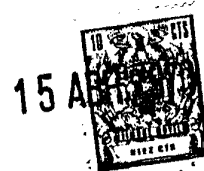
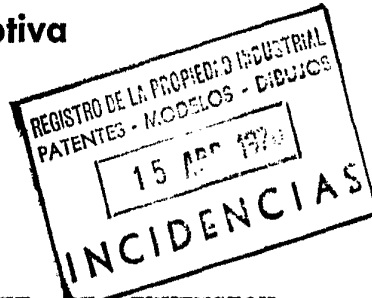


377 173

P.- 44.161

Case A-196
SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE C11
SUBCLASE D

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de AJINOMOTO CO., INC.

entidad / ~~de nacionalidad~~ japonesa

con domicilio en Nº 7, 1-chome, Takara-cho, Chuo-ku, Tokyo, Japon

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA BARRA DE DETERGENTE", (Clase Internacional C11d)

377173

15 ABR



La presente invención se refiere a una barra detergente que comprende, compactadas o moldeadas, las sales de N-acilaminoácidos ácidos que contienen en el grupo acilo de 8 a 22 átomos de carbono.

5 Un objeto de la presente invención es proporcionar una barra detergente que tiene excelentes características globales, que son muy adecuadas para usos de tocador y cosmética.

Se usan ampliamente como barras detergentes el jabón, jabón de tocador, barras de detergente sintético -
10 consistente en tensoactivo orgánico que no es jabón, y barras basadas en mezclas de jabón y detergente sintético, pero cualquiera de ellos tiene muchas desventajas, y no es necesariamente satisfactorio. Es decir, el jabón en barra
15 ordinaria irrita usualmente a la piel, lo que es atribuible al álcali libre, elevación del pH a causa de hidrólisis, y al ácido graso inferior que se añadió para mejorar la solubilidad, poder de formación de espuma y detergencia. Además, cuando se usa el jabón en barras ordinaria
20 en agua dura, se forma jabón insoluble. Por tanto, es necesario reemplazar parte del jabón por otros agentes tensoactivos, y añadir agentes protectores de la piel; sin embargo, la mejora esencial aún no ha sido conseguida. También la barra de jabón de tocador, aunque su contenido de
25 álcali libre es lo suficientemente bajo para evitar la irritación de la piel, tiene aún un tacto indeseable por el defecto de desengrasado y secado de la piel, tras el uso. Para mejorar estos defectos, es necesario añadir agentes humectantes o una base de crema. Estos aditivos inducen una
30 reducción del poder de formación de espuma, y por tanto -

377173



reducen la detergencia inherente.

Aunque las barras de detergente sintético muestran excelente detergencia, se les añaden usualmente agentes supergrasos y una alta proporción de aditivos, para -
5 dar a la barra las características deseables.

Además, la barra de detergente sintético tiene un tacto inferior para la piel, y un comportamiento inferior en comparación con la barra de jabón ordinario.

En el caso de la barra de mezcla de jabón y de-
10 tergente sintético, el poder de formación de espuma disminuye para algunas relaciones de ellos.

Como se ha indicado antes, las barras detergentes hasta ahora conocidas tienen muchos defectos. Como resultado, es necesario combinar aditivos, para mejorar el
15 comportamiento de las barras detergentes, respectivamente; sin embargo, estos aditivos reducen las características deseables inherentes.

Por otra parte, la barra detergente preparada en la presente invención posee características deseables y
20 satisfactorias, en comparación con las barras detergentes conocidas. Es decir, la barra detergente de la presente invención posee dureza y solubilidad por frotamiento óptimas, de manera que no se desintegra fácilmente ni siquiera cuando se la deja sumergir en agua caliente a 40°C; presenta -
25 buen poder de formación de espuma y detergencia, tanto en agua blanda como dura; tiene efecto suave para la piel; produce un tacto confortable cuando es usada; y tras el uso deja en la piel una sensación de blandura y suavidad.

