 왁스, 쉘락 왁스 및 동물성 트리글리세리드), 광물성 왁스(몬타르, 오저커라이트 및 세레신) 및 합성 왁스(피셔-트로프쉬)가 포함된다.

바람직한 왁스는 본원의 실시예에서 사용한다. 유용한 왁스는 약 120°F 내지 약 185°F (49 내지 85°C), 바람직하게는 약 125°F 내지 약 175°F (52 내지 70°C)의 용점(M. P.)을 갖는다. 바람직한 파라핀 왁스는 약 130°F 내지 약 140°F (49 내지 60°C) 범위의 용점을 가진 완전 정제된 석유 왁스이다. 이 왁스는 무취무미하며 식품 및 식품 패키징용 코팅물로서 사용하기 위한 FDA 필요조건을 만족한다. 그러한 파라핀은 쉽게 상업적으로 구입가능하다. 매우 적합한 파라핀은 예를 들면 오하이오주 소재의 더 스탠다드 오일 캠페니(The Standard Oil Company)에서 상품명 팩토왁스(Factowax)R-133으로 시판하고 있다.

기타의 적합한 왁스는 내쇼날 왁스 캠페니(National Wax Co.)에서 상품명 9182 및 6971(각각 131°F 및 130°F(대략 55°C)의 용점을 갖는다)로 판매하고 있다.

파라핀은 바에 약 5 내지 약 20중량% 범위의 양으로 존재하는 것이 바람직하다. 파라핀 성분은 제품에 피부 연화성, 가소성, 견고성 및 가공성을 부여하기 위해 사용된다. 이것은 또한 바에 광택성 외관 및 부드러운 촉감을 제공한다.

파라핀 성분은 경우에 따라 미세결정성 왁스로 보충된다. 적합한 미세결정성 왁스는 예를 들면 약 140°F (60°C) 내지 약 185°F (85°C), 바람직하게는 약 145°F (62°C) 내지 약 175°F (79°C) 범위의 용점을 갖는다. 왁스는 바람직하게는 식품 등급 미세결정성 왁스에 필요한 FDA 조건을 만족시켜야 한다. 매우 적합한 미세결정성 왁스는 위트코 케미칼 캠페니(Witco Chemical Company)에서 상품명 멀티왁스(Multi Wax)X-145A로 시판한다. 미세결정성 왁스는 약 0.5 내지 약 5중량% 범위의 양으로 바에 존재하는 것이 바람직하다. 미세결정성 왁스 성분은 실온에서 바에 유연성을 부여한다.

[도면의 간단한 설명]

제1 내지 제8도는 본 발명의 바 샘플들의 확대도를 나타내고, 제9도 및 제10도는 두개의 다른 통상적인 비누 바의 확대도를 나타낸다.

[실시예]

하기 실시예는 예시적인 것이며 본 발명의 범주를 제한하는 것이 아니다. 실시예에 사용된 비 중화된 또는 유리 지방산은 달리 언급되지 않으면 비누를 제조하는데 사용된 것과 동일한 쇠 길이를 갖는 것이다. 본원에 사용된 모든 양, 범위, 온도, 결과등은 달리 언급되지 않으면 대략치이다.

[본 발명의 바의 제조를 위한 기본 공정]

실시예에서 크린싱 바는 달리 언급되지 않으면 하기 공정에 의해 제조된다;

1. 지방산 전구체, 프로필렌 글리콜, 염화 나트륨 및 물(기타 원료와 함께 혼합되는 물은 제외됨)을 혼합하고 71°C로 가열한다.
2. 가성 용액(50% 수산화 나트륨)을 가하고, 15 내지 94%의 물 및 5.5 내지 75%의 비누(중화된 카복실산)를 포함하는 용융된 수성 액체가 형성될때까지 혼합물을 교반한다. 용융된 액체의 중화중의 온도는 대략 95°C로 증가된다.
3. 기타 성분들을 바람직하게는 하기 순서대로 가하고, 온도를 대략 88°C로 유지한다: 코코베타인; 나트륨 라우로일 사코시네이트; 또는 나트륨 알파 설포 메틸 코코에이트, 카올린 점토; 또는 수화된 게올라이트(합성 나트륨 알루미늄실리케이트); 및 파라핀 향료를 맨 마지막으로 가한다.
4. 용융된 액체 혼합물을 성형 몰드에 붓는다.
5. 용융된 액체는 실온으로 냉각하면 결정화(고화)되며, 생성된 바를 몰드에서 제거한다.

실시예의 바는 달리 언급되지 않으면 상기 일반 공정에 의해 제조된다.

본 발명의 실시예에 사용된 배합물을 통상적인 플로딩 또는 프리저 처리하면 매우 부드러운 바가 형성되거나 바가 형성되지 않는다는 것을 주지하여야 한다. 실시예 11는 매우 바람직한 일반 바이다.

[표 5]

바람직한 바

성분(중량 %)	실시예 I	실시예 II	실시예 III	실시예 IV
Na C ₁₄ 비누	20	20	-	-
Na C ₁₀ 비누	-	-	20	16
K C ₁₀ 비누	-	-	-	4
유리 지방산	1	1	1	1
나트륨 라우로일 사코시네이트	7	7	12	-
나트륨 알파 실포 메틸 코코에이트	-	-	-	7
코코 베타인	5	5	7	5
염화 나트륨	3.0	3.0	3.0	3.0
프로필렌 글리콜	14.5	14.5	14.5	15.0
수화된 제올라이트 A (알루미늄 실리케이트)	4.0	-	4.0	-
카올린 점토	-	4.0	-	4.0
파라핀(용점=55℃)	6.5	6.5	4.5	-
향료	1	1	1	1
물	37.25	37.25	31.95	36.25
경도(mm)	5.5	6.4	4.2	5.1
스미어 특성	9.5	9.0	8.5	8.5

[실시예에서의 시험에 대한 설명]

[바 경도 시험]

1. 바의 경도는 47g의 22.9mm(9인치) 샤프트와 그의 상부에 결합된 200g의 원추형 니들을 가진 247g의 표준 중량 침투계 프로우브가 바에 침투한 깊이(mm)를 25℃에서 측정함으로써 결정된다. 5mm이하의 경도치는 매우 경질인 바임을 나타내고; 5 내지 10mm는 적당히 경질인 바를 나타내고; 10 내지 12mm는 허용 상한치를 가진 다소 연질인 바를 나타내고; 12mm이상은 대부분의 용도에 허용 불가능한 매우 연질인 바를 나타낸다. 달리 언급하지 않으면 이것이 본원에 사용된 경도를 규정한다.

