

412246



No 412.246

FE. 5-4-76

Int. Cl.: A61K

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un^a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER NV

RESIDENCIA: BURGEMEESTER s' JACOBPLEIN, 1.- ROTTERDAM.-

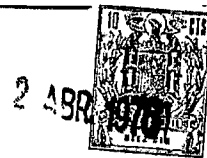
Holanda.

ENUNCIADO: PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN UN

PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE

UN CHAMPU.

Prioridad: Patente británica n.º 9969/72 del 3.3.72



412246

1

En esta invención se refiere a procedimientos para la elaboración de preparados para el cabello, más especialmente a champús.

5

Es conveniente que después del champú, el cabello presente un aspecto saludable, naturalmente brillante y sea peinado fácilmente.

10

Hemos descubierto que ciertos polímeros carboxílicos solubles en agua son adsorbidos sobre el cabello en cantidades sustanciales a partir de soluciones acuosas y que la película polimérica adsorbida comunica brillo al cabello y facilita su peinado. Además, se ha encontrado que esta adsorción del polímero también tiene lugar en presencia de detergentes aniónicos con los que el polímero, al ser también aniónico, es compatible. Estos hallazgos nos han permitido formular composiciones acuosas de champú mejoradas que dejan el

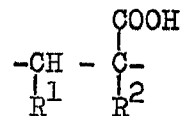
15

cabello con un mayor lustre y más fácil de peinar después de la operación de lavado.

20

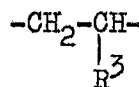
Por consiguiente, esta invención proporciona un método para la preparación de un champú que comprende mezclar una solución acuosa de un detergente orgánico aniónico sintético, no jabonoso y de 0,05 a 5% en peso de un polímero lineal carboxílico, soluble en agua, que contiene unidades ácido carboxílico de fórmula general:

25



donde R¹ es H, CH₃ o COOH y R² es H, CH₃ o CH₂COOH; polímero que también contiene unidades derivadas de un compuesto monoetilénicamente insaturado, en especial unidades de fórmula general:

30



donde R³ es H, C₆H₅, OOC-CH₃, OCH₃ o CONH₂. El citado políme-

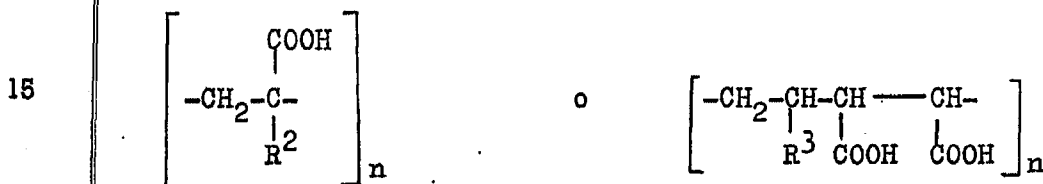


412246

1 ro puede encontrarse en el champú ya sea en forma ácida o como sal soluble en agua del mismo.

5 Por lo tanto, los polímeros que pueden ser incluidos en el champú de la invención son los polímeros de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido crotonico, ácido itacónico y ácido maleico y sus copolímeros con un monómero monoetilénicamente insaturado, especialmente etileno, vinilbenceno, acetato de vinilo, éter vinilmetílico y acrilamida.

10 Los champús preferidos de acuerdo con la invención son los que comprenden un polímero soluble en agua en el que $R^1 = H$ o $COOH$, $R^2 = H$ o CH_3 y, si se encuentra presente, $R^3 = H$ u OCH_3 y especialmente los polímeros de la siguiente fórmula general:



donde R^2 es H o CH_3 , R^3 es H u OCH_3 y n indica el grado de polimerización y los derivados solubles en agua de estos polímeros.

20 Los polímeros carboxílicos más preferidos son los obtenidos por hidrólisis de poli(etileno/anhídrido maleico) y poli(éter metilvinílico/anhídrido maleico) y sus sales solubles en agua, obteniéndose los mejores resultados utilizando poli(ácido metacrílico) y sus sales solubles en agua.

