




ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	442.089
		21		
		22	FECHA DE PRESENTACION	24.10.75



CERTIFICADO DE ADICION

60	PRIORIDADES:	62	FECHA	63	PAIS
61	NUMERO				
	46279/74		25 de Octubre de 1.974		Inglaterra

67	FECHA DE PUBLICIDAD	68	CLASIFICACION INTERNACIONAL	69	PATENTE A LA CUAL SE ADICIONA
			C.M.D. AGAK		

64	TITULO DE LA INVENCIÓN
	Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 420.036, presentada el 27 de octubre de 1.973, por: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES COSMETICAS TIPO CHAMPU.

71	SOLICITANTE (S)
	RECKITT & COLMAN PRODUCTS LIMITED, entidad inglesa.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	P.O.Box 26, 1-17 Burlington Lane, Londres, W.4., Inglaterra,

72	INVENTOR (ES)
	ALAN STUART ARCHER, ROBERT VICTOR COOK, MELVIN JOHN HARMER, y MICHEL WILLIAM STEED.

73	TITULO EN ESPAÑOL

74	REPRESENTANTE
	D. Jaime Gómez-Acebo y Modet.,

1er. CERTIFICADO DE ADICION

"SHAMPOO COMPOSITIONS PAT 306"

Memoria Descriptiva

sobre:

Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal
nº 420.036, presentada el 27 de octubre de 1.973, por:
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES COSMETICAS
TIPO CHAMPU.

Solicitante: RECKITT & COLMAN PRODUCTS LIMITED, entidad inglesa,
residente en P.O. Box 26, 1-17 Burlington Lane,
Londres, W.4., Inglaterra.

La presente invención se relaciona con un proce-
dimiento para preparar composiciones de champú conteniendo
agentes acondicionantes.

Ya se han propuesto varias combinaciones de de-
tergentes y agentes acondicionantes, al objeto de producir una



composición líquida de champú, de una sola fase, que limpie y acondicione al mismo tiempo al cabello. Sin embargo, hasta el presente dichas composiciones no han tenido éxito debido al menos en parte a la dificultad de reunir las muchas necesidades que requiere una composición líquida de champú satisfactoria.

Las propiedades que en general son consideradas como deseables en una composición líquida de tal naturaleza, son las de limpiar el cabello, producir una espuma que sea persistente en presencia de grasa pero que pueda ser eliminada por aclarado del pelo con agua, la composición debe dejar al cabello brillante y agradable al tacto, poseer una vida adecuada en almacenamiento e impartir al mismo un "efecto acondicionante" al cabello. Por el término "efecto acondicionante" o "mejoras en el estado del cabello" tal como se utiliza en esta invención, se quiere dar a entender una mejora en la manipulación del cabello que se puede representar por uno o más de los siguientes resultados: (a) una mejora en la facilidad de peinar el cabello aclarado en "húmedo" y en "seco"; (b) un incremento en la suavidad del cabello al tacto; (c) una reducción de la tendencia del cabello a enredarse; (d) una reducción en la tendencia del cabello a adquirir una carga de electricidad estática; (e) un incremento aparente en el brillo.

Se ha descubierto ahora que puede prepararse un sistema detergente-acondicionador de una sola fase, mediante la combinación de un acondicionador catiónico, consistente en un polímero de una imina tal como etilenimina o una alquilenimina o un derivado alcoxilado de dicho polímero, con un tipo particular de detergente.



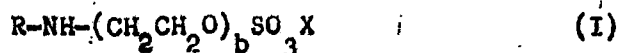
Por consiguiente, la presente invención proporciona una composición de champú que comprende al menos un detergente que es una amina, amida o alcanolamida alifática sulfatada o una amina, amida o alcanolamida sulfatada etoxilada que tiene un contenido medio en grupos etoxi de hasta 15 moléculas y en donde la cadena carbonada de la mitad alifática contiene de 8 a 18 átomos de carbono, y por lo menos un polímero imínico o un derivado alcoxilado de dicho polímero, en un medio acuoso.

Los detergentes a base de aminas que se utilizan en las composiciones de champú de la presente invención, son de naturaleza verdaderamente anfótera, mientras que los detergentes a base de amidas y alcanilamidas tienen generalmente un caracter aniónico inferior que los detergentes aniónicos convencionales, a cualquier PH particular.

Los detergentes a base de aminas, amidas y alcanolamidas o derivados alcoxilados de las mismas, pueden prepararse mediante procedimientos que implican una reacción de sulfatación o sulfamación. Generalmente una reacción de sulfamación, por ejemplo utilizando ácido sulfámico o un ácido alquilsulfámico, es más aplicable a la preparación de los detergentes a base de aminas que para la preparación de los detergentes a base de amidas o alcanolamidas, debido a que la reacción de sulfamación más suave se emplea más generalmente puesto que las aminas son bases más lábiles que las correspondientes amidas o alcanolamidas. Los detergentes a base de amidas y alcanolamidas pueden prepararse utilizando una reacción de sulfatación, por ejemplo, con trióxido de azufre o ácido clorosulfónico. Sin embargo, bajo condiciones de reacción adecuadas, es aplicable cualquier reacción a los materiales de partida de aminas, amidas y alcanolamidas.