[바 스미어 시험]

2. 스미어 등급은(1) 1400mm 직경의 원형 접시에서 시험대 위에 비누 바를 놓고; (2)바의 밑부분 3mm가 물에 담구어질 수 있도록 상기 접시에 실온의 물 200ml를 가하고; (3) 상기 바를 밤새(15시간) 침지시키고; (4) 상기 바를 꺼내어 스미어의 결합된 량 및 스미어의 특성, 스미어의 깊이에 대해 평가함으로써 결정하며, 상기 평가에서 10은 스미어가 없음을 나타내고, 8.0 내지 9.5는 스미어가 적음을 나타내고, 5.0 내지 7.5는 시판하는 바와 유사한 중간정도의 스미어를 나타내고, 4.5 이하는 매우 불량한 스미어를 나타낸다.

미국 오하이오주 신시네티 소재의 더 프록터 앤드 갬블 캄파니(The Peocter Gamble Company)에 의해 시판되는 비누 바, 예를 들면 SAFEGUARD[®], ZEST[®], IVORY[®] 및 LAVA[®]는 각각 약 5, 6, 6 및 6의 스미어를 갖는다. 자세한 데이터는 표 12 참조.

[바 수축 시험]

3. 수축은 26℃ 및 15% 상대습도로 유지된 방에 새로 제조된 포장되지 않은 바를 1주일동안 놓아둠으로써 측정한다. 원래 바 형태에서의 수축량은, 0은 수축이 없음을 나타내고, +는 약간의 수축을 나타내고, ++는 중간정도의 수축을 나타내고, +++는 큰 수축을 나타내는 것으로 품질 평가함으로써 결정한다.

표 6 및 7에서, 비누 바 1 내지 10은 도시한 바와 같이 C₁₀, C₁₂, C₁₄, C₁₆ 및 C₁₈ 알킬 쇠 비누에 대한 바 경도, 스미어 및 수축을 보여주는 것으로 예시되어 있다. 본 발명의 바람직한 알킬 쇠 비누는 상기 표 1 및 2에 예시되어 있다.

용어 X는 실시예가 비교 실시예임을 의미한다.

[표 6]

단일 포화 쇠 길이 나트륨 비누/물예 대한 시험

실시예 1 실시예 2 실시예 3 실시예 4 실시예 5

성분(중량 %)

나트륨 비누

C ₁₀	33	-	-	-	-
C ₁₂	-	33	-	-	-
C ₁₄	-	-	33	-	-
C ₁₆	-	-	-	33	-
C ₁₈	-	-	-	-	33
유리 지방산	1.0	1.0	1.0	1.0	2.0
과잉의 수산화나트륨	-	-	-	-	-
염화 나트륨	2.0	1.0	1.0	1.0	1.0
물	64	65	65	65	64
경도 (mm)	8.9	2.3	2.2	5.4	4.2
스미어	3	10	10	9.5	10.0
수축성	-	+++	+++	+	0

주) 실시예 1은 8.9의 경도에도 불구하고 스미어 측정 방법에서 가용성 C 비누가 용해되어 버리기 때문에 매우 불량한 스미어 특성을 갖는다.

[표 7]

단일 포화 세 길이 나트륨 비누/물액 대한 시험

	실시예 6	실시예 7	실시예 8	실시예 9	실시예 10
성분(중량 %)					
나트륨 비누					
C ₁₂	-	-	-	15	5
C ₁₆	-	10	-	-	-
C ₁₈	-	-	10	-	-
C ₁₈ :1	33	-	-	-	-
유리 지방산	1.0	-	2.0	1.0	-
과잉의 수산화나트륨	-	0.07	-	-	-
염화 나트륨	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
물	65	87	82.8	83	94
경도(mm)	**	11.8	11.9		14.0
스미어		10.0	10.0		9.0
수축성		0	+++	++++	++++

**너무 많이 불포화된 비누로 인해 고체 바가 형성되지 않았음.

실시예 10 은 경질 구조를 가지나 경도가 14이기 때문에 크린싱 바로서 바람직하지 않다.

[표 8]

2 원 채 길이 나트륨 비누/물에 대한 시험

	<u>실시예 11</u>	<u>실시예 12</u>	<u>실시예 13</u>
<u>성분(중량 %)</u>			
나트륨 비누			
C ₁₀	-	-	16.5
C ₁₂	16.5	-	-
C ₁₄	-	16.5	16.5
C ₁₆ :1	16.5	16.5	-
유리 지방산	1.0	1.0	1.0
과잉의 수산화나트륨	-	-	-
염기 나트륨	1.0	1.0	1.0
물	65	65	65
경도(mm)	**	9.0	9.0
스미어		9.0	8.0

**너무 많이 불포화된 C 비누로 인해 고체 바가 형성되지 않았음.

[표 9]

2 원 포화 세 길이 나트륨 비누/물에 대한 시험

	<u>실시예 14</u>	<u>실시예 15</u>	<u>실시예 16</u>
<u>성분(중량 %)</u>			
나트륨 비누			
C ₁₂	16.5	-	-
C ₁₄	16.5	-	-
C ₁₆	-	16.5	10
C ₁₈		16.5	10
유리 지방산	1.0	1.0	1.0
염화 나트륨	1.0	1.0	1.0
물	65	65	78
경도(mm)	2.8	4.5	7.3
스미어	9.5	10.0	10.0
수축성		0	++
			-

실시예 12 내지 16은 본 발명의 탁원한 바이다.

