



PATENTE DE INVENCION

=====

Your Case 1024

344609

344609

Memoria Descriptiva

sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
COMPOSICIONES DETERGENTES".

Solicitante: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana, residente en: 301 East Sixt Street, CINCINNATI, OHIO, EE.UU. de A.

Esta invención se refiere a un procedimiento para la preparación de composiciones detergentes que tienen propiedades antimicrobianas, más particularmente de composiciones detergentes que contienen una sal de metal pesado de 1-óxido-2-piridinotiol como agente an-

5.

344609



timicrobiano, y que poseen una actividad mejorada debido a la presencia de ciertos polímeros de polietilenoimina o de polialcoxi-etilenoimina.

5. Se sabe que ciertas sales de 1-óxido-2-piridinotiol (denominadas en lo sucesivo "piridinotona") tienen propiedades antimicrobianas y contra la caspa, sobresalientes, cuando se incorporan en composiciones detergentes. Véase, por ejemplo, la patente Canadiense Nº 671,117 concedida el 9/24/63 a Karsten y otros.
10. La permanente actividad antimicrobiana de estos compuestos en las composiciones detergentes, parece que se debe en parte al hecho de que las partículas de estas sales de piridinotona se depositan sobre las superficies de los materiales lavados con dichas composiciones y son retenidas sobre ellas durante la etapa de enjuague. Se ha encontrado que solamente una pequeña proporción de la sal de piridinotona en una composición detergente, se deposita realmente sobre la superficie lavada y sobrevive a la operación de enjuague.
15. Puesto que la permanente actividad antimicrobiana de las sales de piridinotona es, en parte, una función de la cantidad de las partículas depositadas y retenidas sobre las superficies a las cuales se aplican, las medidas que mejoren la deposición o promuevan la retención, permitirán la reducción de la cantidad de sal de piridinotona necesaria para obtener un nivel dado de actividad antimicrobiana, o incrementarán la actividad alcanzable utilizando una concentración dada de dicha sal.
20. Se ha sugerido una variedad de polímeros
- 25.
- 30.

344609



5. catiónicos para usarse en composiciones de champú para mejorar la docilidad del cabello. Sin embargo, la inclusión de agentes contra la caspa en forma de partículas en dichos champús que contienen polímeros catiónicos no se han sugerido hasta ahora.
- Es un objeto de esta invención proporcionar composiciones detergentes capaces de impartir propiedades antimicrobianas duraderas a superficies que se lavan con aquellas.
10. Es un objeto adicional de esta invención proporcionar composiciones de champú que tengan niveles elevados de actividad contra la caspa que guarden relación con las concentraciones de agente antimicrobiano en forma de partículas contenidas en ellas.
15. Es un objeto adicional de esta invención proporcionar un método para mejorar la deposición de sustancias en forma de partículas procedentes de composiciones detergentes, y la retención de dichas sustancias sobre las superficies lavadas.
20. Estos y otros objetos se harán evidentes a partir de la siguiente descripción.
- Se ha descubierto ahora que la deposición y retención de materia particulada procedente de composiciones detergentes, se mejora marcadamente mediante ciertos polímeros catiónicos. Más particularmente, los polímeros solubles en agua de etilenimina o polialcoxi-etileniminas (es decir, polietilenimina que ha reaccionado con óxido de etileno o de propileno) cuando se combinan con sales de metales pesados en forma de partículas de 1-óxido-2-piridinotiol antes de in-
- 25.
- 30.



corporar estos materiales en las composiciones detergentes, tienen el efecto de mejorar la deposición y retención de dichas sales sobre las superficies que se lavan con ellas.

5. En términos generales, las composiciones de esta invención comprenden: (1) un agente tensioactivo orgánico (surfactante o de superficie activa; es decir, compuesto detergente), (2) de alrededor de 0,1% a alrededor de 4,0% en peso de un polímero de polietilenimina o polietilenimina alcoxilada soluble en
10. agua y (3) desde alrededor de 0,1% hasta alrededor de 10% en peso de una sal de metal pesado de 1-óxido-2-piridinotiol. En una modalidad preferida de esta invención el polímero de la polietilenimina o polialcoxi-tilenimina se mezcla perfectamente con una sal de
15. piridinotiana en forma de partículas, y la mezcla se incorpora entonces en una base detergente.

