

364662

Memoria descriptiva



2 ABR.

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de FISONS PHARMACEUTICALS LIMITED

entidad / ~~de nacionalidad~~ británica

SECCION TECNICA

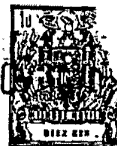
CLASIFICACION: 5

CLASE A-45

SUBCLASE D

con domicilio en 12 Derby Road, Loughborough, Leicestershire,  
Inglaterra

por: "UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION QUE COMPRENDE  
UNA DISOLUCION ACUOSA DE UN AGENTE TENSIOACTIVO  
CARGADO POSITIVAMENTE"  
(Clase Internacional A61k)



La presenté invención se refiere a un método para preparar composiciones perfeccionadas de cremas para aclarar o enjuagar, especialmente para el tratamiento del cabello una vez que ha sido lavado.

5 En el tratamiento de lavado del cabello con las formulaciones de champús convencionales, los aceites naturales son eliminados de las fibras del cabello, y el cabello lavado queda en un estado inmanejable, a causa de la susceptibilidad a la inducción de cargas electrostáticas sobre el mismo, y puede tener también una textura áspera desagradable. Con el fin de evitar estos inconvenientes, el cabello, una vez lavado, puede ser sometido a un tratamiento posterior con un agente tensioactivo - cargado positivamente, que puede ser un agente tensioactivo catiónico o un agente tensioactivo anfóptico que se encuentra en la forma catiónica al pH al que es utilizado. Estos materiales, contrariamente a los agentes - tensioactivos presentes usualmente en las formulaciones de champús, son afines al cabello humano y son adsorbidos sobre el mismo, dándole un revestimiento que hace al ca-  
10 bello más manejable. El revestimiento tiende también a favorecer el restablecimiento de la capa de aceite natural sobre el cabello. Aunque el agente tensioactivo puede ser utilizado en una formulación de gel o de pasta,  
15 es corriente emplearlo en una composición de consistencia cremosa.

Además de los agentes tensioactivos cargados positivamente, los productos convencionales de cremas para enjuagar o aclarar contienen un agente espesante (ta-  
20 les como metil celulosa, carboximetil celulosa, bentonita, un carboxipolimetileno o un glicol de polietileno) para  
30



darles la consistencia deseada, y un agente opacificante, que es un material sólido dispersado en él, para hacer estéticamente atractiva la composición. No obstante, si en la composición hay presente más de aproximadamente 0'5% en peso del agente tensioactivo cargado positivamente, tiene lugar fácilmente la floculación de los componentes. Además, muchos de los opacificantes usados comúnmente son materiales parafínicos con puntos de fusión comparativamente bajos. Por ello, si una composición de crema para enjuagar o aclarar es sometida a variaciones de temperatura, el sistema se destruye, la fase dispersada flocula, y se pierde el valor estético de la composición. Por tanto, es difícil formular cremas enjuagadoras o aclaradoras que contengan suficiente agente tensioactivo para que la composición sea efectiva y al mismo tiempo esté constituida por dispersiones estables que conservan su valor estético en un amplio intervalo de temperaturas durante cualquier período de tiempo.

Se ha comprobado ahora, según la invención, que, si como estabilizante de la dispersión se utiliza una resina de poli(óxido de alcoholeno) en lugar de los agentes espesantes comúnmente empleados en una dispersión de un material sólido en una disolución acuosa de un agente tensioactivo cargado positivamente, y la dispersión es sometida a un esfuerzo cortante o de cizallamiento, se obtienen composiciones con mayor estabilidad. Las composiciones tienen la propiedad adicional sorprendente de que se evita que los componentes parafínicos o céreos, tales como el monoestearato de etilenoglicol, se licúen dentro de la fase dispersada a temperaturas supe-

25 M



5

riores a sus puntos de fusión normales, permitiendo así que las composiciones sean sometidas a altas temperaturas ambientales, tales como los existentes en climas tropicales, sin que tenga lugar la licuación en la fase dispersada.

10

Aunque es conocida la capacidad de las resinas de poli(óxido de alcoholeno) para sufrir una rotura molecular irreversible por cizallamiento al ser sometidas a un esfuerzo de cizalla, hasta ahora se ha considerado que sus propiedades óptimas espesantes residen únicamente en su forma no escindida. Por ello, se han tomado siempre precauciones para asegurarse de que las resinas de poli(óxido de alcoholeno) no han sido sometidas, en ningún momento, a un trabajo o esfuerzo de cizallamiento de

15

importancia. Según esto, la presente invención proporciona un método para preparar una composición que comprende una disolución acuosa de un agente tensioactivo cargado positivamente con afinidad para el cabello humano, que tiene dispersada en la misma una resina de poli(óxido de alcoholeno) dispersable en agua y uno o más materiales distintas dispersables en agua, composición que ha sido sometida a un trabajo de cizallamiento suficiente para causar una escisión o disociación irreversible apreciable por cizallamiento de la resina de poli(óxido de alcoholeno).