[표 10]

복합 쇠 길이 나트륨 비누/물 시험

	실시에 17	실시에 18	실시에 19
성분(중량 %)			
나트륨 비누*			
에머솔 132**	-	(33)	(15)
C ₁₀	0.56	-	-
C ₁₂	0.64	-	-
C ₁₄	10.14	0.12	8.1(8.0)
C ₁₆	4.54	0.79	10.4(10.0)
C ₁₈	8.51	15.6	7.10
C ₂₀	0.76	0.76	0.35
C ₂₂	19.85	15.3	7.0
C ₂₄	-	0.26	0.12
유리 지방산	-	1.0	-
염화 나트륨	1.1	1.0	1.0
물	53.9	65	66
경도(㎜)	7.6	4.7	5.8
스미어	9.5	10	9.5
수축성		+	++

* 쇠 길이에 의한 조성, 괄호는 물질의 실제량을 나타낸다.

** 에머솔 132는 미국 펜실바니아주 앰블러소재의 헨켈 코퍼레이션(Henkel Corporation)으로부터 입수 가능함)

실시에 17 내지 19는 선행 실시에보다 더 복잡한 비누 혼합물로 이루어진 것이다. 이들은 본 발명의 우수한 바를 형성한다. 이들은 스미어가 거의 또는 전혀 없다. 이들을, 통상적인 탈로우 및 코코넛 비누로 제조된 것과 경도 및 스미어를 비교한 것이 표 11에 나와 있다.

[표 11]

복합재 길이 나트륨 비누/물 시험

	비교 실시예 20	비교 실시예 21	비교 실시예 22
성분(중량 %)			
나트륨 비누*			
발트우	(33)	-	(26.4)
코코넛	-	(33)	(6.6)
C ₁₀	-	2.31	0.46
C ₁₂₀	-	2.0	0.40
C _{12B}	-	16.5	3.3
C ₁₄	1.0	5.94	4.95
C ₁₆	7.92	2.81	6.90
C ₁₈	0.5	-	0.40
C ₂₀	6.6	1.0	5.48
C _{14:1}	0.33	-	0.26
C _{16:1}	0.83	-	0.66
C _{18:1}	14.2	2.0	11.76
C _{18:2}	0.75	0.5	0.7
유리 지방산	1.0	1.0	1.0
염화 나트륨	1.0	1.0	1.0
물	65	65	65
경도 (mm)	연질	15.8	12.6
스미어	불량	3.0	5.0

* 쇠 길이에 의한 조성, 괄호는 물질의 실제량을 나타낸다.

이들 비교 실시예 20, 21 및 22 는 본 발명의 경질 구조를 형성하지 못한다. 이들은 전형적인 시판 비누로 제조된 것이다. 이들은 불량한 스미어 특성을 가진 연질 비누이다. 물 65% 및 C 및 C 포화비누로 제조되고, 스미어가 없는 경질 바를 형성하는 본 발명의 실시예 15와 비교해 볼것.

실시예 23 은 비누보다 합성계면활성제를 많이 함유하는 본 발명의 바이다. 이것은 저스미어 및 우수한 거품성을 갖는다. 실시예 24는 중합체 및 기타 바 비누 성분을 함유하는 본 발명의 바이다.

[실시예 23]

합성 세제 바

성분	중량%
나트륨 팔미테이트	20
나트륨 라우로일 사코시네이트	9
나트륨 라우레트-3-설페이트	7
나트륨 세테아릴 설페이트	5
유리 지방산(팔미트산)	1
염화 나트륨	3
프로필렌 글리콜	14
수화된 제올라이트 A	3
향료	1
물	37

* 총 21%의 합성 계면활성제

[실시예 24]

중합체-함유 바

성분	중량%
나트륨 팔미테이트	20
나트륨 알파-설포 메틸 코코에이트	8.7
코코 베타인	4.65
Jaguar C376	1.5
프로필렌 글리콜	15
카올린 점토	5
파라핀(융점=55℃)	4.5
염화 나트륨	3
향료	1
물	35.5

* Jaguar C376은 미국 뉴욕주 뉴욕 소재의 셀라니즈 코퍼레이션(Celanese Corporation)으로부터 입수 가능함)

실시에 23 및 24는 표 5의 실시에 IV와 유사하다.

실시에 24 는 중합체성 피부 연화제와의 연질 바 제형이다.

[실시에 25 내지 27]

실시에 25	실시에 26	실시에 27
성분(중량 %)		
리튬 미리스테이트	33	-
-		
염화리튬	5	-
-		
도데칸이도산의	-	20
20		
이나트륨 염		
나트륨 라우로일	-	-
5		
사코시네이트		
물	62	80
75		
침투값	N/A	N/A
N/A		

N/A = 이용할 수 없음

실시에 25의 경우, 지방산 전구 물질을 71℃로 가열하고 별도로 물에 수산화 리튬을 가한 다음, 상기 지방산과 수산화 리튬 용액을 함께 가하고 함께 30분간 교반하면서 온도를 적어도 71℃로 유지한 후, 염화 리튬 염을 가하고 5분간 더 교반한 다음, 몰드에 부어 냉각 및 고화시킴으로써 제형을 제조한다.

실시에 26 및 27의 경우, 이산을 용융시키고(150 내지 180℃) 뜨거운(90℃) 가성용액에(NaOH 2 당량)을 가한다. 혼합물을 약 5 분간 교반한다. 실시에 27의 경우에는 가성/물 용액에 나트륨 라우로일 사코시네이트를 미리 용해시킨다. 냉각시 바는 고체로 되며 예를 들면 바의 약 35 내지 40중량%의 물함량까지 더 경화된다.

실시에 25는 나트륨 비누없이 고습의 견고하고 비-스미어성인 바를 형성하는 능력을 보여준다. 실시에 26 및 27은 완전히 비누가 없는 제품을 형성하는 능력을 보여주며, 여전히 비교적 경질인 인터록킹 섬유 구조를 수득한다.