- Los agentes tensioactivos orgánicos que pueden usarse en las composiciones de esta invención son
20. aniónicos, anfotéricos, polares no iónicos, no iónicos, zwitteriónicos o catiónicos. Este componente puede comprender del 2% al 95% en peso, aproximadamente, de la composición total. Los agentes orgánicos tensioactivos
25. aniónicos que se pueden emplear son, por ejemplo, las sales solubles en agua de productos de reacción de sulfatos orgánicos que tienen en su estructura molecular un grupo alquilo que contiene de 8 a 20 átomos de carbono, aproximadamente, y un éster de ácido sulfúrico o un radical ácido sulfónico. Tales surfactantes o agentes
30. de superficie activa incluyen los alquilsulfatos

344609



- de sodio o de potasio, especialmente los derivados por sulfatación de alcoholes superiores producidos por reducción de gliceridos de sebo o de aceite de coco; los alquilbencenosulfonatos de sodio o de potasio, especialmente los de los tipos descritos por Gunther y otros en la patente de los Estados Unidos Nº 2.477.383, concedida el 26 de Julio de 1949, en donde el grupo alquilo contiene de 9 hasta 15 átomos de carbono; el alquilgliceriléter sulfonato de sodio
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- especialmente aquellos éteres de alcoholes superiores obtenidos de sebo y aceite de coco; los sulfatos y sulfonatos de monoglicérido de ácido graso de aceite de coco sódico; las sales de sodio de ésteres del ácido sulfúrico del producto de reacción de 1 mol de un alcohol superior (es decir, alcoholes de sebo o de aceite de coco) y alrededor de 3 moles de óxido de etileno; y sales de productos de condensación de ácidos grasos con sarcosina, por ejemplo, N-acilsarcosinato de trietanolamina, siendo los radicales acilos derivados de los ácidos grasos de aceite de coco.

Preferentemente, los agentes tensioactivos orgánicos aniónicos del tipo altamente espumoso son usados para las modalidades de champú de esta invención. De esta manera, se usan con especial ventaja

25.

los alquilgliceriléter sulfonatos, los n-acilsarcosinatos y los alquiléter sulfatos de óxido de etileno, como se describió anteriormente.

Estos y los agentes tensioactivos precedentes pueden usarse en la forma de sus sales de sodio,

30.

de potasio o de alcanolamina inferior (por ejemplo,

344609



trietanolamina).

- También se emplean los jabones convencionales como agentes tensioactivos aniónicos, para los fines de esta invención. Los jabones adecuados incluyen las sales de sodio, de potasio y de alcanolamina inferior de ácidos grasos presentes en el aceite de coco, aceite de soya, el aceite de ricino o el sebo, o los ácidos grasos producidos sintéticamente, que también pueden usarse.
- 5.
10. También pueden usarse agentes tensioactivos polares no iónicos, ya sean solos o en mezcla con agentes tensioactivos aniónicos y/o anfotéricos. Los agentes tensioactivos de esta clase pueden servir para mejorar las propiedades de formación de espuma y de limpieza de los detergentes aniónicos; por "agente tensioactivo polar no iónico" se quiere dar a entender al agente tensioactivo en el cual el grupo hidrófilo contiene un enlace semipolar entre dos átomos, por ejemplo, $N \longrightarrow O$, $P \longrightarrow O$, $As \longrightarrow O$, $S \longrightarrow O$, (la flecha es la representación convencional de un enlace semipolar). Hay una separación de carga entre los dos átomos unidos directamente, pero la molécula tensioactiva no lleva carga neta y no se disocia en iones.
- 15.
- 20.
25. Un agente tensioactivo polar no iónico preferido para usarse en la presente composición, es el óxido de amina de fórmula general $R_1R_2R_3N \longrightarrow O$, en donde R_1 es un radical alquilo, alquénilo o monohidroxialquilo que tiene de 10 a 16 átomos de carbono, y R_2 y R_3 son cada uno de los radicales metilo, etilo, propilo 2-hidroxietilo o 2-hidroxipropilo. Un óxido
- 30.

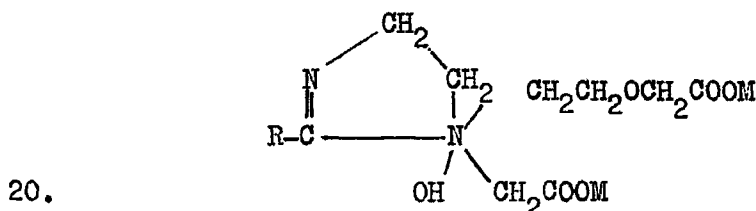
- 7 -
344609



de amina preferido especialmente, es el óxido de dodecildimetilamina.

5. Otros agentes tensioactivos polares no iónicos empleados son los óxidos de fosfina que tiene la fórmula general $R_1R_2R_3P \rightarrow O$, en donde R es un radical alquilo, alquénilo, o monohidroxiálquilo que tiene una longitud de cadena de 10 a 18 átomos de carbono, y R_2 y R_3 son cada uno radicales alquilo o monohidroxiálquilo que contienen de 1 a 3 átomos de carbono. Un
10. óxido de fosfina preferido es el óxido de dodecil-dimetilfosfina.