20

25

30

El agente tensioactivo cargado positivamente puede ser seleccionado entre los agentes tensioactivos - catiónicos utilizados convencionalmente y los agentes - tensioactivos anfólicos que se encuentran en la forma catiónica al pH de la composición, que usualmente está



en el intervalo de 3,5 a 6,5. Pueden seleccionarse agentes tensioactivos cargados positivamente y adecuados, por ejemplo, entre los derivados de imidazolina, betaínas de cadena larga, amino-ácidos N-sustituídos de cadena larga, compuestos de nitrógeno cuaternario, y similares. Son ejemplos específicos de agentes tensioactivos adecuados los cloruros de ácido graso de C<sub>12</sub> a C<sub>18</sub>-dialcohol-bencilamonio, tales como los cloruros de cetil o estearil dimetil bencil amonio; los ácidos beta-alcohol-aminopropiónicos en los que los grupos de alcohol contienen de 12 a 18 átomos de carbono, por ej. el ácido beta-N-dodecilaminopropiónico; y los materiales que se venden con la marca de fábrica de Miranol, a los que se ha asignado la estructura de imidazolina. Si se desea, pueden emplearse mezclas de agentes tensioactivos.

La resina de poli(óxido de alcoholeno) para ser empleada en la presente invención puede ser seleccionada entre cualquiera de las que son dispersables en agua. Se prefiere utilizar resinas derivadas de óxidos de alcoholeno inferior, tales como el poli(óxido de etileno). El peso molecular de la resina empleada ha de ser suficientemente alto para que la resina sea susceptible de escisión por cizallamiento. En la invención se prefiere utilizar resinas con pesos moleculares de desde 100.000 a 600.000. Aunque la resina empleada puede ser sometida a operaciones de purificación antes de su empleo, se ha comprobado que dan resultados satisfactorios las resinas de pureza comercial disponibles en el mercado, cuyos fabricantes indican que contienen de 0,3 a 0,8% en peso de ceniza, usualmente calculada en forma de CaO. Sin embargo, los



5 contenidos de ceniza muy superiores a estos valores pueden dar formulaciones que son de alta viscosidad, denominadas más acertadamente geles o pastas, y no cremas. Estos productos de alta viscosidad pueden ser adecuados para su empleo como cremas enjuagadoras o aclaradbras, por dilución con agua y tratamiento posterior, pero como se ha indicado anteriormente esta dilución puede perjudicar a la eficacia de la composición. Son resinas especialmente preferidas las resinas de poli(óxido de etileno) disponibles en el comercio con la marca de fábrica de "Polyox".

10 El otro material sólido que ha de ser dispersado en la composición tiene usualmente la forma de un material cristalino empleado como opacificante, para dar a la composición un atractivo estético.

15 Como se ha dicho antes, cuando hay presente en la composición un opacificante derivado de un ácido graso, tal como el monoestearato de etilenglicol o monoestearato de propilenglicol, se impide que el opacificante licúe en la fase dispersada a temperaturas superiores a su punto de fusión normal. Por tanto, la invención es de utilidad especial en composiciones que van a ser opacificadas con opacificantes tales como los mono- o diésteres de alcohilenglicoles o polialcoholenéter glicoles con ácidos grasos polibásicos de  $C_{12}$  a  $C_{18}$ , y preferiblemente ácidos dibásicos, tales como los ácidos cetílico, esteárico o palmítico, o sus mezclas. Los glicoles de alcoholeno pueden contener de 2 a 6 átomos de carbono, tales como los etilenglicoles propilenglicoles o butilenglicoles. Los polialcoholenéter glicoles pueden derivarse de estos glicoles o de los óxidos de alcoholeno análogos. Sin embargo,

20  
25  
30



5 el material sólido puede comprender también una mezcla de materiales, por ejemplo una mezcla de un opacificante parafínico y otro sólido, tal como un pigmento. Se considera deseable que al menos uno de los componentes del material sólido que ha de ser dispersado sea ligeramente soluble en el medio acuoso que contiene la resina de poli(óxido de alcoholeno) y el agente tensioactivo en el que ha de ser incorporado.