25 El poli(ácido metacrílico) se obtiene habitualmente a partir del correspondiente éster alquílico. Para los fines de esta invención no es esencial que el éster esté completamente hidrolizado. Es necesaria una hidrólisis suficiente para comunicar un grado satisfactorio de solubilidad en
30 agua aunque se prefiere la conversión prácticamente completa

412246

2 ABR 1976



1 en la forma ácida ya que esta forma permite formular champús que son de aspecto transparente.

5 Como ya se ha dicho, el polímero carboxílico puede ser empleado en forma de sal soluble en agua. Puede utilizarse cualquier sal soluble en agua. Son ejemplos de estas sales las de metales alcalinos, metales alcalino-térreos, amonio y aminas. Son ilustraciones específicas de estas sales las de sodio, potasio, calcio, magnesio, monoetanolamina, dietanolamina, y trietanolamina.

10 Los polímeros utilizados en esta invención son lineales y no están sometidos a reticulación, ya que entonces los polímeros se vuelven insolubles en agua. Se conoce el uso de polímeros reticulados en champús como agentes espesadores.

15 Los polímeros carboxílicos empleados en las composiciones de esta invención, al ser solubles en agua, habitualmente presentan unos pesos moleculares comprendidos entre 1000 y 500.000. Preferiblemente se utilizan polímeros de un peso molecular de 10.000 a 100.000.

20 Son especialmente preferidos los polímeros carboxílicos solubles en agua con una acción espesadora relativamente escasa (es decir, aquéllos cuya solución acuosa al 2 % tiene una viscosidad inferior a 50 centipoises y preferiblemente inferior a 30 centipoises, a 25°C). El uso de estos polímeros permite obtener champús con una amplia gama de viscosidades que oscilan entre champús de viscosidad muy pequeña (200 centipoises o menos) y champús viscosos (1000 centipoises o más), ya que si se desea un producto viscoso, este puede ser logrado mediante el uso de agentes espesadores convencionales. La siguiente Tabla I ilustra la influencia de la concentración sobre la viscosidad de una solución acuosa de una sal de poli-

25

30

412246



2 ABR. 1976

1 (ácido metacrílico) comercial típica y de los polímeros solu-
bles en agua obtenidos por hidrólisis de dos polímeros comer-
ciales que contienen grupos anhídrido carboxílico.

5 TABLA I

5	<u>Polímero</u>	<u>Concentración, % en peso</u>	<u>Viscosidad, centipoises</u>
	Polimetacrilato potásico	5,8	4,4
	" "	1,2	2,7
	" "	0,1	1,6
10	Poli(éter metilvinílico/anhídrido maleico)hidrolizado	5,0	3,0
	" "	1,0	1,6
	Poli(etileno/anhídrido maleico) hidrolizado	10,0	1,7
	" "	1,0	1,1

15 Las cantidades adecuadas del polímero carboxílico
en el champú oscilan aproximadamente entre 0,05 % y 5 %, pre-
feriblemente entre 0,1 % y 2 % en peso, calculado sobre la
composición total de champú.

20 El detergente aniónico puede ser cualquiera de los
habitualmente utilizados en los champús. Son ejemplos los
alquilsulfatos, alquil-éter-sulfatos, alquilsulfonatos, al-
quilbenzosulfonatos, sulfosuccinatos y el producto, normal-
mente denominado olefinsulfonato, preparado por sulfonación
de olefinas estadísticas o α -olefinas y neutralización e hi-
25 drólisis de la mezcla ácida obtenida. La concentración del de-
tergente aniónico debe ser seleccionada de manera que se ob-
tenga una limpieza y una espuma adecuadas. Son cantidades tí-
picas, en peso, del 5 al 50 % de la composición y preferible-
mente de 8 a 30 %.