15. Los agentes tensioactivos anfóteros incluyen beta-iminodipropionato de alquilo, $RN(C_2H_4COOM)_2$; los beta-aminopropionatos de alquilo, $RN(H)C_2H_4COOM$; y los derivados de imidazol de cadena larga de fórmula general:



25. En cada una de las fórmulas anteriores R es un grupo hidrófobo acílico que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 18 átomos de carbono y M es un ca tión para neutralizar la carga del anión, por ejemplo, un metal alcalino, tal como sodio, potasio, amonio y cationes de amonio sustituido. Los agentes tensioactivos anfóteros específicos a emplear incluyen la sal disódica de ácido-lauroilcicloimidino-1-etoxietiónico-ácido-2-etiónico, dodecilbeta-alanina, y las sales in-

344609



5. ternas de ácido 2-trimetilaminoláurico. Como zwitteriónicos, las betainas sustituidas, tales como los alquilacetatos de dimetilamonio en donde el radical alquilo contiene de 12 a 18 átomos de carbono, también pueden usarse. Varios ejemplos de esta clase de agentes tensioactivos zwitteriónicos se dan en la Patente Canadiense N^o 696.335, concedida el 20 de Octubre de 1964.

10. Las composiciones de champú especialmente preferidas de conformidad con esta invención, contendrán mezclas de agentes tensioactivos aniónicos y anfóteros, zwitteriónicos o polares no iónicos. Por ejemplo, se obtienen resultados excelentes con composiciones de champú que contienen como componente detergente: (1) del 4% al 20% en peso aproximadamente, de la composición total, de un agente tensioactivo aniónico orgánico no jabonoso y (2) del 4% al 20% en peso, aproximadamente, de la composición total, de un agente tensioactivo polar no iónico, zwitteriónico o anfótero.

20. Aunque los agentes tensioactivos no iónicos y catiónicos no se prefieren para los fines de esta invención, sin embargo, pueden usarse sin pérdida sustancial de los efectos ventajosos de los polímeros catiónicos sobre la deposición y retención de partículas materiales sobre las superficies lavadas. Los agentes tensioactivos no iónicos pueden describirse como los compuestos producidos por la condensación de grupos óxido-de alquileo (hidrófilos) en su naturaleza) con un compuesto hidrófobo orgánico, que puede ser alifático o alquilaromático en su naturaleza. Como saben bien los
25. que son expertos en el arte, la longitud del radical
- 30.

- 9 -
344609



- hidrófilo o polioxialquilénico necesaria para la condensación con cualquier grupo hidrófobo particular, puede ajustarse inmediatamente para obtener compuestos solubles en agua que tengan el grado deseado de equilibrio entre estos elementos hidrófilos e hidrófobos.
- 5.
- Por ejemplo, una clase bien conocida de no iónicos está disponible en el mercado bajo la marca comercial "Plurónico". Estos compuestos se forman condensando óxido de etileno con una base hidrófoba formada mediante la condensación de óxido de propileno con propilenglicol. La porción hidrófoba de la molécula, por supuesto, exhibe insolubilidad en agua. Su peso molecular es del orden de 1500 a 1800. La adición
- 10.
- de radicales de polioxietileno a esta porción hidrófoba tiende a incrementar la solubilidad en agua de la molécula en conjunto. Se obtienen productos líquidos hasta el punto en que el contenido en polioxietileno es del 50% aproximadamente, del peso total del producto de condensación.
- 15.
- 20.
- Los no iónicos adecuados incluyen también los condensados de óxido de polietileno de alquilfenoles, por ejemplo, los productos de condensación de alquilfenoles que tienen un grupo alquilo de 6 a 12
- 25.
- átomos de carbono, ya sean de cadena recta o ramificada, con óxido de etileno en cantidades iguales a 10 hasta 25 moles de óxido de etileno por mol de alquilfenol. El sustituyente alquilo en tales compuestos puede derivarse, por ejemplo, de polipropileno,
- 30.
- diisobutileno, octano, o nonano.

344609



1037

- Otros no iónicos adecuados pueden derivarse por condensación de óxido de etileno con el producto que resulta de la reacción de óxido de propileno y etilendiamina. Nuevamente aquí pueden producirse una serie de compuestos, dependiendo del balance deseado entre los elementos hidrófobos e hidrófilos. Por ejemplo, son satisfactorios los compuestos (peso molecular de 5.000 a 11.000 aproximadamente), con un contenido en polioxietileno del 40 al 80 %, aproximadamente y que resultan de la reacción de grupos óxido de etileno con una base hidrófoba constituida del producto de reacción de etilendiamina y óxido de propileno en exceso, teniendo dicha base un peso molecular del orden de 2,500 a 3.000.
- 5.
- 10.
15. Los no iónicos satisfactorios, adicionales, incluyen productos de condensación de alcoholes alifáticos que tienen de 8 a 18 átomos de carbono, ya sea de cadena recta o de cadena ramificada, con óxido de etileno, por ejemplo, un condensado de alcohol de coco/óxido de etileno que tiene de 10 a 30 moles de óxido de etileno por mol de alcohol de coco; teniendo la fracción de alcohol de coco de 10 a 14 átomos de carbono.
- 20.
25. Los agentes tensioactivos catiónicos que pueden usarse en las composiciones de esta invención incluyen cloruro de diestearildimetilamonio, cloruro de estearil dimetilbencilamonio, cloruro de alquildimetilbencilamonio de coco, cloruro de alquildimetilamonio de coco, cloruro de dialquildimetilamonio de coco, el cloruro de cetilpiridina y el bromuro de
- 30.