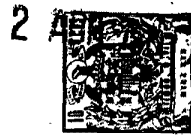
10 Además de la resina de poli(óxido de alcoholeno), el agente tensioactivo cargado positivamente y el otro material sólido dispersado, la composición puede contener también otros ingredientes convencionales, tales como pigmentos, colorantes, perfumes y bactericidas, por ej. sales de amonio cuaternario del tipo de bromuro de  
15 cetil trimetil amonio. Se observará que la composición ha de ser formulada de tal modo que su pH, en las condiciones de uso a que se destina, sea tal que el agente tensioactivo esté presente en la forma catiónica. Para conseguir  
20 ésto, lo usual es formular la composición de modo que tenga un valor de pH de entre 3,5 y 6,5, y preferiblemente entre 4 y 6. Este valor de pH puede requerir la adición de un material ácido, y pueden emplearse ácidos tales como el cítrico, tartárico o clorhídrico.

25 La resina de poli(óxido de alcoholeno), el agente tensioactivo y el otro sólido dispersado pueden estar presentes en un intervalo de proporciones que dependen de la concentración óptima del agente tensioactivo para asegurar su deposición sobre el cabello, de la opacidad requerida, y de la viscosidad de la composición  
30 que se desea alcanzar, que usualmente está en el intervalo



de 70-250 cps. a 25°C para una formulación cremosa de enjuague o aclarado. Es deseable emplear de 0,04 a 5,0 partes en peso de la resina de poli(óxido de alcoholeno) por parte en peso del agente tensioactivo, preferiblemente de 1,5 a 3,5 partes, y especialmente 2,5 partes aproximadamente de resina. Los demás sólidos dispersados están presentes en una proporción total de desde 0,04 a 2,5 partes, y preferiblemente de 0,2 a 2,0 partes, y más especialmente 1 parte aproximadamente, en peso por parte en peso del agente tensioactivo.

La composición es preparada en forma de una dispersión acuosa. La proporción de agua presente durante su formulación y uso ha de ser al menos la requerida para dispersar toda la resina de poli(óxido de alcoholeno) que ha de haber presente. Normalmente, ésta es de más de 10 partes en peso de agua por parte de resina. Aunque usualmente no hay límite superior en la proporción de agua que puede haber presente, ha de tenerse en cuenta que las cantidades excesivas de agua reducen la efectividad por unidad de volumen de la composición, y lo usual es que hay una concentración de agente tensioactivo de desde aproximadamente 0,5 hasta aproximadamente 5% en peso, y preferiblemente 1 a 3%, y especialmente 2% aproximadamente en peso de la formulación total. Se ha comprobado que, en general, da resultados satisfactorios el empleo de desde 10 a 500 partes en peso, y óptimamente de 15 a 25 partes de agua por parte de resina. Al calcular la cantidad de agua requerida, ha de tenerse en cuenta, naturalmente, cualquier cantidad de agua que pueda haber presente en los ingredientes utilizados en la formulación



de la composición.

Según la invención, se prefiere dispersar la resina de poli(óxido de alcoholeno) en la cantidad requerida de agua, y después añadir el agente tensioactivo a la dispersión inicial, y después dispersar en la misma los demás materiales sólidos. Después pueden ser añadidos los otros ingredientes.

Durante la preparación de las composiciones, la composición es sometida a un esfuerzo o energía de cizallamiento. Aunque es esencial que toda la composición sea sometida a este esfuerzo, o trabajo mecánico de cizalla estando presentes los tres ingredientes esenciales, no todo el trabajo necesita ser aplicado a la composición total. Se prefiere que, después de la incorporación de cada ingrediente, hay un período de trabajo de cizallamiento, para mantener una mezcla homogénea. Si estos trabajos o esfuerzos de cizalla intermedios tienen lugar durante la formulación de la composición, se prefiere llevar a cabo el trabajo a desde 40 a 90 °C, y mantener la mezcla tratada por cizalla a esta temperatura durante unos minutos, del orden de 5 a 50 minutos, antes de continuar la formulación de la composición. Así, la cantidad requerida de resina de poli(óxido de alcoholeno) puede ser agitada con agua suficiente para dispersar la resina, preferiblemente a 15 a 100 °C, y óptimamente a 60-70 °C, y la mezcla puede ser sometida después a la acción de un homogenizador ultrasónico para obtener una dispersión homogénea; el agente tensioactivo, el sólido dispersado, por ej. el opacificante parafínico, y cualquier cantidad adicional de agua pueden ser agitados después consecuti-

364662

vamente, y la mezcla total ser sometida a posterior trabajo de cizallamiento.

