

331779

P.- 33.080

U.S. Serial
Nº 492.292



MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, entidad norteamericana
establecida en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados
Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION
PARA PULVERIZAR SOBRE EL CABELLO"

=====
Esta invención se refiere a pulverizaciones para
el cabello y más particularmente se refiere a pulverizaciones
para el cabello en forma de aerosol.

5 Las pulverizaciones para el cabello en forma de ae-
rosol bien conocidas, generalmente empleadas por las damas y
las jóvenes para fijar el cabello en un estilo deseado, usual-
mente contienen un agente fijador resinoso, formador de pelí-
cula, disuelto en un disolvente junto con un propulsor todo
esto envasado en un recipiente cerrado a presión que tiene
10 una salida controlada por una válvula diseñada para liberar

30 SEP.



una llovizna o niebla de la solución para su deposición en el
cabello cuando la válvula es abierta. El disolvente usualmen-
te usado para este propósito es etanol, el cual es relativa-
mente volátil y no tóxico. Para evitar problemas de corrosión
5 en los envases de acero y partes asociadas, para proporcionar
un secado rápido del rocío, y para evitar posibles reacciones
con el propulsor, se prefiere alcohol anhidro (es decir con
menos de un 3% de humedad).

Es un objetivo de esta invención proporcionar una
10 composición para pulverizar sobre el cabello, nueva y útil,
hecha con etanol anhidro como disolvente, que tenga un buen
poder de fijación del cabello y capaz de proporcionar un pei-
nado de estilo natural, que sea fácilmente manejable y que
pueda peinarse fácilmente.

Otros objetivos de esta invención se harán eviden-
tes con la descripción y reivindicaciones detalladas que si-
guen. En esta descripción y reivindicaciones, todas la propor-
ciones son en peso a no ser que se especifique lo contrario.

De acuerdo con un aspecto de esta invención, se
20 proporciona una composición nueva para pulverizar sobre el ca-
bello que contiene un agente tenso activo catiónico, un poli-
peptido soluble en alcohol anhidro y una resina formadora de
película, todo ello disuelto en un alcohol anhidro. Ventajoso-
samente la composición también incluye una silicona. Para pro-
25 porcionar una presión de pulverización también se incluye un
propulsor licuado en el envase de pulverización para el cabe-
llo.

El agente tensioactivo catiónico es ventajosamente
de naturaleza cuaternaria. Compuestos de amonio cuaternario
30 que tienen cadenas largas de hidrocarbónos alifáticos, es de-



5 cir, de alrededor de 12 a 22 átomos de carbono, son particularmente apropiados. Ejempls de tales compuestos son el cloruro de estearil dimetil bencil amonio, el cloruro de oleil dimetil bencil amonio, el cloruro de estearamidopropil dimetil beta-hidroxietil amonio, el bromuro de cetil trimetil amonio, el cloruro de diisobutilofenoxietetil dimetil bencil amonio y los correspondientes metosulfatos y acetatos. El agente catiónico es preferiblemente soluble en alcohol anhidro y en agua.

10 El polipéptido usado tiene ventajosamente un peso molecular bajo, preferiblemente por debajo de 2000 y aún más preferiblemente por debajo de 1000; por ejemplo, puede contener un promedio de 3 ó 4 aminóácidos en la cadena de polipéptido para que sus soluciones en etanol anhidro sean altamente

15 fluídas. Una solución al 25% en etanol de los polipéptidos es menos viscosa, a 25°C., que el agua; cuando esta solución es esparcida en una placa de cristal y se permite que el alcohol se evapore, se produce una película pegajosa, blanda y transparente. El polipéptido puede ser producido por hidrólisis

20 básica de una proteína tal como la queratina, colágeno o gelatina. Para favorecer la solubilidad en alcohol, mientras se retiene la solubilidad en agua, por lo menos parte de los grupos funcionales del polipéptido pueden ser modificados, como por esterificación con un alcohol mono- o polivalente

25 apropiado (es decir, un alcanol bajo, tal como el etanol); tal esterificación ocurre ventajosamente en presencia de un exceso de etanol de manera que el polipeptido se disuelve en etanol a medida que transcurre la reacción. Un catalizador de esterificación apropiado está preferiblemente presente en la

30 mezcla de reacción, es decir, una pequeña cantidad de un ca-



talizador acídico, por ejemplo, un ácido mineral fuerte tal como el ácido sulfúrico.