344609



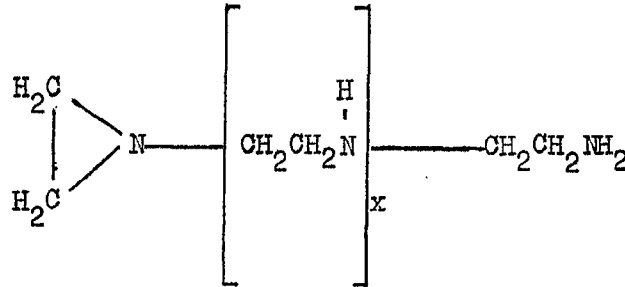
cetiltrimetilamonio.

Como se indicó anteriormente, las composiciones de esta invención deben contener del 0,1% al 4% en peso, aproximadamente de polímeros catiónicos de polietilenimina o polialcoxi-etilenimina. Se cree que la fórmula estructural fundamental de polietilenimina es:

5.

que la fórmula estructural fundamental de polietilenimina es:

10.



en la que x representa un número entero de magnitud

15.

suficiente para producir un polímero de peso molecular superior a 100, aproximadamente. Las cadenas ramificadas tienen lugar a lo largo de la estructura polímera y las propiedades relativas de los grupos amino primario, secundario y terciario, presentes en

20.

el polímero variarán dependiendo de la forma de preparación. La distribución de grupos amino en una polietilenimina típica es aproximadamente, como sigue:

25.

-CH ₂ -CH ₂ -NH ₂	30%
-CH ₂ -CH ₂ -NH-	40%
-CH ₂ -CH ₂ -N-	30%

La polietilenimina está caracterizada aquí en términos de peso molecular. Tales polímeros pueden ser preparados, por ejemplo, polimerizando etilenimina en presencia de un catalizador, tal como dióxido de

344¹²609



- carbono, bisulfito de sodio, ácido sulfú., peróxido de hidrógeno, ácido clorhídrico, ácido acético, etc. Se describen métodos específicos en las Patentes de los Estados Unidos Nº 2.182.306 de Ulrich y otros, concedida el 5 de Diciembre de 1939, Nº 3.033.746, a Mayle y otros, concedida el 8 de Mayo de 1962, Nº 2.208.095 a Esselmann y otros, concedida el 16 de Julio de 1940, Nº 2.806.839, a Crowter, concedida el 17 de Septiembre de 1957, y Nº 2.553.696, a Wilson concedida el 21 de Mayo de 1951.

5. Similarmente, puede prepararse, por ejemplo, polialcoxi-etilenimina, haciendo reaccionar una parte en peso de óxido de etileno u óxido de propileno con una parte en peso de polietilenimina preparada como se describió antes y que tiene un peso molecular superior a 100, aproximadamente. Preferentemente, la relación en peso de polietilenimina a óxido de alquileno es, por lo menos, de 1:1, aproximadamente.

10. Los polímeros adecuados para usarse en esta invención deben tener un peso molecular medio superior a 100 aproximadamente, pero inferior a 500.000 aproximadamente. Si el peso molecular del polímero es inferior a 100, no se produce ninguna mejora sustancial en la deposición. Los mejores resultados se obtienen con polímeros que tienen un peso molecular de 3.000 a 100.000, aproximadamente, estando dichos polímeros presentes en la composición detergente a una concentración del 0,25 al 1,0% en peso, aproximadamente.

15. Los agentes antibacterianos empleados aquí son sales de 1-óxido-2-piridinotiol que tienen la

20.

25.

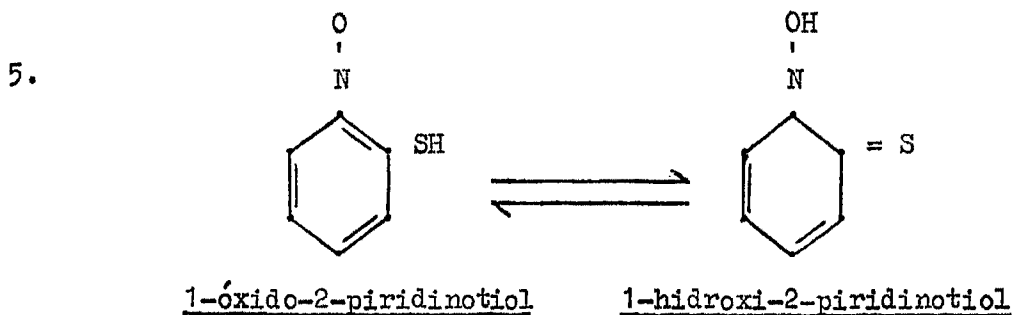
30.