30 El pH del champú puede ser, si es necesario median

412246



1 te ajuste, de 3 a 10 y preferiblemente superior a 5. Son es-
 5 pecialmente adecuados unos valores del pH comprendidos entre
 6 y 8. El champú puede contener cualquiera de los componentes
 habitualmente utilizados en los champús, v.g. estimulantes de
 la espuma, hidrotropos, detergentes no iónicos, proteínas,
 hierbas, agentes opacificadores, espesantes, agentes coloran-
 tes y perfumes.

La invención también se refiere a un proceso de
 tratamiento del cabello, especialmente del cabello humano,
 10 que consiste en tratar el cabello con un champú de acuerdo
 con la invención.

La invención será ilustrada ahora haciendo referen-
 cia a diversos preparados de champú que se encuentran en la
 Tabla II.

TABLA II

<u>Ingredientes</u>	<u>% en peso</u>						
	<u>Champú:</u>	<u>I</u>	<u>II</u>	<u>III</u>	<u>IV</u>	<u>V</u>	<u>VI</u>
Laurilsulfato de monoetanolamina	12,00	12,00	-	-	-	-	-
Lauril-éter-sulfato sódico	-	-	12,00	12,00	12,00	12,00	12,00
Poli(ácido metacrílico)	1,00	-	1,00	0,50	0,10	-	-
Poli(etileno/anhídrido maleico) hidrolizado	-	0,57	-	-	-	-	-
Poli(éter metilvinílico/ anhídrido maléico)hidro- lizado	-	-	-	-	-	-	0,56
Isopropanolamida láurica	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Color, perfume, agua	← hasta 100,00 →						
pH	7,1	7,0	7,5	7,3	7,3	6,4	

1 Peso molecular de aproximadamente 17.000



412246

2° Peso molecular de aproximadamente 45.000

1 Junto con los champús anteriores, se prepararon otros tres champús (IIIA, IIIB y IIIC). Estos tienen la misma composición que el champú III pero un pH diferente. El pH de los champús IIIA, IIIB y IIIC es de 3,2, 5,0 y 7,0 respectivamente

5 El poli(ácido metacrílico) del champú I se agrega en su forma ácida y tiene un peso molecular de 22.000. El poli(ácido metacrílico) de los champús III a V se agrega en forma de sal potásica con un peso molecular de 70.000. El poli(etileno/anhídrido maleico) es un producto cuya solución acuosa al 2 % a 25°C tiene una viscosidad de 2 cps y una solución acuosa al 10 % del poli(éter metilvinílico/anhídrido maleico) tiene una viscosidad a 25°C de 30 cps; estos copolímeros fueron hidrolizados dispersándolos en agua y calentando a 80°C hasta que la solución se volvió transparente.

15 En las experiencias descritas más adelante, se realizó una evaluación del brillo del cabello utilizando un goniófotómetro. Este instrumento consiste esencialmente en una fuente luminosa fija y un detector luminoso que se mueve a través de un ángulo fijado. El detector recibe la luz reflejada de una trenza de cabello y se obtiene un gráfico de la intensidad de la luz reflejada en función del ángulo detector. El gráfico obtenido tiene la forma de un pico.

20 La relación (G) de la altura del pico a su anchura a un cuarto de dicha altura constituye una medida del brillo del cabello y los ensayos han demostrado que existe una buena relación con la apreciación subjetiva del brillo.

25 En la evaluación de los champús citados, cada champú se compara con el correspondiente champú de base (es decir, el champú sin el polímero carboxílico pero al mismo pH). Para cada comparación se seleccionan seis trenzas de

30

- 8 -
412246



1 cabello de un número de trenzas que presentan un brillo si-
milar, según ha demostrado el goniofotómetro. Tres trenzas
de cabello se lavan con champú de acuerdo con la invención
y tres trenzas se lavan con el correspondiente champú de ba-
5 se. Las trenzas se dejan secar y después se colocan en el
goniofotómetro. El gráfico de la intensidad de la luz refle-
jada en función del ángulo detector se determina tres veces
para cada trenza.

10 En la Tabla III se da para cada champú la diferen-
cia (ΔG) entre la media de los valores G para el cabello
tratado con el champú que contiene el polímero carboxílico
y la media de los valores G para el cabello tratado con el
champú de base.