5 Como se ha indicado antes, el alto esfuerzo de cizallamiento causa una escisión por cizalla de la resina. Aunque puede proporcionarse cierta mejora en las propiedades de la composición, comparadas con las de las composiciones no sometidas a trabajo de cizalla, por medio de un grado total comparativamente pequeño de alto esfuerzo de cizalla, sólo se consiguen las ventajas principales de la invención cuando se efectúa un trabajo de cizalla apreciable. Por tanto, se prefiere efectuar suficiente esfuerzo elevado de cizallamiento para hacer que la composición final sea de carácter sustancialmente newtoniano, que es el punto en el que un cizallamiento adicional de la composición no produce más cambios permanentes apreciables en la viscosidad. La cantidad o grado total de trabajo de alta cizalla requerida para conseguir una proporción apreciable de carácter newtoniano en el producto puede ser determinada fácilmente en cada caso por medio de simples ensayos y determinaciones de viscosidad. Como se comprenderá, el grado de esfuerzo de alta cizalla realizado es un compromiso entre las consideraciones comerciales y la consecución del producto newtoniano ideal. Si se desea, no obstante, puede llevarse a cabo un trabajo de alto cizallamiento superior a este nivel aceptable para conseguir un producto más newtoniano, especialmente si se efectúa un trabajo de alto cizallamiento en fases durante la formulación y la composición final no es homogénea. Como se ha indicado anteriormente, las composiciones de la invención que no han sido sometidas a este es-

10  
15  
20  
25  
30



fuerzo mecánico en grado suficiente para hacerlas de carácter sustancialmente newtoniano, también muestran un aumento significativo en su estabilidad. Así, una composición de la invención que es hecha sustancialmente newtoniana después de cuatro pasos a través de un homogenizador ultrasónico, posee una estabilidad notablemente mayor tras un sólo paso a través del homogenizador.

Como se ha dicho anteriormente, la velocidad de trabajo de cizalla ha de ser suficiente para causar una escisión irreversible por cizalla de la resina de poli(óxido de alcohileno). La velocidad requerida para cada resina puede ser determinada fácilmente sometiendo una dispersión acuosa de la resina a un trabajo de cizalla en el mezclador que se va a utilizar. Si está teniendo lugar una escisión o disociación irreversible, la viscosidad de la dispersión ha de disminuir durante el tratamiento, y permanecer constante en este valor inferior una vez que ha cesado el trabajo de cizallamiento. Usualmente, la mínima velocidad requerida del extremo de la paleta del mezclador para dar la velocidad de cizallamiento necesaria para efectuar la escisión irreversible es del orden de 30,48 metros por segundo. Se prefiere utilizar un mezclador ultrasónico en el que una hoja de cuchilla es hecha vibrar a velocidades de los extremos que sobrepasan los 304,8 metros por segundo en gran parte de su oscilación.

La invención proporciona un método para preparar una composición que comprende una disolución acuosa de un agente tensioactivo cargado positivamente adecuado para el cabello humano, que tiene dispersada en



2  
ella una resina, dispersable en agua, de poli(óxido de al-  
cohileno) y uno o más materiales sólidos dispersables en  
agua, método que comprende mezclar conjuntamente los in-  
5 cizalla suficiente para causar una escisión irreversi-  
ble de cizalla apreciable de la resina de poli(óxido de  
alcohileno).

10 Se comprenderá que el tiempo requerido para  
conseguir un total dado de trabajo de cizalla varía en  
razón inversa de la velocidad de este trabajo. Aunque  
es posible utilizar cualquier velocidad de cizalla supe-  
rior al mínimo requerido para conseguir la escisión por  
cizallamiento, por ejemplo efectuar un cizallamiento ini-  
15 cial a bajas velocidades y efectuar un cizallamiento fi-  
nal a una elevada velocidad de cizalla, se prefiere em-  
plear velocidades de trabajo de cizalla sustancialmente  
constantes durante toda la formulación de las composicio-  
nes, y emplear velocidades de cizalla comparativamente me-  
dias.