- 13 -
344609



30 AGO. 1951

siguiente fórmula estructural, en forma tautómera, estando unido el azufre a la posición 2 del anillo piridínico:



10. Las sales de metal pesado de los compuestos anteriores, son escasamente solubles y tienen un elevado grado de actividad antibacteriana. Las sales preferidas incluyen el 1-óxido-2-piridinotiol de cinc, cadmio, estaño y zirconio.

15. Estas sales se usan en forma de partículas, con un tamaño medio de partícula que varía de 0,5 a 30 micras aproximadamente. La cantidad de sal piridinotona empleada puede variar del 0,1% al 10% y de preferencia del 0,5% al 2,0% en peso, aproximadamente.

20. Una modalidad de esta invención es una composición antimicrobiana adecuada para usarse en una composición detergente y que consiste en una sal de metal pesado de 1-óxido-2-piridinotiol activada mediante un polímero catiónico, como se define aquí.

25. La relación en peso de piridinotona a polímero en dichas composiciones es de 1:40 a 100:1, preferentemente de 8:1 a 1:4, aproximadamente.

Las composiciones antimicrobianas preferidas consisten en: (1) una sal de piridinotona en forma de partículas seleccionadas del grupo consis-

30.



- tente en 1-óxido-2-piridinotiol de cinc, cadmio, zirconio y estaño, y (2) un polímero catiónico seleccionado del grupo consistente en polietilenimina y un producto de reacción de una polietilenimina que tiene un
5. peso molecular superior a 100 y óxido de etileno o de propileno, siendo la relación en peso de polietilenimina a óxido de etileno o propileno en dicho producto de reacción, por lo menos, de 1:1, aproximadamente, siendo el peso molecular medio de dicho polímero catiónico de 3.000 a 10.000, aproximadamente, y
10. estando la relación en peso de sal de piridinotiana a polímero comprendida entre 8:1 a 1:4.

- Las composiciones detergentes preferidas de conformidad con esta invención, están especialmente adaptadas para lavar el cabello y el cuero cabelludo y comprenden del 10% al 35% en peso, aproximadamente, de por lo menos, un agente tensioactivo aniónico no jabonoso, polar no iónico, anfótero o switeriónico; del 0,25% al 2,0% en peso, aproximadamente de un polímero de polietilenimina o polialcoxietilenimina que tiene un peso molecular medio comprendido entre 3.000 y 100.000 aproximadamente; del 0,5% al 2,0% en peso, aproximadamente, de 1-óxido-2-piridinotiol de cinc, cadmio, estaño o zirconio, siendo el
- 15.
- 20.
25. resto sustancialmente agua.

- Las composiciones detergentes de conformidad con esta invención pueden prepararse mediante métodos bien conocidos en el arte; sin embargo, como se indicó con anterioridad, se ha descubierto que se obtienen resultados especialmente buenos cuando el polí-
- 30.

- 15 -
344609



- mero de polietilenimina o polialcoxietilenimina y las sales de piridinotona se mezclan uniformemente en una etapa inicial, añadiéndose entonces la mezcla a una solución acuosa o suspensión del agente tensio
5. activo. Si el componente polímero y la sal de piridinotona se añaden al agente tensioactivo en forma separada, el grado de deposición y el mejoramiento de retención efectuado por el polímero serán sustancialmente menores.
10. Cada uno de los componentes mencionados puede incorporarse en un vehículo acuoso que, además, puede incluir materiales tales como disolventes orgánicos, tales como etanol; espesantes, tales como carboximetilcelulosa, silicato de magnesio-aluminio; hidroxietilcelulosa o metilcelulosa; perfumes, agentes secuestradores como etilendiamina-tetracetato sódico; y opacadores, tales como estearato de cinc o estearato de magnesio, que son útiles para mejorar la apariencia o propiedades cosméticas del producto.
15. Como mejoradores de espuma se emplean las mono- o dietanolamidas de coco y las sales fuertemente ionizables, tales como cloruro de sodio y sulfato de sodio.
20. El término "alquilo de coco" como se usa aquí y en los siguientes ejemplos, se refiere a grupos alquilo que se derivan del corte medio de alcohol de coco que tiene la siguiente distribución aproximada de longitudes de cadenas: 2%-C₁₀, 66%-C₁₂, 23%-C₁₄ y 9%-C₁₆. Otros compuestos designados como derivados de aceite de coco, se basan en el aceite de coco no
25. fraco
- 30.