[프리저 바 실시에 28]

실시에 28은 1991년 7월 15일자로 출원된 타네리(Taner) 등의 미합중국 특허원 제 07/731,163호에 기술된 프리저 바 제법에 관한 것이다. 이 방법은

- (1) 프리저 바의 중량을 기준으로, 중화된 카복실산 비누 약 15 내지 85중량% 및 물 약 15 내지 40 중량%를 포함하는 용융 혼합물을 혼합하는 단계;
- (2) 상기 혼합물을 스크랩된 벽형 열교환기 프리저에서 반 고체로 냉각시키는 단계;
- (3) 상기 반 고체를 연질 플러그(plug)로서 압출시키는 단계; 및
- (4) 상기 연질 플러그가 견고해질 때까지 더 냉각 및 결정화시켜 인체용 크린싱 프리저 바를 제공하는 단

계에 의해 제조된, 중화된 카복실산 비누의 비교적 경질이고 반연속적이며 개방된 삼차원의 결정성 인터록킹 메쉬를 가진 골조 구조를 포함하는 인체용 크린싱 프리저 바를 제공한다.

단계 1-혼합

제형에 있어서 명시한 비누는, C쇄 길이로 본질적으로 이루어진 원하는 지방산과, 본질적으로 수산화 나트륨, 리튬, 마그네슘, 칼슘 및 칼륨 및 트리에탄올아민으로 이루어진 적절한 염기 또는 염기들의 혼합물을 혼합함으로써 동일 반응계내에서 제조된다. 지방산, 염기 및 물을 약 170°F 내지 약 200°F (76 내지 93°C)에서 혼합하여 비누를 형성시킨다. 실시예 28에서는 180°F를 사용한다. 혼합물을 교반할 수 있을 정도로 충분한 물을 사용한다. 온도를 약 180°F 내지 약 200°F (82 내지 93°C)로 유지하면서 기타 성분들을 가한다. 실시예 28에서는 180°F를 사용한다. 최적 혼합온도는 특정 제형에 따라 달라질 수 있다.

단계 2(선택적)-통기, 미량 성분 첨가 및 순간 건조(선택적)

상기 혼합물을 통기시키고(선택적), 향료(건조시키는 경우에만) 및 기타 미량 성분을 포지티브 배출 펌프 또는 기타 인-라인 믹서를 이용하여 첨가한다. 실시예 28에서는 통기 또는 건조시키지 않는다. 단계 1의 혼합물은 임의로 건조시켜 물 함량을 목적 수준, 바람직하게는 20 내지 40% 수준으로 감소시킨다. 순간 건조 온도는 약 30내지 약 100psi(115 내지 517mmHg)의 압력하에서 약 225°F 내지 약 315°F(135 내지 157°C)이다.

단계 3-프리저

스크랩된 벽형 열교환기(프리저)를 사용하여, 건조한다면, 초기 온도 약 180°F 내지 약 200°F (82 내지 93°C) 또는 약 200°F 내지 약 220°F (93 내지 104°C)에서, 바람직하게는 최종온도 약 135°F 내지 약 180°F (57 내지 82°C), 더욱 바람직하게는 약 145°F 내지 약 180°F (63 내지 82°C) 및 가장 바람직하게는 약 155°F 내지 약 175°F (68 내지 79°C)로 혼합물을 냉각시켜 성분들을 부분 경화시킨다. 이 최종온도(또한 본원에서는 프리저 유출온도(FOT)로 칭함)는 전형적으로, 이동벨트로 압출시(단계4) 그의 형태를 유지하는 연질 플러그를 형성하는 최대 온도이다. 실시예 28의 FOT는 175°F이다.

단계 4-압출

단계 3의 냉각된 혼합물을, 이동 벨트위에서 연질 플러그로 압출시킨후, 이를 냉각 및 완전 결정화하고 스태핑한후 포장한다. 플러그는 바람직하게는 상기 인용한 미합중국 특허 제 3,385,059호에 나타낸 압출 조작에 의해 형성시킨다. 벨트상에서 서있기에 충분한 점도를 가진 반 고체를 제공하기 위해서는 프리저(단계 3)에서 조성물을 약간 결정화시키며, 한편 압출후에 추가의 결정화가 일어나 바를 경화시킨다. 나트륨 비누의 최종 결정화는 본 발명의 프리저 바에서의 반연속적인 개방 인터록킹 메쉬 구조를 형성한다.

[실시예 28]

성분	중량%
나트륨 C 비누	27.99
마그네슘 C 비누	5.00
나트륨 라우로일 사코시네이트	3.00
코코 베타인	10.00
프로필렌 글리콜	3.50
광유	22.49
염화 나트륨	2.58
유리 지방산, C	0.50
향료	0.50
물	24.44

플로딩 스태핑된 바 경도 시험

본 발명의 바와 기타 바들을 구분짓기 위해 플로딩 스태핑된 바 경도 시험을 사용할 수 있다. 다양한 비누제법을 나타내는 가지의시판바를선택한다.: SAFEGUARD® (미국 오하이오주 신시네티 소재의 더 프록터 앤드 갬블 캄파니로부터 입수 가능함), 비누 분쇄된 바; ZEST®, 비누/합성 분쇄된 바; IVORY®, 프리저 바; 및 LAVA®, 프레임 바. 이들 시판 바 샘플 및 실시예 28 및 실시예 11의 성형 바들을 이하의 공정에 따라 플로딩시킨다.

전반적으로, 플로딩시킨 후에 시판 바들은 훨씬 경질이고 실시예 28 또는 실시예 11에 비해 더 우수한 스키어성을 가진다. 이 시험은 경질 골조 구조를 가진 바와 다른 바들을 구분짓는 탁월한 방법임이 자명하다. 간단히 말해 본 발명의 바들은 통상적인 바보다 재플로딩 시킨 후 훨씬 더 연질로 될 것이다. 공정은 다음과 같다.

1. 성형 바(2.5kg 또는 그 이상)들을 진공없이 일단계 플로더(4인치/10.16cm 보닛 일단계 플로더)에 넣고 누들판을 통과시킨다. 누들판은 3.1인치(8cm)판에 0.37인치(0.93cm) 구멍이 19개 있는 것이다. 배럴 온도를 120°F(49°C)로 설정하고, 노즈 온도를 110°F(43.5°C) 설정한다.
2. 누들을 사용하여 1 단계를 반복한다.
3. 단계 2의 누들을 진공이 걸린 일단계 플로더(4인치/10.16cm 보닛 일단계 플로더)에 넣고 벽돌형 구멍

을 통과시킨다. 1.88인치(4.6cm) 높이×1.16인치(3cm) 폭×3인치(7.6cm)길이의 대략적인 치수를 가진 벽돌형 플러그가 압출된다. 이들 플러그는 90°F(32°C) 내지 105°F(41°C)의 내부온도를 가져야 한다.