20 Las composiciones de lavado de crema de la in-  
vención poseen una mayor estabilidad al ser comparadas  
con las formulaciones actualmente disponibles. Tienen  
también la ventaja de que pueden ser diluídas hasta con-  
centraciones relativamente bajas de materia activa sin  
25 que tenga lugar separación o floculación. Esta ventaja ha-  
ce a la composición adecuada para su empleo como auxi-  
liar en el peinado del cabello, que puede ser aplicada al  
cabello por cepillado. En esta aplicación, las composicio-  
nes pueden ser diluídas para dar disoluciones que contie-  
30 nen desde 0,5 a 5,0 por ciento en peso de resina de poli(





2

la mezcla fué agitada a 65°C durante treinta minutos. Después fueron añadidas 0,0018 partes de pigmento azul de ftalocianina; la mezcla fué enfriada a 30°C, y se añadieron 0,15 partes de perfume. La mezcla se hizo pasar después cuatro veces a través de un mezclador ultrasónico, para dar un producto que era de carácter sustancialmente newtoniano. El producto era un líquido de fácil fluidez, opaco, de color azul pálido, con una viscosidad de 200 centipoises, medida en un viscosímetro de nivel suspendido, a 25°C.

Fueron preparadas también dos composiciones similares que se diferenciaban sólo en que una contenía 0,1 partes de p-hidroxibenzoato de metilo como protector, y la otra contenía 0,1 partes de bromuro de cetil trimetil amonio como bactericida.

Estos productos eran estables durante períodos de al menos 9 meses a desde 4 a 45°C. La estabilidad fué mantenida aun cuando los productos fueron sometidos a ciclos de entre 4 y 37°C y 4 y 45°C durante el mismo período.

Como comparación, fueron formuladas composiciones de cremas de lavado según la práctica comercial actual, y sometidas a ensayo para determinar su estabilidad. Las formulaciones preparadas fueron:

25	a) Miranol SHD conc.	3,5%
	Diestearato de poli(etilenglicol) 400	2,0%
	Alcohol cetílico	1,0%
	Cloruro de sodio	0,5%
	Agua destilada	93,0%
30	b) Miranol SHD conc	3,5%



2

	Diestearato de poli(etilenglicol) 400	2,0%
	Alcohol cetílico	1,0%
	Agua destilada	93,5%
	c) Miranol SHD conc.	3,5%
5	Condensado de ácido graso/óxido de etileno, vendido con la marca de fábrica de Collone A.C.	1,5% a 3,0%
	Alcohol cetílico	1,0% a 2,0%
10	Agua destilada	hasta 100%
	d) Miranol SHD conc.	3,5%
	Collone A.C.	1,0%
	Lanolina B.P.*	2,0%
	Agua destilada	93,5%

15 \* B.P.: según Farmacope Británica

20 Estas formulaciones fueron mantenidas a 37°C, y tuvo lugar la separación o división en dos fases antes de 3 días a esta temperatura, lo que demuestra la inestabilidad de estas formulaciones, comparadas con las de la invención.

25 Como comparación adicional, fué preparada una composición que había sido formulada a partir de los mismos ingredientes que la composición de la invención, pero sin ser sometida a ningún trabajo de cizallamiento. Esta composición era inicialmente de consistencia grumosa o apelmazada, y gelificó rápidamente al ser almacenada a 37°C, demostrando con ello claramente el efecto del cizallamiento en la estabilidad de la composición.



Los efectos irritantes y sensibilizantes de la formulación de la invención preparada anteriormente fueron sometidos a ensayo como sigue:

Pequeñas compresas de algodón en rama para usos quirúrgicos fueron tratadas con una gota de la formulación de la invención y aplicadas al antebrazo de 40 individuos (12 varones, 28 hembras), a aproximadamente 7,6 cm. por debajo del codo. A veinte individuos se les colocó la compresa o apósito sobre su brazo izquierdo, y a los demás sobre el derecho. Los apósitos tratados fueron tapados por su dorso con un cuadrado de polietileno, que no sólo inhibía el escape del líquido, sino que también protegía la zona de ensayo del contacto con la cinta adhesiva quirúrgica usada para sujetar en su sitio el apósito, ya que mucha gente muestra reacciones a las cintas adhesivas o esparadrapos. Las compresas o apósitos y los trozos de polietileno fueron sujetos en su lugar por medio de tiras (de aproximadamente 2,5 x 7,6 cm.) de, o bien Elastoplast, o esparadrappo quirúrgico Dermicel desprovisto de óxido de cinc.,.

Al otro brazo de los individuos se aplicaron, para actuar como controles, apósitos similares que habían sido tratados con una gota de una formulación convencional de lavado de crema, que comprendía

	<u>% peso/peso</u>
Miranol SHD conc.	2,00
Hidroxipropilmetilcelulosa vendida con la marca de fábrica de Methofas, P.M. 1500	2,40
El p-hidroxibenzoato de metilo vendido con la marca de fábrica de Nipagin M	0,20



% peso/peso

	Sal disódica del ácido etilendiamin- tetracético	0,01
5	Un opacificante compuesto de un copolí- mero de polivinil pirrolidona y metacrila to de metilo (marca de fábrica, Opaci- fier N 16)	0,60
	Pigmento azul de ftalocianina	0,0018
	Perfume	0,15
10	Agua destilada, hasta 100%.	