344609¹⁶



cionado o en sus ácidos grasos.

EJEMPLO I -

Se preparó una composición de champú de la siguiente formulación:

	<u>% en peso</u>
5.	
	Alquiligliceriléter sulfonato de coco (alrededor del 23% de diglicerilo y el resto sustancialmente monoglicerilo) 25,0
10.	
	Alquiligliceriléter sulfonato de sebo, só-dico (alrededor de 23% de diglicerilo y el resto sustancialmente monoglicerilo, los alquilos de sebo corresponden a los de alcoholes de sebo sustancialmente saturados y contienen aproximadamente 2% C-14 32% C-16 y 66% C-18) 3,0
15.	
	Cloruro de sodio 6,7
	Sulfato de sodio 3,3
	N-lauroilsarcosinato de sodio 3,8
	N-acilsarcosina de coco 1,2
20.	
	Dietanolamina de ácidos grasos de coco 2,0
	Acetillanolina 1,0
	Perfume 0,4
	Color 0,04
	1-óxido-2-piridinotiol de cinc * 2,0
25.	
	Producto de reacción de polietilenimina **/ óxido de etileno (relación ponderal 1:1 peso molecular 80.000 a 120.000) 0,5
	Agua resto

* Tamaño medio de partícula 2 micras

30. ** (peso molecular 40.000 - 60.000)

344609⁻¹⁷⁻



30

- La piridinotona de cinc y la polietoxietilenimina fueron mezcladas uniformemente, añadidas y uniformemente mezcladas con el resto de los componentes. El producto resultante fue una crema estable teniendo excelentes propiedades cosméticas y contra la caspa. El grado de deposición de piridinotona de cinc a partir de esta composición, fue mucho mayor que el grado de deposición obtenido con un producto de fórmula similar, que no contiene el polímero catiónico.
5. La actividad antimicrobiana residual de las superficies lavadas con esta composición es marcadamente superior en comparación con superficies lavadas con un producto testigo sin polímero.
- 10.

EJEMPLO II -

15. Se formula otra composición de champú de conformidad con esta invención, como sigue:

	<u>% en peso</u>
Alquilsulfato de trietanolamina de coco...	10,0
Oxido de alquildimetilamina de coco	10,0
20. Monoetanolamida de ácidos grasos de coco..	5,0
Etanol	10,0
Polietilenimina *	0,75
1-óxido-2-piridinotiol de cadmio (tamaño medio de partícula 3,0 micras)	0,25
25. Agua, NaOH para ajustar pH a 8,5	Resto

- * Un polímero soluble en agua que tiene un peso molecular de 50.000 a 100.000 y viscosidad de 2,5 centipoises (viscosidad absoluta) en solución acuosa al 1% en peso medida con viscosímetro Ostwald a 37,8°C.
- 30.

344609



Esta composición tiene excelentes propiedades antimicrobianas y en el empleo imparte actividad antimicrobiana duradera a las superficies lavadas con ella. El óxido de amina puede reemplazarse, totalmente o en parte, con beta-iminodipropionato de coco, disódico; ácido lauroilcicloimidinio-acidol-etoxi-2-etiónico, disódico; o dodecilacetato de amonio, con resultados sustancialmente equivalentes.

5.

Otras composiciones de conformidad con esta invención, son como sigue:

10.

ta invención, son como sigue:

EJEMPLO III -

Se formula una composición detergente líquida adecuada para usarse como champú contra la caspa, como sigue:

15.

% en peso

Alquilsulfato de trietanolamina de coco... 20,0

Monoetanolamida de ácido graso de coco... 4,5

Silicato de magnesio-aluminio 0,9

Metilcelulosa 0,23

20.

Colorante 0,008

Perfume 0,8

1-óxido-2-piridinotiol de cinc * 1,0

Producto de reacción de polietilenimina **/ 0,5

óxido de etileno (relación ponderal 4:1,

25.

peso molecular 50.000)

* Tamaño medio de partícula 1,5 micras.

** Peso molecular, 10.000.

- 19 -
344609



Esta composición proporciona un efecto sustancial contra la caspa cuando se usa en la forma acostumbrada. El grado de deposición y de retención de la piridinotona de cinc en partículas sobre el cabello y el cuero cabelludo después de emplear el champú con este producto, es sustancialmente superior que el obtenido con una composición similar sin el producto de reacción de polietilenimina/óxido de etileno.



E J E M P L O S .