Estas barras detergentes que tienen estas características deseables son preparadas compactando o mol-
30

377173



deando sales de N-acilaminoácidos ácidos que tienen en el grupo acilo de 8 a 22 átomos de carbono, junto con una cantidad adecuada de agua.

Ya es sabido que ciertos N-acilaminoácidos o sales tienen acción tensoactiva y acción antibacteriana. Por ejemplo, el N-lauroilsarcosinato sódico es añadido a detergentes, cosméticos, dentífricos y similares. Sin embargo, en el campo de aplicación de los detergentes las sales de N-acilaminoácidos han sido usadas simplemente en cantidades pequeñas, es decir, como aditivos que sirven para mejorar el comportamiento del detergente sintético para servicio duro. Ha sido totalmente inesperado el que las sales de N-acilaminoácidos, por sí mismas, puedan ser formuladas en barras detergentes.

Los autores de la presente invención han hallado ahora que entre muchas de las sales de N-acilaminoácidos, las sales ácidas de N-acilaminoácidos que tienen en el grupo acilo de 8 a 22 átomos de carbono, cuando son mezcladas junto con una cantidad adecuada de agua y compactadas luego en un molde, pueden ser moldeadas para formar una barra detergente que tiene las características deseables antes mencionadas, a diferencia de las sales de otros-N-acilaminoácidos.

Las sales ácidas de N-acilaminoácidos que son los materiales detergentes de la barra detergente de la presente invención son las sales del ácido N-acilglutámico y las sales del ácido N-acilaspártico. Los restos acilo son restos de ácido graso saturado o insaturado, de 8 a 22 átomos de carbono, por ejemplo lauroílo, tridecinoílo, decanoílo, miristoílo, pentadecinoílo, palmitoílo, marganoílo, estearoílo,



oleoilo, y restos de los ácidos grasos disponibles, por ejemplo el resto del ácido graso del aceite de coco, el resto del ácido graso del aceite de sebo, el resto del ácido graso del aceite de sebo hidrogenado, el resto del ácido graso del aceite de oliva, el resto del ácido graso de soja, el resto del ácido graso del maíz, y similares.

El componente aminoácido ácido puede ser una forma ópticamente activa o una forma racémica, y las sales son sales de metal alcalino, tal como sodio o potasio, sales amónicas, sales de aminoácido básico tal como lisina, ornitina o arginina, otras sales de amina solubles en agua, y similares.

Las anteriores sales ácidas de N-alifático superior-acilaminoácido pueden ser usadas solas o en mezcla como material detergente activo, pero, dependiendo de las propiedades y aspecto requeridos para la barra detergente, se pueden formular adecuadamente, como materiales coadyuvantes, promotores de espuma persistente, espesadores, perfumes, pigmentos, tintes, y similares. Entre los ejemplos de materiales coadyuvantes están las amidas de ácido graso superior, sales neutras de N-acilaminoácido, condensados de óxido de alcoholeno, alcohol, glicerina y glicéridos.

Para preparar la barra detergente de la invención, las sales ácidas de los N-alifático superior-acilaminoácido, solas o en mezcla con los materiales coadyuvantes, son mezcladas mecánicamente con una cantidad adecuada de agua, y después el material mezclado es extruído en forma de barra y estampado según el método mecánico para ha-

377173



cer barras de jabón mezclado.

La producción de la barra detergente compuesta por la sal ácida de N-acilaminoácido se divide en cuatro operaciones.

5 La primera operación es el tratamiento previo. La sal ácida seca de N-acilaminoácido es mezclada con una cantidad adecuada de agua y demás aditivos. La adición de agua facilita el mezclado y da al ingrediente detergente la capacidad de ser moldeado, y la barra producida no se
10 desintegra en el agua. Aunque la proporción de agua puede variar según la clase de sales ácidas de N-alifático superior-acilaminoácido y de materiales coadyuvantes, puede ser ordinariamente menor que 40% en peso, preferiblemente de 3 a 20% en peso, basado en los materiales sólidos.

15 La segunda operación es la mezcla. El pequeño rodillo usado tiene tres rodillos de acero inoxidable (12 cm de diámetro), y el número de revoluciones de los rodillos es 16, 32 y 64 rpm, respectivamente.