4. 이들 플러그를 벽돌형으로 스탬핑하여 실온으로 냉각시킨후 (최소한 12시간) 평가한다.

[표 12]

바 플로더 데이터

바	경도(mm)
1 SAFEGUARD® 시판비누	3.18
2 SAFEGUARD®(플로딩/스탬핑)	3.13
델타값(바1-바2의 값)	0.05
1 ZEST® 시판비누	2.25
2 ZEST®(플로딩/스탬핑)	2.33
델타값	(0.08)
1 IVORY® 시판비누	1.93
2 IVORY®(플로딩/스탬핑)	3.03
델타값	(1.10)
1 LAVA® 시판비누	1.90
2 LAVA®(플로딩/스탬핑)	2.47
델타값	(0.57)
1 실시예 28(성형 바)	3.35
2 실시예 28(플로딩/스탬핑)	10.67
델타값	(7.32)
1 실시예 II(성형 바)	6.43
2 실시예 II(플로딩/비 스탬핑)	18.07
델타값	(11.64)

*플로더/스탬핑된바의 경도는 각 시험 바에 대해 표 12에서 바 2로 나타낸다. 바 경도 시험은 본원에서 설명한 바와 같다.

이론에 얽매이고자 하는 것은 아니지만, 4 이상의 델타값을 가진 플로딩된 바들은 원래 플로딩시 분쇄 또는 파괴되는 골격구조를 가짐을 강하게 암시한다. 본 발명의 경질 바는 통상적인 바 공정으로 플로딩시 연질의 지지부한 바를 형성할 것이다. 실시예 28의 바를 먼저 상기 프리저 공정을 사용하여 형성시킨다. 실시예 11의 바를 먼저 상술한 프레임 바 공정을 사용하여 형성시킨다. 약 5 내지 10kg의 각각의 바를 플로딩 및 스탬핑시킨다.

시판 바들은 탈로우 및 코코넛 천연 비누로 이루어진다. 플로딩된 SAFEGUARD® 및 ZEST® 비누의 경도는 대략 본래 바와 동일하다. IVORY® 및 LAVA® 플로딩된 비누(2)는 본래 바보다 약간 더 연질이다.

한편, 실시예 28의 플로딩된 바 2는 실시예 28의 원래 바 1 보다 훨씬 더 연질이다. 보다 극적으로 실시예 11의 플로딩된 바 2는 플로딩시 망가지며 너무 연질이어서 스탬핑할 수 없다. 플로딩 후의 경도는 연질 수성상의 것이며, 이는 골격 구조의 경질도가 본질적으로 파괴됨을 암시한다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

중화된 모노-카복실산 또는 디-카복실산 연신된 결정의 개방된 3차원의 비교적 경질의 인터록킹 메쉬(interlocking mesh) 골격 구조를 포함하는 성형 고체.

청구항 2

최소한 2가지의 상: 25°C에서 연질 또는 유동성인, 12mm 두께의 샘플에 대해 12mm의 침투 값을 가진 수성 상; 중화된 모노-카복실산 또는 디-카복실산 연신된 결정의 개방된 3차원 인터록킹 메쉬를 포함하는 경질 결정성 상 골격 구조를 포함하고, 47g 중량의 9인치(22.9cm) 샤프트 상부에 200g의 원추형 니들(상부 값 19/32 인치(1.51cm) 및 꼭지점 값 1/32인치(0.08cm))이 결합된 총 247g의 표준 중량 침투계 프로우브를 사용하여 25°C에서 측정할때 25mm 두께의 샘플에 대해 12mm 이하의 침투값을 갖는 크린싱 바

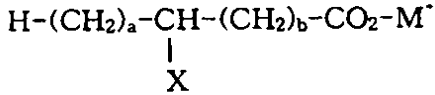
(cleansing bar).

청구항 3

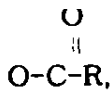
제2항에 있어서, 상기 중화된 카복실산이 리튬 또는 나트륨 중화된 모노카복실산(비누) 또는 디카복실산 및 이의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되고; 상기 모노카복실산이 12 내지 24 개의 탄소수를 가진 지방 알킬(렌) 쇠를 갖고; 상기 디카복실산이 12 내지 18 개의 탄소수를 가진 지방 알킬(렌) 쇠를 갖고; 상기 카복실산의 최소한 80%가 포화 알킬 쇠를 가지며; 상기 경질 결정성 상 골격 구조가 크린싱 바의 3 내지 75 부피%를 차지하고; 상기 중화된 카복실산이 크린싱 바의 5내지 75중량%를 차지하며; 상기 크린싱 바가 15내지 94%의 물을 함유하는 크린싱 바.

청구항 4

제2항에 있어서, 상기 카복실산의 최소한 80%가 하기 일반식을 갖는 크린싱 바;



상기식에서, a+b는 8 내지 20이고, a 및 b는 각각 0내지 20이며,



X는 H, OR, 또는 이의 조합이고, R은 C₁₋₃ 알킬, H 또는 이의 조합이며, M은 Na, Li 또는 이의 조합이다.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 a+b가 10 내지 16 이고, a 및 b 각각이 0내지 16이며, X가 H 또는 OR이고, R이 H이며, M이 Na인 크린싱 바.

청구항 6

최소한 25%가 단일 쇠 길이인 C₁₂₋₂₄의 포화 지방 알킬렌 쇠 최소한 50%로 이루어진 나트륨 지방산 비누 15 내지 50%; 물 15 내지 60%; 및 26°C 및 80% 상대 습도에서 3일동안 그의 건조 중량의 최소한 20%의 물을 흡수하는 계면활성제들중에서 선택된 흡습성 합성 계면활성제 2 내지 60%를 포함하는, 연신된 나트륨 비누 결정의 경질 결정성 인더록킹 메쉬를 포함하는 인체용 크린싱 바 조성물.