	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI
Alquil-(etoxi) ₃ -Sulfato de coco sódico	20				7,5			
Lauroilsarcosinato de sodio		25	5	10				
Dodecilbenceno sulfonato sódico			10					25
2-trimetilamina de ácido láurico			5	5		25		
Alquilmonogliceril sulfonato de coco, de trietanolamina					7,5			
Jabón de coco potásico . Etanol				5			20	
Poli(etil)enimina *	2,0		2,5			0,5		1,0
Producto de reacción poli(etil)enimina * / óxido de propileno (**)		1,5		2,5	0,5		2,0	
1-óxido-2-piridinotiol de estaño (tamaño medio de partícula: 7 micras).	1,0		0,5		2,0		0,1	
1-óxido-2-piridinotiol óxido de zirconio (tamaño medio de partícula 4 micras)		1,0		0,5		2,5		1,5
Agua				r e s t o				

* (peso molecular 10.000)

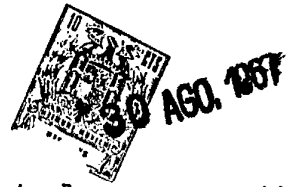
** (relación ponderal: 2:1, peso molecular 30.000).

344609²¹



- Cada una de las composiciones anteriores imparte una actividad antimicrobiana residual a superficies lavadas con ellas, que es sustancialmente mayor que la obtenible con composiciones similares, sin el componente polímero.
5. En el ejemplo XI, puede usarse cloruro de diestearildimetilamonio, cloruro de estearildimetilbencilamonio o cloruro de alquildimetilamonio de coco, en lugar de dodecilbenceno sulfonato sódico, sin pérdida de la deposición mejorada y retención del
10. 1-óxido-2-piridinotiol de zirconio, efectuado por la polietilenimina.
- En el Ejemplo IV, el alquil(etoxi)₃-sulfato de coco, sódico puede reemplazarse con el producto de condensación de óxido de etileno con una base hidrófoba formada mediante la condensación de óxido de propileno con propilenglicol y teniendo un peso molecular de 1600 o el producto de condensación de octilfenol y óxido de etileno utilizando una relación
15. molar de 1:15 con resultados sustancialmente equivalentes.
20. La deposición y retención mejoradas de las sales de piridinotona fue demostrada como sigue: se formuló una composición de control, como en el ejemplo I, pero omitiendo el producto de reacción de polietilenimina/óxido de etileno. Una composición similar en formulación, pero que contiene 0,5% de polietilenimina que tiene un peso molecular de 50.000, fue preparada y designada como composición de ensayo "A". Se
25. preparó también una composición de ensayo "B" que
- 30.

- 22 -
344609



difiere de la composición de control en que contiene 0,5% de la polietilenimina de la composición A y 1,0% de 1-óxido-2-piridinotiol de cinc que tiene un tamaño medio de partícula de 2 micras, en lugar del 2,0% de este último componente en la composición de control.

5. El cabello de 16 sujetos femeninos fue lavado con champú por empleados de salones de belleza con experiencia, quienes lavaron la mitad del cabello y el cuero cabelludo de cada sujeto con la composición de control. La otra mitad del cabello y cuero cabelludo del sujeto fue lavada con la composición de prueba asignada. La composición de prueba y de control fueron usadas ad libitum, en cantidades suficientes para proporcionar buena espuma. Después de frotar formando espuma durante 45 segundos, el
10. cabello fue enjuagado y las composiciones fueron aplicadas de nuevo; frotadas formando espuma durante 45 segundos y enjuagadas nuevamente. El cabello fue entonces secado. Se obtuvo una muestra de epitelio
15. cornificado de las mitades de control y de prueba del cuero cabelludo de cada sujeto, aplicando una cinta adhesiva de celulosa contra el cuero cabelludo. La cinta fue entonces colocada sobre una placa de vidrio con el adhesivo en contacto con el vidrio. La
20. placa fue examinada con un microscopio polarizador de 400 diámetros aproximadamente, con polaroides cruzados. Aunque el epitelio cornificado presentó cierto grado de birrefringencia, las propiedades altamente
25. anisotrópicas del 1-óxido-2-piridinotiol de cinc en partículas, lo hizo fácilmente visible bajo tales
- 30.

344609



condiciones de observación. La cantidad relativa de 1-óxido-2-piridinotiol de cinc en partículas, fue entonces evaluada conforme una escala de 0 a 4, con un grado de "4" indicando deposición abundante, y "0" indicando sustancialmente ninguna deposición.

5.

Se obtuvieron los siguientes resultados:

CUADRO 1.

	<u>Composición</u>	<u>Grado medio de deposición.</u>
10.	Control	2,3
	A	3,4
	B	2,6

Pueden verse de los resultados anteriores que la deposición y retención del 1-óxido-2-piridinotiol de cinc es sustancialmente mayor a partir de una composición detergente que contenía 0,5% de polietilenimina en comparación con la composición de control que contenía la misma cantidad de 1-óxido-2-piridinotiol de cinc, sin polímero. Similarmente, la composición B que contenía solo 1,0% de 1-óxido-2-piridinotiol de cinc, produjo un grado algo mayor de deposición y retención que la composición de control que contenía dos veces más de esta sal, pero sin polímero.