La mezcla se repite de 2 a 10 veces.

20 La tercera operación es la extrusión. El material mezclado es introducido por la tolva del extrusor, y extruido en forma de barra, mientras se calienta la camisa del extrusor a una temperatura moderada.

La última operación es el estampado. La barra
25 obtenida es estampada con una máquina de estampar.

La barra detergente así preparada posee las siguientes características excelentes:

(1) Los valores de solubilidad por frotamiento son iguales a los de las barras de jabón de tocador adecuadas
30 para las normas industriales japonesas K-3301, y, por



tanto, la presente barra detergente se disuelve moderadamente en agua cuando es usada, y aún posee propiedades superiores de conservación de espuma y un tacto blando tipo jabón de tocador, tras ser usada.

5 (2) La barra detergente se usa a pH de 5 a 7, intervalo que está cerca del punto isoeléctrico de las proteínas superficiales de la piel humana; presenta buena estabilidad en agua dura; es suave para la piel; y tiene el efecto de hacer que la piel conserve una sensación de suavidad y blandura tras el uso.

(3) El propio ingrediente detergente tiene acción antibacteriana, y por tanto la piel es desinfectada durante el uso.

Los siguientes ejemplos, en los que las partes
15 son en peso, son ilustrativos de la presente invención.

Ejemplo 1

Se mezclaron 100 partes de N-cocoíl-DL-glutamato monosódico, donde el grupo cocoilo es el resto del ácido graso del aceite de coco, con 5 partes de agua, y luego se mezclaron suficientemente en un pequeño rodillo. El material mezclado fué extruído luego en forma de barra, mediante un extrusor pequeño en el que la temperatura de la boquilla fué mantenida a 55°C. La barra obtenida fué estampada con una máquina de estampar.

25 La solubilidad de este producto por frotamiento, ensayada según las normas industriales japonesas K-3304-1956, fué 55 (40°C, 10 min). Se reconoció que este producto poseía alto grado de poder de formación de espuma y de-

377173



tergencia, casi no causa irritación a la piel, y también da a la piel, tras el uso, una sensación de blandura y suavidad.

Ejemplo 2

5 A una mezcla de 70 partes de N-lauroíl-D₇glutamato monosódico y 5 partes de sal de trietanolamina del ácido N-lauroíl-L-glutámico se añadieron 3 partes de agua, y luego se mezcló suficientemente con un rodillo pequeño. El material mezclado fué extruído en forma de barra median
10 te un pequeño extrusor, en el que la temperatura de la boquilla fué mantenida a 60°C. La barra detergente fué estampada con una máquina de estampar, para darle una forma.

La solubilidad de este producto por frotamiento fué 67 (40°C, 10 min). Además, este producto conservaba
15 su forma original, y no se desintegró cuando fué sumergido en agua caliente a 40°C, y mostró buen poder de formación de espuma y detergencia.

EJEMPLO 3

A una mezcla de 50 partes de N-lauroíl-L-glutamato monosódico y 50 partes de sal de L-lisina del ácido
20 N-lauroíl-L-glutámico se añadieron 10 partes de agua, y luego se mezcló suficientemente con un rodillo pequeño. La barra detergente se preparó siguiendo el método del ejemplo 1.

25 La solubilidad de este producto por frotamiento fué 65 (40°C, 10 min). Se reconoció que este producto

377173

15 AB



no se desintegraba cuando era sumergido en agua caliente a 40°C, y presentaba buena detergencia.

Ejemplo 4

Se mezclaron 100 partes de sal de L-lisina del
5 ácido N-lauroil-DL-glutámico con 5 partes de agua, y luego se mezcló suficientemente con un rodillo pequeño. La barra detergente se preparó siguiendo el método del ejemplo 1.

La solubilidad de este producto por frotamiento
10 fué 95 (40°C, 10 min). Se reconoció que este producto mostró buena detergencia y propiedades de protección de la piel.