청구항 7

제3항에 있어서, 상기 연신된 결정이 상기 포화 지방 알킬 쇠의 최소한 25%가 단일 쇠 길이를 가진 섬유 유사 나트륨 지방산 비누로 이루어지고; 상기 바가 상기 나트륨 비누 15 내지 75%를 함유하고; 상기 바가 상기 비누의 50중량% 이하의 비 중화된(유리)카복실산을 함유하는 크린싱 바.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 바가 상기 나트륨 비누 및 물; 및 알킬 설페이트, 파라핀 설포네이트, 알킬 글리세릴 에테르 설포네이트, 아실 사코시네이트, 메틸아실 타우레이트, 선형 알킬 벤젠 설포네이트, N-아실 글루타메이트, 알킬 글루코사이드, 알파 설포 지방산 에스테르, 아실 이세티오네이트, 알킬 설포석시네이트, 알킬 에테르 카복실레이트, 알킬 포스페이트 에스테르, 에톡시화 알킬 포스페이트 에스테르, 메틸 글루코스 에스테르, 단백질 추출물, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 베타인, 알킬 설타인, 1 내지 12 개의 에톡시 기를 가진 알킬에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된 C₈₋₂₂ 알킬 쇠를 함유하는 합성 계면활성제 2 내지 60%를 함유하는 크린싱 바.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 합성 계면활성제가 26°C 및 80% 상대 습도에서 3일동안 그의 건조 중량의 20% 이상의 물을 흡수하는 흡습성 계면활성제이고, 상기 바가 비교적 비-팽윤성인 크린싱 바.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 흡습성 계면활성제가 알파 설포 지방산 에스테르, 알킬 설페이트, 알킬 에테르 카복실레이트, 알킬 베타인, 알킬 설타인, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되는 크린싱 바.

청구항 11

제8항에 있어서, 상기 물 대 상기 비누의 비가 1:1 내지 5:1 이고; 상기 물이 25% 내지 60%의 양으로 존재하고; 상기 비누가 C₁₄ 내지 C₂₂의 지방 알킬 쇠를 갖고, 상기 바중의 상기 비누량이 15% 내지 35%이고; 상기 비누 알킬 쇠의 최소한 85%가 포화된 것이며; 상기 비중화된(유리) 카복실산이 상기 비누의 25중량% 이하이며; 상기 합성 계면활성제 량이 상기 바의 4 내지 25중량%이고, 상기 계면활성제가 나트륨 아실 이세티오네이트, 나트륨 아실 사코시네이트, 나트륨 알파 설포 지방산 에스테르, 나트륨 파라핀 설포네이트, 나트륨 알킬 에테르 설페이트, 나트륨 알킬 설페이트, 나트륨 선형 알킬 벤젠 설포네이트, 알킬 베타인, 알킬 설타인 및 트리알킬 아민 옥사이드로 이루어진 군중에서 선택되는 크린싱 바.

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 물 대 비누의 비가 1.5:1 내지 2:1이고; 상기 비중화된(유리) 카복실산 이 상기 비누의 17중량%이하이며; 상기 물의 양이 30%내지 45%이고; 상기 비누 지방 알킬쇄가 C₁₄ 내지 C₁₈ 이고; 상기 알킬쇄의 최소한 95%가 포화된 것이고; 상기 비누량이 15% 내지 30%이고; 상기 합성 계면활성제 량이 8% 내지 16%인 크린싱 바.

청구항 13

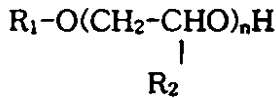
제8항에 있어서, 상기 바가 미세결정성 왁스, 광유, 카나우바 왁스, 팜 왁스 칸델릴라 왁스, 사탕수수 왁스, 식물에서 유도된 트리글리세리드, 밀납, 스페마세티, 라놀린, 우드 왁스, 셀락 왁스, 동물에서 유도된 트리글리세이드 몬타르, 오조커라이트, 세레신 및 피셔-트로프쉬(Fischer-Tropsch) 왁스로 이루어진 군중에서 선택된 소수성 물질 0.1% 내지 40%를 함유하는 크린싱 바.

청구항 14

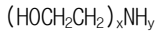
제13항에 있어서, 상기 바가 광유 및 왁스로 이루어진 군중에서 선택된 소수성 물질 2%내지 35%를 함유하며, 상기 광유 및 왁스 및 그의 혼합물이 49°C(120°F) 내지 85°C(185°F)의 융점을 갖는 크린싱 바.

청구항 15

제8항에 있어서, 상기 바가 물 10부에 최소한 5 부의 용해도를 가진 비휘발성 수용성 비이온성 유기 물질 1% 내지 50%를 함유하고; 상기 수용성 비이온성 유기 물질이 하기 구조식의 폴리올;



(이때, R₁은 H 또는 C₁₋₄ 알킬이고, R₂는 H 또는 CH₃이며, n은 1 내지 200이다); C₂₋₁₀ 알칸디올; 솔비톨; 글리세린; 당; 당유도체; 우레아; 및 하기 구조식의 에탄올 아민;



(이때, x는 1 내지 3이고, y는 0내지 2이며, x+y는 3 이다), 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되는 크린싱 바.

청구항 16

제15항에 있어서, 상기 바가 비휘발성 수용성 비이온성 유기 물질 2 내지 40%를 함유하는 크린싱 바.

청구항 17

제16항에 있어서, 상기 비휘발성 수용성 비이온성 유기 물질이 상기 바의 5 내지 20중량%를 차지하고; 상기 유기물질이 프로필렌 글리콜, 글리세린, 슈크로스, 및 우레아, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되는 크린싱 바.