15.

20. De manera similar, la deposición relativa de 1-óxido-2-piridinotiol de cinc a partir de una composición detergente que contiene diversas concentraciones de polietoxietilenimina, se demuestra como sigue.

25.

Se prepararon las siguientes composiciones.

30.

344609²⁴

CUADRO 2.



	<u>% en peso</u>				
	<u>Composición.</u>				
	Control	C	D	E	F
Alquilglicerileter sulfonato de coco, sódico	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0
Alquilglicerileter sulfonato de sebo sódico	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Cloruro de sodio	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5
Sulfato de sodio	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1
N-lauroilsarcosinato sódico	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8
N-acil sarcosina de coco	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Acildietanolamida de coco	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Acetil lanolina	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Perfume	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Color	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
1-óxido-2-piridinotiol de cinc (tamaño de partícula medio 2 micras)	2,0	1,0	0,5	1,0	0,5
Producto * de reacción de polietilenimina/óxido de etileno	0	1,0	1,0	2,0	2,0
Agua		r e s t o			

* Igual que el ejemplo 1.

Cada una de las composiciones fue probada en la misma forma descrita arriba, utilizando una composición de prueba y composición de control en cada uno de los sujetos de prueba. Los resultados obtenidos son los siguientes.

344609

Grado medio
de deposición.
30 ABO 1981

	Composición C (8 sujetos)	3,3
	Control (mismos 8 sujetos)	3,0
5.	Composición D (8 sujetos)	1,9
	Control (mismos 8 sujetos)	2,4
	Composición E (4 sujetos)	4,0
	Control (mismos 4 sujetos)	3,3
	Composición F (8 sujetos)	3,4
10.	Control (mismos 8 sujetos)	3,3

- Puede verse que el grado de deposición obtenido con la composición C conteniendo solamente la mitad del 1-óxido-2-piridinotiol de cinc contenida en el control, es todavía mayor que el control. La composición D, que contiene 1,0% de polímero y solamente 1/4 del 1-óxido-2-piridinotiol de cinc contenido en el control, presentó solo moderadamente menos deposición que el control. La composición E, que contiene 2% de polímero y solamente la mitad del 1-óxido-2-piridinotiol de cinc contenida en el control, proporciona deposición un tanto mayor que el control. La composición F, conteniendo 2,0% de polímero y solamente 1/4 del 1-óxido-2-piridinotiol de cinc contenido en el control, proporciona un grado de deposición aproximadamente igual al control.

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modifica-



ciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES DETERGENTES"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento para la preparación de composiciones detergentes, caracterizado porque se mezcla del 2 al 95%, preferentemente del 10 al 35% en peso, aproximadamente, de un agente tensioactivo orgánico, del 0,1 al 4%, preferentemente del 0,25 al 2% en peso, aproximadamente, de un polímero catiónico soluble en agua, de peso molecular medio del orden de 3.000 a 100.000, elegido del grupo consistente en polietilenimina, polialcoxi etilenimina y un producto de reacción de una polietilenimina, de peso molecular medio superior a 100, y óxido de etileno u óxido de propileno, en cantidad tal que la relación en peso de polietilenimina a óxido de etileno o propileno, en dicho producto de reacción, sea, por lo menos, de 1 : 1 aproximadamente, y del 0,1 al 10%, preferentemente del 0,5 al 2,0% en peso, aproximadamente, de, por lo menos, un compuesto finamente dividido, elegido del grupo consistente en sales de cinc, cadmio, estaño y zirconio de 1-óxido-2-piridinotiol, con un tamaño medio de partícula de 0,5 a 30 micras, aproximadamente.

10. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como agente tensioactivo orgánico se añade un compuesto que contenga del 4 al 20%, aproximadamente, de un agente tensioactivo aniónico
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

344609

- 27 -

30



orgánico, no jabonoso, y del 4 al 20%, aproximadamente de un agente tensioactivo anfótero o polar no iónico.

5. 3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque como agente tensioactivo orgánico se emplea un alquilgliceriletersulfonato sódico, en el cual el grupo alquilo se deriva del sebo y del aceite de coco.

10. 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como sal de 1-óxido-2-piridinotiol se emplea, preferentemente, 1-óxido-2-piridinotiol de cinc.

15. 5ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación en peso de dicha sal a dicho polímero está comprendida entre 1 : 40 y 100 : 1, preferentemente entre 8 : 1 y 1 : 4.

6ª.- Procedimiento para la preparación de composiciones detergentes; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20. Esta Memoria consta de veintisiete hojas, escritas a máquina, por una sola cara.

Madrid,

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY,

J. GOMEZ / C. BOY / M. BOY
Firmado: GARCIA BRAVO