Ejemplo 5

Se mezclaron en un rodillo pequeño 80 partes de
N-lauroil-DL-glutamato monosódico, 15 partes de N-metil-N-
15 lauroil-beta-alaminato sódico y 2 partes de polietilenglicol (peso molecular 400) y 5 partes de agua. Se preparó una barra detergente siguiendo el método del ejemplo 1.

La solubilidad de este producto por frotamiento
20 fué 64 (40°C, 10 min). Se reconoció que este producto tenía buena detergencia y excelentes propiedades de protección de la piel.

Ejemplo 6

Se añadieron 5 partes de agua a 100 partes de
N-acil-DL-glutamato monosódico, donde el grupo acilo es un
25 resto de ácido graso mixto, 20 partes de resto de ácido graso del aceite de sebo de vacuno, 30 partes de resto de ácido graso del aceite de coco y 50 partes de grupo lauroilo,

377173

15 A



que se preparó haciendo reaccionar ácido DL-glutámico con el cloruro de ácido graso mixto, y neutralizando el producto de reacción con hidróxido sódico, y la cual solución acuosa mostró un pH de 5,5 . La mezcla fué mezclada suficientemente con un rodillo pequeño, y luego fué compactada, para preparar una barra detergente según el método del ejemplo 1.

Este producto tenía una solubilidad por frotamiento igual a 50 (40°C, 10 min) y mostró buena detergencia, y dió a la piel una sensación de blandura y suavidad tras el uso.

Ejemplo 7

Se añadieron 100 partes de la sal monoamónica de N-lauroíl-L-glutamato a 7 partes de agua, y luego se mezcló suficientemente en un pequeño rodillo, siguiendo el método del ejemplo 1. La solubilidad por frotamiento de la barra detergente obtenida fué 75 (40°C, 10 min). Se reconoció que este producto mostraba buena detergencia y propiedades de protección de la piel.

20

Ejemplo 8

Cada una de las cuatro clases siguientes de composiciones fué mezclada suficientemente con un rodillo pequeño, y luego fué moldeada para formar una barra detergente según el método del ejemplo 1.

25



Experiencia nº	Composición	Partes
1	N-lauroíl-DL-glutamato monosódico	100
	Agua	10
5	2 N-estearoil-DL-glutamato monopotásico	80
	N-lauroíl-D-glutamato monosódico	10
	Sal de L-ornitina del ácido N-lauroíl-L-glutámico	10
	Agua	7
	3 N-palmitoil-L-aspartato monosódico	96
10	Monoetanolamida del ácido esteárico	4
	Agua	10
	4 N-lauroíl-DL-glutamato monosódico	70
15	N-lauroílsarcosinato sódico	30
	Agua	5

Los respectivos productos fueron ensayados para determinar la solubilidad por frotamiento y las propiedades tensoactivas. Los resultados obtenidos fueron los que se muestran en la tabla 1.

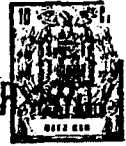
20

Tabla 1

Propiedad ensayada	Experiencia nº			
	1	2	3	4
Solubilidad por frotamiento (40°C, 10 min)	55	41	53	69
25 Comportamiento de la espuma	301,3	295	300,3	299,3
Humectabilidad	5,8	5,1	4,5	4,7
Poder de dispersión de cal del jabón	120	120	120	120
Tensión superficial relativa	0,391	0,395	0,398	0,394

377173

15 ABR



5 Nota: Los valores de solubilidad por frotamiento fueron de terminados según las normas industriales japonesas K-3304-1956. Los valores de comportamiento de la espuma indican la altura de la espuma (en cm) que fué estimada según las normas industriales japonesas K-3362-1955, a concentración del 0,25% en agua a 40°C.

10 Los valores de humectabilidad fueron estimados por medida del tiempo de caída (seg) a concentración del 0,25%, a 40°C, según el método de humectación de Canvas.

15 Los valores del poder de dispersión de cal del jabón fueron determinados a concentración del 0,25%, a -25°C, según el ensayo de dispersión de cal del jabón expuesto en el Journal of the American Oil Chemist's Society, 27, 90 (1950).