청구항 18

제8항에 있어서, 상기 바가 상기 나트륨 비누, 상기 물 및 상기 합성 계면활성제, 및 1% 내지 10%의 상기 칼륨 비누; 1% 내지 35%의 상기 마그네슘 비누; 1% 내지 35%의 상기 칼슘 비누; 1% 내지 15%의 트리에탄올암모늄 비누; 1% 내지 60%의 탄산 칼슘 및 탈크 중에서 선택된 미세 비수용성 물질; 0.1% 내지 20%의 중합체성 피부 감촉보조제; 0.5% 내지 25%의 제올라이트, 카올린, 카올리나이트, 몬트모릴로나이트, 애터필자이트, 일라이트, 벤토나이트, 할로이사이트 및 소결된 점토로 이루어진 군중에서 선택된 알루미노실리케이트 점토 및/ 또는 기타 점토; 및 1% 내지 50%의, 나트륨, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 알루미늄, 리튬, 암모늄, 모노에탄올 암모늄, 디에탄올 암모늄 및 트리에탄올 암모늄으로 이루어진 군중에서 선택된 양이온, 및 클로라이드, 브로마이드, 설페이트, 메타실리케이트, 오르토포스페이트, 피로포스페이트, 폴리포스페이트, 메타보레이트, 테트라보레이트 카보네이트, 비카보네이트, 하이드로겐 포스페이트, 메틸 설페이트 및 탄소수 6 이하의 모노-및 폴리 카복실레이트로 이루어진 군중에서 선택된 음이온을 가진 염 및 염 수화물로 이루어진 군중에서 선택된 기타 성분 0.1 내지 70%를 함유하는 크린싱 바.

청구항 19

제2항에 있어서, 상기 연신된 결정이 판을 함유하고, 상기 비누가 리튬 중화된 모노 카복실산으로 이루어진 크린싱 바.

청구항 20

제2항에 있어서, 상기 연신된 결정이 섬유상이고, 상기 중화된 디카복실산이 1,12-도데칸디오산의 이나트륨 염이며, 상기 중화된 디카복실산이 상기 바의 20 내지 70중량%를 차지하는 크린싱 바.

청구항 21

최소한 2 가지의 상; 25°C에서 연질 또는 유동성인 12mm 두께의 샘플에 대해 12mm의 침투 깊을 가진 수성 상; 중화된 모노-카복실산 또는 디-카복실산 연신된 결정의 개방된 3 차원의 비교적 경질의 인터록킹 메시 골격구조를 포함하는 경질 결정성 상을 포함하고, 47g 중량의 9인치(22.9cm) 샤프트 상부에 200g의 원추형 니들(상부값 19/32 인치(1.51cm) 및 꼭지점 값 1/32인치(0.08cm))이 결합된 총 247g의 표준중량 침투계 프로우브를 사용하여 25°C에서 측정할 때 25mm 두께의 샘플에 대해 12mm이하의 침투 깊을 갖는 크린싱 바의 제조방법에 있어서, 1. 20 내지 94%의 물 및 5내지 75중량%(바 중량 기준)의 상기 중화된 카복실

산을 포함하는 용융된 수성 액체를 제조하는 단계; 11. 상기 용융된 액체를 바 성형 몰드내에 붓는 단계; 및 111. 상기 성형된 용융액체를 냉각시킴으로써 결정화시켜 크린싱 바를 제공하는 단계를 포함하는 크린싱 바의 제조방법.

청구항 22

제21항에 있어서, 상기 용융된 수성 액체가 상기 카복실산의 수성 혼합물을 교반하면서 50°C (120°F) 내지 95°C (205°F)의 온도에서 수산화 나트륨 또는 수산화 리튬 및 그의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된 수산화물로 중화함으로써 제조되는 방법.

청구항 23

제21항에 있어서, 상기 바의 2 내지 15중량%가 설페이트, 클로라이드 아세테이트 및 시트레이트의 나트륨 또는 리튬염 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된 결정화도 향상 염인 방법.

청구항 24

코스 에스테르, 단백질 축합물, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 베타인, 알킬 설탕인, 1 내지 12 개의 에톡시기를 가진 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된, C₈₋₂₂ 알킬렌쇄를 함유하는 합성 계면활성제로 이루어진 군중에서 선택된 가용화 보조제 2 내지 40%를 포함하고; 단계 1에서 상기 용융된 수성 연속 상에 용해되는 상기 중화된 카복실산의 양을 증가시키기 위해 상기 가용화 보조제를 가하는 방법.

청구항 25

제21항에 있어서, 상기 수성 상이 20 내지 100중량%의 물을 함유하는 방법.

청구항 26

제21항에 있어서, 상기 결정성 상이 75 내지 100중량%의 상기 중화된 카복실산을 함유하는 방법.

청구항 27

제21항에 있어서, 상기 바가 상기 25mm의 바 샘플에 대해 3mm 내지 9mm의 침투값을 갖는 방법.

청구항 28

제21항에 있어서, 상기 바가 왁스, 광유 및 점토중에서 선택된 결정 또는 작은 방울을 포함하는 기타 비-카복실산 상을 갖는 방법.

청구항 29

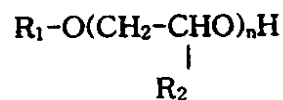
제6항에 있어서, 상기 흡습성 합성 계면활성제가 알파 설포 지방산 에스테르, 알킬 설페이트, 알킬 에테르 카복실레이트, 알킬 베타인, 알킬 설탕인, 알킬 아민 옥사이드, 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택되는 인체용 크린싱 바.

청구항 30

제6항에 있어서, 상기 바가 염화나트륨, 황산 나트륨, 인산 수소 이나트륨, 피로인산 나트륨, 사붕산 나트륨, 아세트산 나트륨, 시트르산 나트륨 및 무기산과 단쇄 유기산의 기타 상용성 염으로 이루어진 군중에서 선택된 염 또는 염 수화물 0.5 내지 40%를 포함하는 인체용 크린싱 바.