TABLA III

<u>Champú</u>	<u>ΔG</u>
I	+0,214
II	+0,120
III	+0,116
15 IIIA	+0,032
20 IIIB	+0,059
IIIC	+0,236* +0,285*
IV	+0,068* +0,085*
V	+0,234
VI	+0,092

25 * Ensayos de brillo independientes.

El error típico en todos estos resultados es de
0,028G.

30 Un valor para ΔG de +0,184 corresponde a una di-
ferencia de brillo tal que el 75 % de una muestra de personas

412246



1 puede notar la diferencia de brillo entre las trenzas de
cabello.

5 Estos resultados indican que los champús que con-
tienen diversos tipos de polímeros carboxilados son capaces de
aumentar el brillo y que puede producirse un efecto de brillo
dentro de un intervalo de pH.

10 Se realizó otro ensayo utilizando el champú IIIC.
Se trataba de un ensayo corriente de media cabeza realizado
sobre 30 cabezas de las cuales 15 habían recibido una perma-
nente dentro de los 3 meses anteriores y 15 no habían recibi-
do permanente. Se trató la mitad de cada cabeza con el cham-
pú IIIC y la otra mitad con el champú de base (es decir, el
champú sin el polímero carboxílico pero al mismo pH). Des-
pués de secar, el operario (peluquero) determinó el brillo
15 de cada media cabeza. De 30 cabezas, se juzgó que el champú
conteniendo el polímero carboxílico daba mayor brillo en 17
ocasiones, en 8 casos no hubo ninguna diferencia y 5 veces
se consideró que el brillo comunicado por el champú de base
era superior. Este resultado es significativo en uno en cien.
20 De 15 cabezas que habían recibido una permanente en los 3 me-
ses anteriores, se juzgó que el champú conteniendo el polí-
mero carboxílico daba mayor brillo en diez ocasiones, hubo
cuatro juicios de diferencia nula y solamente un juicio de
que el brillo del champú de base era superior. Este resulta-
do es significativo en uno en mil.

25 También se observó que la espuma del champú que
contenía el polímero carboxílico era más cremosa que la de
la base y que el cabello (especialmente el cabello con per-
manente) tratado con el champú que contenía el polímero car-
boxílico era más suave, más liso y se encontraba en mejores
30



412246

1 condiciones que el cabello tratado con el champú de base. No se observó ninguna evidencia de formación de copos del polímero en el cabello tratado con el champú que contenía el polímero carboxílico.

5 La mayor facilidad de peinado después del tratamiento con un champú de acuerdo con la invención fué demostrada mediante el siguiente experimento. El champú (VII) conteniendo polímero carboxílico utilizado en este experimento tiene la siguiente fórmula:

<u>Champú VII</u>	<u>% en peso</u>
Lauril-éter-sulfato sódico	14
Isopropanolamida láurica	1
Poli(ácido metacrílico)*	1
Color, perfume, agua hasta	100

15 * como el utilizado en los champús III a V.

20 La resistencia al peine de una pareja de trenzas de cabello fué medida después del tratamiento con un champú de base. Después las trenzas se lavaron utilizando el champú VII y se enjuagaron con agua, después de lo cual se midió de nuevo la resistencia al peine. Este procedimiento se repitió utilizando otra pareja de trenzas, con la excepción de que estas trenzas se lavaron utilizando el champú A. (Es decir, el champú VII del que se ha omitido el poli(ácido metacrílico)).

25 Se realizaron medidas de resistencia al peine sobre el cabello húmedo directamente después de haber lavado y enjuagado o después de haber secado el cabello. Las medidas de la resistencia al peine se realizaron utilizando un peine provisto de un medidor de tensión de tal manera que se pudiera medir la fuerza requerida para peinar una trenza de cabello.