Los valores de la tensión superficial relativa fueron determinados a concentración del 0,25%, a 40°C, usando un tensiómetro Du Noüy.

Ejemplo 9

20 Se añadieron a 5 partes de agua 80 partes de N-acil-DL-glutamato monosódico, donde el grupo acilo es un resto de ácido graso de sebo hidrogenado, y 20 partes de N-acil-L-glutamato monosódico, donde el grupo acilo es un resto de ácido graso de soja, y luego se mezcló suficientemente con un rodillo pequeño. Siguiendo el método del ejemplo 1 se preparó una barra detergente. La solubilidad por frotamiento de esta barra detergente obtenida fué 78 (40°C, 10 min). Se reconoció que el producto mostró buena detergencia y propiedades de protección de la piel.

30

Ejemplo 10

Se añadieron 100 partes de N-acil-DL-glutamato



monosódico, donde el grupo acilo es un resto de ácido gra-
so sintético preparado por oxidación de parafina, consis-
tente en 40% de $C_{12}-C_{15}$ y 60% de $C_{16}-C_{20}$, a una mezcla de
10 partes de agua y 3 partes de polietilenglicol (peso mo-
5 lecular 400).

Y luego se mezcló suficientemente esta mezcla
con un rodillo pequeño. Siguiendo el método del ejemplo 1,
se obtuvo una barra detergente. La solubilidad por frota-
miento de esta barra detergente obtenida fué 66 (40°C, 10
10 min). Se reconoció que esta barra detergente mostraba bue-
na detergencia y propiedades de protección de la piel.

Ejemplo de referencia

Se añadieron 10 partes de agua a 100 partes de
N-lauroilsarcosinato sódico. La mezcla fué mezclada sufi-
15 cientemente con un rodillo pequeño, y luego fué compacta-
da para preparar una barra detergente según el método del
ejemplo 1. Sin embargo, la barra obtenida era muy dura y
tenía muchas grietas, y se desintegró rápidamente cuando se
sumergió en agua caliente.

20 La presente solicitud que corresponde a la pre-
sentada en Japón el 7 de Marzo de 1.969, bajo el número -
17.040/69, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vi-
gente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

377173



- 1 AGO 1972

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:

- 5 1.- Un procedimiento para preparar una barra de detergente, que comprende moler una mezcla de agua y al menos una sal ácida soluble en agua de un N-acilaminoácido seleccionado del grupo consistente en ácido N-acilglutámico y ácido N-acilaspártico, con
- 10 teniendo el grupo ácido del ácido 8 a 22 átomos de carbono, y densificar la mezcla molida para dar un cuerpo sólido que retiene la forma, siendo suficiente la cantidad de dicha agua para facilitar dicha densificación de manera que dicho cuerpo sólido que retiene
- 15 la forma no se desintegre cuando se sumerge en agua a 40°C,
- 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha mezcla comprende un material coadyuvante seleccionado del grupo que consta de reforzadores de espuma, espesadores, perfumes, pigmentos y colorantes.
- 20 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha sal ácida de N-acilaminoácido se selecciona del grupo que consta de sales de sodio, potasio, amonio, lisina, ornitina y arginina.
- 25

377173



- 1 AGO. 1972

5 4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el grupo acilo se selecciona del grupo que consta de lauroilo, tridecinoilo, decanoilo, miristoilo, pentadecinoilo, palmitoilo, marganoilo, estearoilo, oleoilo y restos de los ácidos grasos disponibles.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que se incluye un material coadyuvante en dicha mezcla.

10 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha agua está presente en una cantidad de hasta 40 partes en peso por 100 partes en peso de dicha sal.

15 7.- Un procedimiento para preparar una barra de detergente.

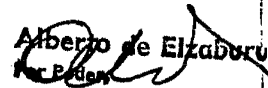
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

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

20

Madrid, - 1 AGO. 1972

P.A.


Alberto de Elzaburu
P.A.

30.7.72

PBG/BDG.