5 La resina formadora de película es ventajosamente un polímero soluble en alcohol anhidro y que tiene grupos de sal de carboxilo, tal como el copolímero de acetato de vinilo y un ácido carboxílico copolimerizable con él (es decir, ácido crotónico, acrílico, maleico o metacrílico) cuyos grupos de ácido carboxílico han sido neutralizados total o parcialmente, preferiblemente con un amino-alcohol, hasta un extremo
10 suficiente para hacer al polímero soluble en alcohol anhidro y también soluble (o por lo menos fácilmente eliminable por un champú) en agua. Un copolímero de acetato de vinilo particularmente apropiado contiene 5-15% (es decir alrededor de 10%) de ácido crotónico. Entre los aminoalcoholes que pueden ser usados están los 1, 3-propanodiol, 2-amino-2-etil-1,3-propanodiol, 2-dimetilamino-2-metil-1-propanol, tris (hidroximetil) dimetilaminometano, 2-amino-2-metil-3-pentanol, o N¹-(2-hidroxi-etil)-2-metil-1,2-propanodiamina. Está también dentro del amplio alcance de esta invención el emplear otras
15 resinas que contienen carboxilo, tales como la goma laca o los copolímeros de éter vinilmetílico con un anhidrido maleico u otros tipos de resinas formadoras de película tales como los polímeros de vinilpirrolidona incluyendo copolímeros de los mismos con acetato de vinilo, etil celulosa, etc.

20 La silicona es ventajosamente una que sea soluble en alcohol anhidro. Los polisiloxanos de fenilmetilo (vendido como "Silicona 555" por la Dow) han sido encontrados particularmente apropiados. Otras siliconas, tal como el éster estearílico de dimetilsiloxano, son bien conocidas en la técnica.
25
30



El propulsor puede ser cualquiera de los materiales bien conocidos útiles para este propósito. Entre estos están los propulsores de hidrocarburos fluorados, tales como los "Freones" que incluyen, por ejemplo, el tricloromonofluorometano, el diclorodifluorometano, el diclorotetrafluorometano simétrico, y otros propulsores tales como el cloruro de metileno o hidrocarburos propulsores, tales como el propano, y mezclas de los mismos. Un propulsor particularmente apropiado, cuyo uso evita los problemas de una precipitación parcial del polipeptido debido a las altas concentraciones localizadas de propulsor, es una mezcla de alrededor de 60% de tricloromonofluorometano y 40% de diclorodifluorometano. Otro propulsor apropiado es una mezcla de alrededor de 80% de tricloromonofluorometano y 20% de monoclorodifluorometano.

Generalmente el principal ingrediente no volátil de la pulverización para el cabello será la resina formadora de película. La proporción entre la cantidad de polipeptido y la cantidad de resina está ventajosamente en el margen de 1:20 a 1:1. La proporción entre la cantidad de agente catiónico tensioactivo y la cantidad de resina está ventajosamente en el margen de 1:100 a 1:5; preferiblemente este agente, el cuál puede reaccionar (por ejemplo mediante la formación de sal) con el polipéptido y con los grupos carboxilo no neutralizados de la resina, está presente en una cantidad en el margen de 3 a 8 por ciento de la cantidad de resina. La proporción entre la cantidad de agente catiónico y la cantidad de polipeptido está ventajosamente en el margen de entre 10:1 a 1:10, preferiblemente entre 3:1 a 1:3. La proporción entre la cantidad de propulsor y la cantidad total de la solución en etanol.anhidro está ventajosamente en el margen de entre



3:1 y 1:2, preferiblemente por lo menos 1:1. Los componentes no volátiles en el envase de aerosol están presentes ventajosamente en una cantidad pequeña (es decir menor que el 10 por ciento del total) para así producir una solución fluida de
5 baja viscosidad, la cuál puede ser rápidamente expulsada del envase en forma de una llovizna. Es deseable, sin embargo, el tener más de alrededor de 1/2 por ciento de sólidos no volátiles, y su concentración en el contenido del envase está preferiblemente en el margen de 1-5%.