Los apósitos o compresas fueron quitados 24 horas después, y las zonas de ensayo fueron examinadas para observar cualquier señal de reacción. En todos los casos, menos en uno, no se observó ninguna reacción. En la excepción, la formulación de la invención causó una reacción de irritación que desapareció en menos de 24 horas. Estos resultados indican que las formulaciones de la invención son de uso seguro en sustancialmente todos los casos.

#### 20 Ejemplo II

Fue preparada una composición según la invención, empleando el método y los ingredientes del Ejemplo I, excepto en que las proporciones de Miranol SHD conc., de resina Polyox y monoestearato de etilenglicol fueron variadas en el intervalo de 1 parte de Miranol a desde 1,67 a 3,33 partes de resina de Polyox y a desde 0,2 a 3,33 partes de monoestearato de etilenglicol. Las composiciones, y sus consistencias, se exponen en la Tabla I siguiente. Todos estos productos eran más estables, en el



ensayo de estabilidad descrito en el Ejemplo I, que una formulación preparada según la práctica convencional.

Tabla I

5

	Miranol SHD conc. partes	Polyox WSRN 750 partes	Monostearamo de etilglicol partes	Consistencia y viscosidad aproximada.
10	1,80	4,0	2,0	Líquido de fácil fluidez, viscosidad 150 cps.
	2,40	4,0	2,0	Líquido de fácil fluidez, viscosidad 150 cps.
15	1,80	6,0	2,0	Líquido de fácil fluidez y alta viscosidad; viscosidad 250 cps.
	2,40	6,0	2,0	Líquido de fácil fluidez y alta viscosidad; viscosidad 300 cps.
20	2,0	6,0	0,5	Crema viscosa; viscosidad 500 cps.
	2,0	6,0	5,0	Crema o gel espeso de alta viscosidad.

25

Ejemplo III

Fué formulada una composición según la invención, empleando el método y los ingredientes del Ejemplo I, excepto en que el Polyox WSRN 750 fué sustituido por 3 partes de la resina de poli(óxido de alcoholeno) vendida con la marca de fábrica de Polyox WSRN 3000, que tiene

30



un peso molecular medio de aproximadamente 600.000, un contenido de humedad inferior al 1,0%, y un contenido de cenizas de desde 0,3 a 0,8%, expresada en forma de CaO. La composición resultante era más estable que las formulaciones cremosas de enjuagado o lavado al ser sometidas a ensayos como en el Ejemplo I.

Cuando la composición fué preparada empleando 5 partes de Polyox WSRN 3000, era una crema espesa de fácil fluidez y era también más estable que las formulaciones de cremas de enjuagado convencionales.

#### Ejemplo IV.

Fué preparada una composición según la invención, empleando los ingredientes y el método del Ejemplo I, salvo en que la resina de Polyox WSRN 750 fué tratada para eliminar de la misma las cenizas. Para hacer ésto, fué preparada una disolución acuosa de la resina al 5,2% en peso. Esta disolución (4500 partes) fué tratada con 1350 partes en volumen de la resina cambiadora de iones Zeocarb 225 en la forma  $H^+$ ; a temperatura ambiente y durante 30 minutos. La resina fué separada por filtración, dejando una disolución transparente con un valor del pH de 4,2. Fué añadida la resina cambiadora de iones Deacidite FF (1350 partes en volumen) en la forma de  $OH^-$ , y, después de 30 minutos a temperatura ambiente, fué separada por filtración, dando una disolución transparente con un pH de 9,3. El contenido de cenizas de esta disolución tratada era despreciable.

La disolución fué empleada después para preparar una formulación de crema para enjuagado, empleando el



método y demás ingredientes especificados en el Ejemplo I. La composición resultante tenía una viscosidad de 120 cps. a 25°C, y permaneció estable durante 6 semanas a 37°C.

5 Ejemplo V

Fué preparada una composición según la invención, empleando los ingredientes y el método del Ejemplo I, salvo en que la resina de Polyox WSRN 750 contenía 1,0% en peso de cenizas, medidas en forma de CaO. El producto obtenido empleando esta resina era un gel adecuado para su empleo envasado en un tubo exprimible en lugar de un frasco, y era estable durante períodos más largos que una formulación convencional, cuando se ensayó como en el Ejemplo I.