청구항 31

제30항에 있어서, 상기 용융된 수성 액체상이 (a) 하기 구조식의 폴리올;



(이때, R₁은 H 또는 C₁₋₄ 알킬이고, R₂는 H 또는 CH₃이며, n은 1내지 200이다); C₂-C₁₀ 알칸 디올; 솔비톨; 글리세린; 당; 당 유도체; 우레아; 및 하기 구조식의 에탄올 아민: (HOCH₂CH₂)_xNH_y (이때, x는 1 내지 3이고, y는 0내지 2이며 x+y는 3이다.)로 이루어진 군중에서 선택된 비휘발성 수용성 비이온성 유기 용매; (b) 탄소수 1 내지 5의 알콜; (c) 알킬 설페이트, 파라핀 설포네이트, 알킬 글리세릴 에테르 설포네이트, 음이온성 아실 사코시네이트, 메틸 아실 타우레이트, 선형 알킬 벤젠 설포네이트, N-아실 글루타메이트, 알킬 글루코사이드, 알파 설포 지방산 에스테르, 아실 이세티오네이트, 알킬 설포석시네이트, 알킬 에테르 카복실레이트, 알킬 포스페이트 에스테르, 에톡시화 알킬 포스페이트 에스테르, 메틸 글루 코스에스테르, 단백질 축합물, 알킬 아민 옥사이드—알킬 베타인, 알킬 설탕인, 1 내지 12 개의 에톡시기를 가진 알킬 에테르 설페이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군중에서 선택된 C₈₋₂₂ 알킬렌쇄를 함유하는 합성 계면활성제로 이루어진 군중에서 선택된 가용화 보조제 2 내지 40%를 포함하고; 단계 1에서 상기 용융된 수성 연속 상에 용해되는 상기 중화된 카복실산의 양을 증가시키기 위해 상기 가용화 보조제를 가하는 방법.

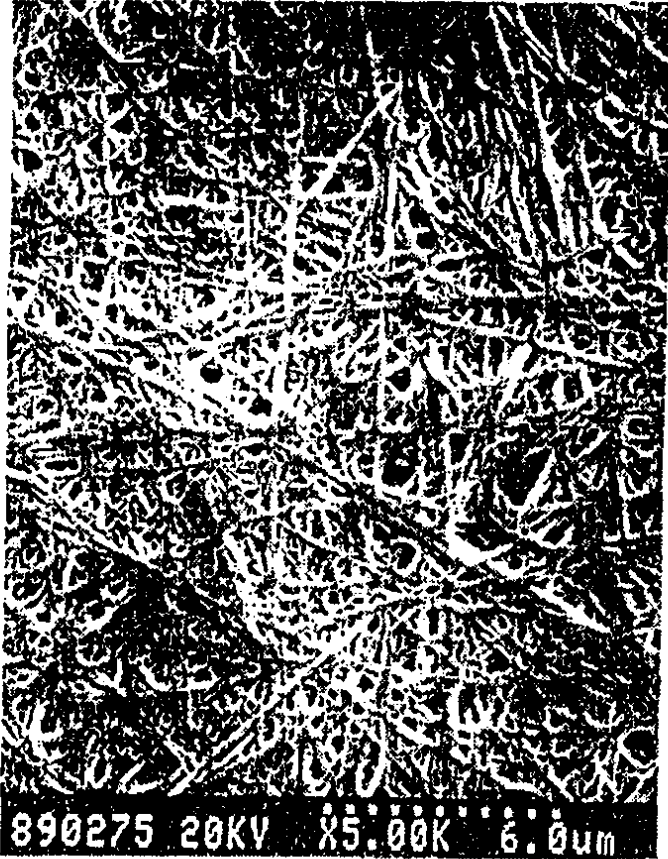
도면

도면1

고수분 바의 주사전자

현미경 사진

5% NaLa 라우레이트/94% 물의 바(재결정화됨)



5000X

도면2



2500X

도면3



표면 기공
3000X

도면4



표면
5000X

도면5



5000X

도면6

20% 1,12 도데칸 디오산의
이나트륨염 /80% 물



2000X

도면7

33% 리튬 미리스테인트/5%
염화리튬/62% 물



1500X

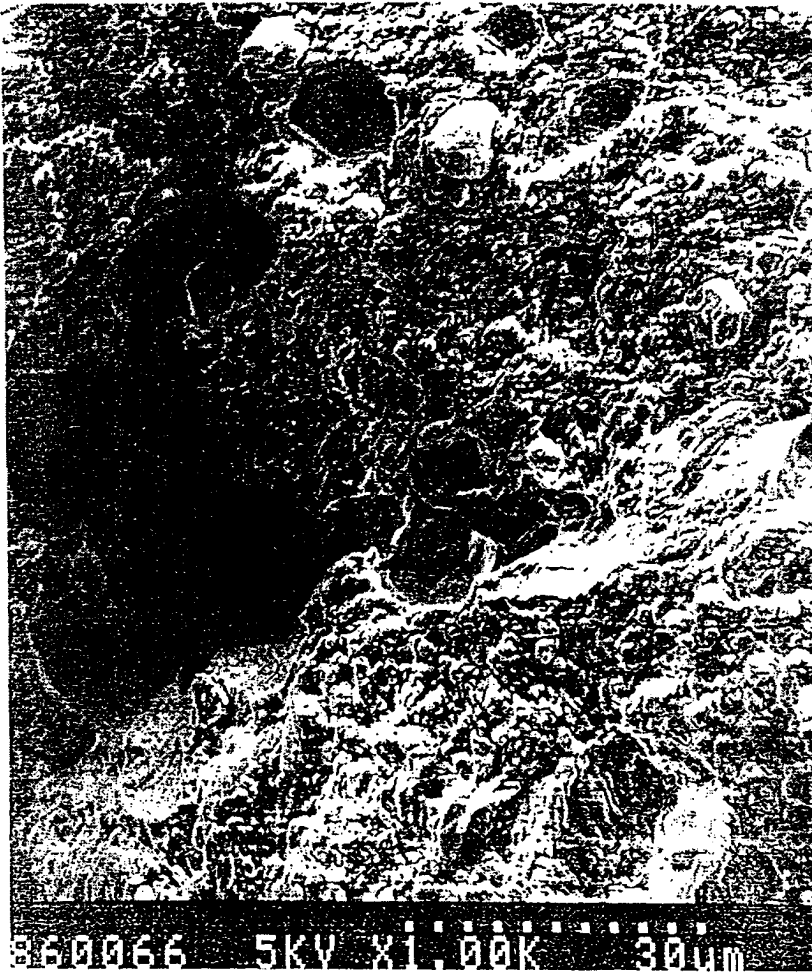
도면8



1500X

도면9

IVORY©



1000X

도면 10

NEUTROGENA®



1500X