10 En una formulación típica que contiene 100 partes de un copolímero de acetato de vinilo y ácido crotonico (con una viscosidad intrínseca, medida en acetona a 30°C., de 0,3 y una acidez de 0,0012 equivalentes por gramo) hay presentes
15 alrededor de 9 partes de aminopropanodiol (suficiente para neutralizar el copolímero hasta una proporción de alrededor del 70%), 6 partes de fenilmetilpolisiloxano líquido, 4 partes de cloruro de estearil dimetil bencil amonio y 8 partes de un polipéptido anhidro soluble en alcohol producido por
20 hidrólisis de una proteína con hidróxido de sodio siendo glicina el principal amino ácido combinado del polipéptido, estando presentes por cada 100 partes de glicina 40 partes de ácido glutámico, 16 partes de lisina, 19 partes de leucina, 25 partes de ácido aspártico, 56 partes de prolina, 12 partes de serina, 10 partes de fenilalanina, 8 partes de treonina,
25 10 partes de valina y 38 partes de alantina), teniendo dicho polipeptido un promedio de 3-4 aminoácidos por molécula de polipeptido, habiendo sido tratado dicho polipéptido, para separar el sodio y esterificar el polipeptido, con exceso de etanol a la temperatura del punto de ebullición del etanol en
30 presencia de suficiente ácido sulfúrico para dar acidez a la



mezcla. Los componentes antes mencionados están presentes en una concentración total de 4 por ciento en etanol anhidro, y la solución de etanol es puesta a presión con una mezcla propulsora que contiene 60% de tricloromonofluorometano y 40% de diclorodifluorometano.

Al preparar las composiciones de esta invención usando un ácido carboxílico parcial o completamente neutralizado que contiene resina, es deseable formar una solución en alcohol anhidro de la resina carboxílica y el agente neutralizantes (por ejemplo, amino alcohol), y mezclar entonces esta solución (que también contiene preferiblemente el agente catiónico y la silicona) con una solución previamente formada del polipeptido en una porción del alcohol anhidro (por ejemplo, en alrededor de 1/4 de la cantidad total del alcohol). La adición del ácido no neutralizado o del aminoalcohol al polipéptido tiende a causar la precipitación.

Los siguientes Ejemplos ilustran aún más la invención.

Ejemplo I

Una solución de los componentes no volátiles en 96,18 partes de etanol anhidro fué producida de la siguiente manera: 0,22 partes de 2-amino-2 metil-1,3-propanodil fueron disueltas en alrededor de 1/4 del alcohol. 2,4 partes de un copolímero de acetato de vinilo con alrededor de 10% de ácido crotónico (National Starch "Resyn 28-1310") fueron entonces añadidas a la mezcla de etanol y aminoalcohol, después de lo cual se agregaron 0,15 partes de fenil-metil polisiloxano (Dow "Silicone 555"), 0,1 partes de cloruro de estearil dimetil bencil amonio, 0,15 partes de un perfume convencional, y otro 50% del total de etanol. Seguidamente, 0,8 partes de



una solución al 25% en etanol anhidro de un polipeptido anhidro soluble en alcohol y soluble en agua que tenía un índice de sponificación de 9,44% KOH y que daba etanol por saponificación ("Polypeptide AAS" de Stepan) fueron mezcladas con el
5 resto de etanol y añadidas a los ingredientes previamente mezclados para formar una solución transparente. La solución resultante fue cargada dentro de un envase pulverizador de aerosol y fue puesta bajo presión con 1,5 veces su peso de una mezcla de 60% de "Freon 11" (tricloromonofluoroetano) y 40%
10 de "Freon 12" (diclorodifluorometano).

Cuando la solución resultante fué pulverizada sobre el cabello se encontró que el material tenía buen poder de fijación del cabello y fue, al mismo tiempo, permitía el peinado, modelado y manejo del cabello para lograr un estilo casual
15 natural en el cuál el cabello no se encontraba completamente inmovilizado. El cabello podía ser peinado fácilmente sin destruir el poder de fijación de la pulverización y sin desordenar los cabellos (es decir, una diseminación indeseada). El material aplicado por pulverización fue eliminado rápidamente por medio de un lavado de cabeza ordinario con jabón.
20

La composición de este Ejemplo era compatible con la humedad existente en el cabello; por lo tanto ha sido usada como una pulverización fijadora en cabello húmedo o mojado. Proporciona una buena retención de las ondas en atmósferas húmedas.
25

Cuando la solución en etanol de los componentes no volátiles de este Ejemplo fue vertida como una película fina en una placa de cristal y fue secada después, la película resultante era clara y transparente y no mostraba señales de
30 incompatibilidad.