15 Ejemplo VI

Se ensayó el efecto del trabajo de cizallamiento sobre las propiedades reológicas de una composición según la invención. Fué preparada una composición que contenía los ingredientes siguientes:

20	Miranol SHD conc.	2,0 partes
	Polyox WSRN 750	7,0 partes
	Monoestearato de etilenglicol	2,0 partes
	Pigmento azul de ftalocianina	0,0018 "
	Perfume	0,15 partes
25	Agua	hasta 100 partes

añadiendo el Polyox WSRN 750 al agua a 20°C, empleando un agitador de paletas convencional con una velocidad del extremo de 4,57 m/sg.; la agitación fué continuada hasta que se obtuvo una dispersión desprovista de aglomerados, la dispersión fué calentada a 65°C y el Miranol SHD Con.



5/ fué dispersado en la misma; pasados 20 minutos más, fué añadido el monoestearato de etilenoglicol; después de 20 minutos a esta temperatura, la mezcla se dejó enfriar a 30°C durante un período de 300 minutos, y fueron añadidos el perfume y el pigmento azul. La agitación fué continua-  
da durante toda la preparación de la composición.

Fué retirada una muestra de la composición (denominada después Muestra 1) y el resto se hizo pasar a través de un homogenizador ultrasónico tres veces, conservándose una muestra de la composición después de cada paso (denominadas después Muestras 2, 3 y 4). Fueron determinadas las siguientes propiedades de cada una de las muestras:

- 1) La viscosidad, a 20°C, empleando un viscosímetro de nivel suspendido;
- 2) la duración en almacenamiento a temperaturas en el intervalo de 4 a 45°C; y
- 3) el carácter reológico de cada muestra.

20 En el último ensayo las muestras fueron colocadas en un viscosímetro Ferranti-Shirley de cono y placa, a una temperatura de 25°C. El cono fué acelerado linealmente desde el reposo hasta 100 revoluciones por minuto, durante un período de 120 segundos, y después fué decelerado, también a velocidad lineal, de nuevo hasta el  
25 reposo, durante un período de 120 segundos. Durante la aceleración y deceleración, la fuerza de cizalla aplicada a la muestra por el cono giratorio y el par de fuerzas ejercido sobre el cono fueron medidos y representados gráficamente uno frente a otro, para obtener un reo-  
30 grama, cuya superficie fué medida empleando un planímetro.



5 Como en este caso todas las muestras tenían algo de carácter tixotrópico, las curvas de la aceleración y la deceleración diferían ligeramente. El grado de carácter tixotrópico poseído por una muestra era proporcional a la superficie comprendida por la línea comprendida por las 2 curvas de cada reograma. Si las muestras hubieran sido de carácter completamente newtoniano, las curvas de la aceleración y la deceleración hubieran sido iguales, y la superficie comprendida en la línea cerrada por las dos 10 curvas de cada reograma hubiera sido cero.

Los resultados de los ensayos fueron los siguientes:

15	Muestra	Superficie del reograma en $\text{mm}^2$	Viscosidad en centistokes	Estabilidad durante un periodo de 6 semanas
	1	1960 $\text{mm}^2$	257	Estable, si bien inicialmente era viscosa, y un gel pasadas 6 semanas.
20	2	545 $\text{mm}^2$	136	Estable a todas las temperaturas.
	3	395 $\text{mm}^2$	114	Estable a todas las temperaturas.
25	4	320 $\text{mm}^2$	100	Estable a todas las temperaturas.

30 Los resultados anteriores demuestran el efecto del trabajo o esfuerzo de cizalla sobre las composiciones de la invención, y muestran que, a medida que aumenta el grado de cizallamiento, es reducido el carácter tixotrópico.



co y la composición se hace de carácter más newtoniano.

La muestra 4 era una composición aceptable de crema para el lavado. Aunque las muestras 1 a 3 no muestra el mismo grado de carácter newtoniano, todas ellas eran más estables que una composición disponible en el comercio, demostrando así que pueden conseguirse composiciones estables con niveles de cizallamiento considerablemente inferiores a los requeridos para producir una composición de carácter sustancialmente newtoniano.

La presente solicitud, que corresponde a la - presentada en Gran Bretaña el 14 de Marzo de 1.968 bajo el número 12445/68, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un método para preparar una composición - que comprende una disolución acuosa de un agente ten--

25 NO



sioactivo cargado positivamente con afinidad para el -  
cabello humano, y que tiene dispersada en ella una re-  
sina de poli(óxido de alcoholeno) dispersable en agua  
y uno o más materiales sólidos diferentes dispersables  
5 en agua, que comprende mezclar conjuntamente los ingre-  
dientes y someterlos a un esfuerzo o trabajo de cizalla  
suficientemente alto para causar una escisión irrever-  
sible apreciable por cizallamiento de la resina de poli  
(óxido de alcoholeno).