30



412246

1

En el caso de la medida de la resistencia al peine del cabello húmedo, el champú de base empleado estaba constituido por una solución acuosa al 14% en peso de laurilsulfato de monoetanolamina y cuando la medida fué realizada sobre un cabello seco, el champú de base utilizado estaba constituido por una solución acuosa al 14 % en peso de lauriléter-sulfato sódico.

5

10

En la siguiente Tabla IV se da la resistencia del peine media de las trenzas de cabello después del tratamiento con los champús VII y A, respectivamente, expresada como porcentaje de la resistencia al peine media de las trenzas de cabello después del tratamiento con los respectivos champús de base.

TABLA IV

15

<u>Champú</u>	<u>% de resistencia al peine</u>	
	<u>Cabello húmedo</u>	<u>Cabello seco</u>
VII	102,3	82,3
A	123,4	103,2

20

En este resultado se observa claramente que la inclusión del polímero carboxílico en el champú produce una mejora en la facilidad de peinado del cabello lavado con el champú.

25

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1.- Perfeccionamientos introducidos en un procedimiento para la elaboración de un champú, caracterizados por que consisten en:

Handwritten signature
30

(1) Combinar con agua un detergente aniónico sintético, no jabonoso, para formar una solución acuosa del cita

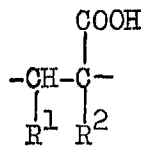


1

do detergente aniónico;

5

(2) Incluir en la solución acuosa del detergente - aniónico sintético no jabonoso, de 0,05 a 5 % en peso del champú de un polímero líneal carboxílico soluble en agua, que contiene unidades ácido carboxílico de la fórmula general



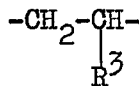
10

en la cual R^1 es H, CH_3 o COOH , y R^2 es H, CH_3 o CH_2COOH o una sal soluble en agua de dicho polímero; y

15

(3) Introducir la mezcla de la solución acuosa del detergente aniónico sintético no jabonoso y el polímero líneal carboxílico dentro de un recipiente.

2.- Perfeccionamientos según la Reivindicación 1, caracterizados porque el polímero también comprende unidades de fórmula general:

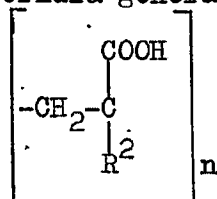


20

donde R^3 es H, C_6H_5 , $\text{OOC}-\text{CH}_3$ o CONH_2 .

3.- Perfeccionamientos según la Reivindicación 1, caracterizados porque comprende mezclar con el detergente sintético no jabonoso un polímero líneal carboxílico, soluble en agua, de fórmula general:

25



donde R^2 es H o CH_3 y n indica el grado de polimerización, o un derivado soluble en agua de dicho polímero.

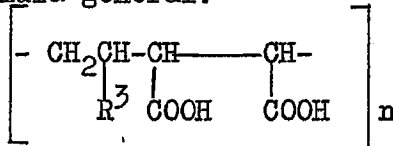

30

4.- Perfeccionamientos según la Reivindicación 2,

412246



1 caracterizados porque comprende mezclar con el detergente
sintético no jabonoso un polímero lineal carboxílico, solu
5 ble en agua, de fórmula general:



donde R³ es H u OCH₃ y n indica el grado de polimerización,
o un derivado soluble en agua de dicho polímero.

10 5.- Perfeccionamientos según cualquiera de la prece
dentes reivindicaciones, caracterizados porque el polímero
tiene un peso molecular de 10.000 a 100.000.

6.- Perfeccionamientos según cualquiera de las pre
cedentes reivindicaciones, caracterizados porque una solu
ción acuosa del polímero carboxílico al 2 % en peso tiene
una viscosidad inferior a 30 centipoises a 25°C.

15 7.- Perfeccionamientos según cualquiera de las prece
dentes reivindicaciones, caracterizados porque contiene de
0,1 a 2 % en peso del polímero carboxílico.

20 8.- Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN UN PROCEDIMIENTO PARA LA
ELABORACION DE UN CHAMFU.

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de trece páginas
mecnografiadas-.

Madrid, 2 marzo 1.973
BERNARDO UNGRIA

P.F. 