Ejemplo II

Una solución al 25% del polipéptido usado en el Ejemplo I fué mezclada con un volumen igual de una solución al 20% del agente tensioactivo catiónico del Ejemplo I; en ambas soluciones el disolvente era alcohol anhidro. La mezcla resultante era una solución transparente. Cuando se vertió sobre una placa de cristal para formar una película fina y después se secó, dió una película blanda la cuál era rápidamente eliminable con una solución de jabón, pero era menos soluble en agua corriente (y más resistente a ser eliminada con agua corriente) que una película, vertida similarmente, de la solución de polipéptido solamente.

Ejemplo III

Este Ejemplo ilustra un método para la preparación de un polipéptido soluble en alcohol anhidro. 200 gramos de una sal sódica de un polipéptido insoluble en etanol anhidro (Stepan, "Polypeptide 37") fueron mezclados con 200 ml. de etanol anhidro y 1 ml. de una mezcla de 1 volumen de ácido sulfúrico concentrado y 3 volúmenes de agua. La cantidad de H_2SO_4 agregada fué suficiente para hacer la mezcla resultante ligeramente ácida. La mezcla fué entonces calentada bajo reflujo a la presión atmosférica durante 2 horas. Una gran cantidad del polipéptido se disolvió durante este período. El material que no se disolvió fué filtrado después, dejando una solución en alcohol de color amarillo oscuro que era completamente transparente a la temperatura ambiente. Cuando se diluía con una cantidad excesiva de agua el material permanecía como una solución transparente.

A pesar de que la presente invención ha sido descrita refiriéndose a aspectos y ejemplos particulares, será evi-



dente para los expertos en la técnica que pueden ser substituídos por variaciones y modificaciones sin apartarse de los principios y verdadero espíritu de la invención.

5 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 1^o de Octubre de 1965, bajo el número 492.292, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

10 Los puntos de Invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España por Veinte años, son los siguientes:

15 1^o.- Un procedimiento para la preparación de una composición para pulverizar sobre el cabello, que comprende disolver una película formadora de película en etanol anhidro y mezclar la solución resultante con una solución en etanol anhidro de un polipéptido solubilizado y un agente tensioactivo catiónico.

20 2^o.- Un procedimiento como se expone en la reivindicación 1, en el que la proporción entre la cantidad de polipéptido solubilizado y la cantidad de resina está en el margen de alrededor de 1:20 a 1:1 y la proporción entre la cantidad de agente tensioactivo catiónico y la cantidad de resina está en el margen de alrededor de 1:100 a
25 1:5.



3º.- Un procedimiento como se expone en la reivindicación 1, en el que la resina es un polímero que contiene grupos de ácido carboxílico neutralizados con un amino alcohol, y el agente tensioactivo catiónico es un compuesto de amonio cuaternario que tiene una cadena de hidrocarburo alifático larga.

4º.- Un procedimiento como se expone en la reivindicación 3, en el que la resina es un copolímero de acetato de vinilo y alrededor de 5 a 15% de ácido crotonico, el agente catiónico es una sal de alquilo de cadena larga dimetil bencil amonio, y el peso molecular del polipéptido está por debajo de alrededor de 2000.

5º.- Un procedimiento como se expone en la reivindicación 4, en el que la proporción entre la cantidad de polipéptido solubilizado y la cantidad de resina está en el margen de alrededor de 1:20 a 1:1 y la proporción entre la cantidad de agente tensioactivo catiónico y la cantidad de resina está en el margen de alrededor de 1:100 a 1:5.

6º.- Un procedimiento como se expone en la reivindicación 1, en el que la proporción entre la cantidad de dicho agente tensioactivo catiónico y la cantidad de dicho polipéptido solubilizado está en el margen de alrededor de 3:1 a 1:3.

7º.- Un procedimiento como se expone en la reivindicación 3, en el que la resina no neutralizada y el amono alcohol son disueltos en el etanol anhidro antes de mezclar la solución de resina formadora de película con la solución del polipéptido solubilizado.

8º.- Un procedimiento como se expone en la reivindicación 1, en el que se mezcla bajo presión la compo-

30 MAY 1967



sición con un propulsor de clorofluorohidrocarburo volátil.

92.- Un procedimiento para la preparación de una composición para pulverizar sobre el cabello.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

30 MAY. 1967

Madrid,

P.A.

PSO/.

22-5-67

- 12 -