10 2.- Un método según la reivindicación 1, en  
el que el trabajo de alta cizalla es efectuado en fa-  
ses posteriores a la incorporación de los ingredientes  
en la composición.

15 3.- Un método según cualquiera de las reivin-  
dicaciones 1 ó 2, en el que la composición es sometida  
a un esfuerzo o trabajo de cizallamiento suficientemente  
alto para conseguir un producto que muestra la propor-  
ción deseada de carácter newtoniano.

20 4.- Un método según cualquiera de las reivin-  
dicaciones 1 a 3, en el que el trabajo o esfuerzo de  
cizallamiento es efectuado a una velocidad mínima del  
borde de la paleta mezcladora de 30,48 metros por se--  
gundo.

25 5.- Un método según la reivindicación 4, en  
el que se utiliza un mezclador ultrasónico.

30 6.- Un método según cualquiera de las reivin-  
dicaciones 1 a 5, en el que la resina de poli(óxido de  
alcoholeno) es dispersada en agua, después es añadido  
a la dispersión el agente tensioactivo, y después es  
añadido a la mezcla el otro material sólido.



25

5 7.- Un método según la reivindicación 6, en el que la mezcla es sometida a un trabajo de cizallamiento suficientemente alto, una vez incorporado cada uno de los ingredientes, para mantener una mezcla sustancialmente uniforme.

10 8.- Un método según la reivindicación 1, en el que el agente tensioactivo cargado positivamente - está seleccionado del grupo que consta de agentes tensioactivos catiónicos y agentes tensioactivos anfóliticos que existen en la forma catiónica al pH de la composición.

15 9.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 8, en el que la resina de poli(óxido de alcoholeno) es una resina de poli(óxido de etileno).

10.- Un método según la reivindicación 9, - en el que la resina de poli(óxido de alcoholeno) es una resina de poli(óxido de etileno) de un peso molecular medio de 100.000 a 600.000.

20 11.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 10, en el que la resina de poli(óxido de alcoholeno) contiene de 0,1 a 1,0% en peso - de ceniza, medida en forma de CaO.

25 12.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 11 en el que el otro sólido -- presente comprende un material cristalino.

30 13.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 12, en la que el sólido es seleccionado de entre mono- y diésteres de glicoles de alcoholeno y glicoles de poli(éteres de alcoholeno) - con ácidos polivalentes que contienen de 12 a 18 átomos de carbono.

20.11.70



14.- Un método según la reivindicación 13, en el que el sólido comprende monoestearato de glicol de etileno o monoestearato de glicol de propileno.

5 15.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 14, en el que el agente tensioactivo cargado positivamente está seleccionado de entre derivados de imidazolina, compuestos de nitrógeno cuaternario debetaína de cadena larga, y aminoácidos - N-sustituídos de cadena larga.

10 16.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición es formulada con valor de pH de desde 3,5 a 6,5.

15 17.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 17, en el que la resina de poli(óxido de alcoholeno) está presente en desde 0,04 a 5,0 partes en peso del agente tensioactivo cargado - positivamente.

20 18.- Un método según la reivindicación 17, en el que la resina de poli(óxido de alcoholeno) está presente en desde 1,5 a 3,5 partes en peso por partes de agente tensioactivo cargado positivamente.

25 19.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 18, en el que los demás sólidos dispersos están presentes en una proporción total de desde 0,04 a 2,5 partes en peso por parte de agente - tensioactivo cargado positivamente.

30 20.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 20, en el que la concentración del agente tensioactivo es desde 0,5 a 5%.

21.- Un método según cualquiera de las rei-

25 NOV



vindicaciones 1 y 8 a 20, en el que la proporción total de agua presente es desde 10 hasta 500 partes en peso por partes de resina de poli(óxido de alcoholeno).

5 22.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 8 a 19 en el que la disolución acuosa contiene desde 0,5 a 5,0 partes en peso de la resina de poli(óxido de alcoholeno).

10 23.- Un método para preparar una composición que comprende una disolución acuosa de un agente tensioactivo cargado positivamente.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintisiete hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

15

Madrid, 25 NOV. 1970

P.A.

~~MINISTERIO DE ECONOMÍA~~  
Por Poder,

20.11.70/RTA.-