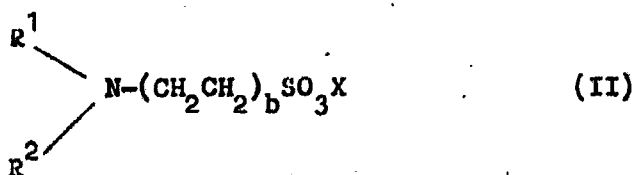


Los detergentes a base de aminas empleados en las composiciones de champú de la presente invención, pueden representarse en general por las fórmulas:



5

6

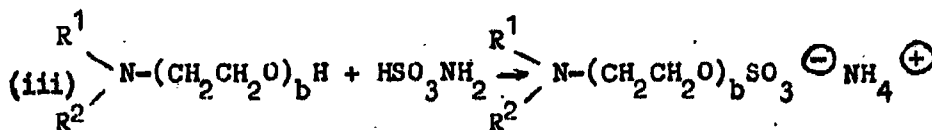
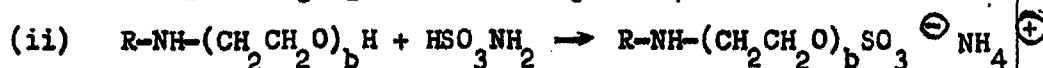
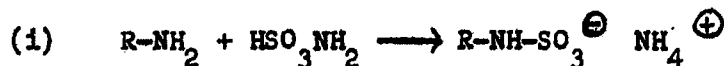


10

en donde R, R¹ y R² son grupos alquilo o alquenoilo que contienen cada uno de ellos de 8 a 18 átomos de carbono; b es cero ó un número entero de 1 a 15; y X es un átomo de hidrógeno, amonio, una sal de amonio cuaternario o el ión de un metal alcalino o alcalinoterreo. Preferiblemente, los grupos R, R¹ y R² contienen, cada uno de ellos, de 12 a 14 átomos de carbono, siendo iguales o diferentes los grupos R¹ y R² de la fórmula II.

15

A continuación se indican ejemplos de reacciones típicas que pueden emplearse en su producción:



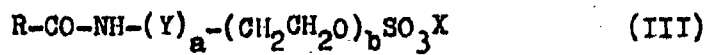
20

Podrá apreciarse que mediante el empleo de un ácido sulfámico alquil-sustituido en lugar de ácido sulfámico, se obtiene una sal amínica en lugar de una sal amónica. Las sales de metales alcalinos y alcalinoterreos pueden prepararse

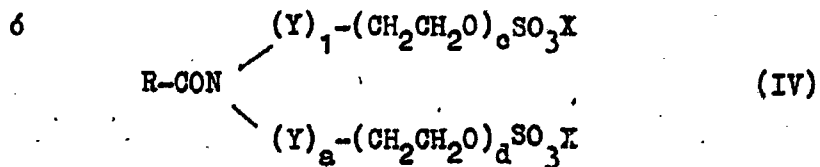


por ejemplo, por vía de un intercambiador de cationes por reacción de una sal de amonio adecuada con una base fuerte. De este modo, puede prepararse una sal sódica por tratamiento de una sal amónica con hidróxido sódico.

5 Los detergentes a base de amidas y alcanolamidas empleados en las composiciones de champú de la presente invención, pueden representarse en general por las fórmulas:



10



15

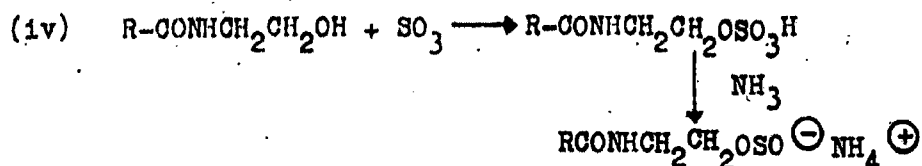
en donde R es un grupo alquilo o alquenilo que contiene de 8 a 18 átomos de carbono; b es 0 ó un número entero de 1 a 15; X es un átomo de hidrógeno, amonio, o un ración amonio cuaternario o el ión de un metal alcalino o alcalinotérreo; Y es un grupo alcoxi de cadena recta o ramificada conteniendo dos o más átomos de carbono; a es 0 ó el entero 1; c es un entero de 1 a 14; d es un entero de 1 a 14; siendo la suma de c y d no superior a 15.

20

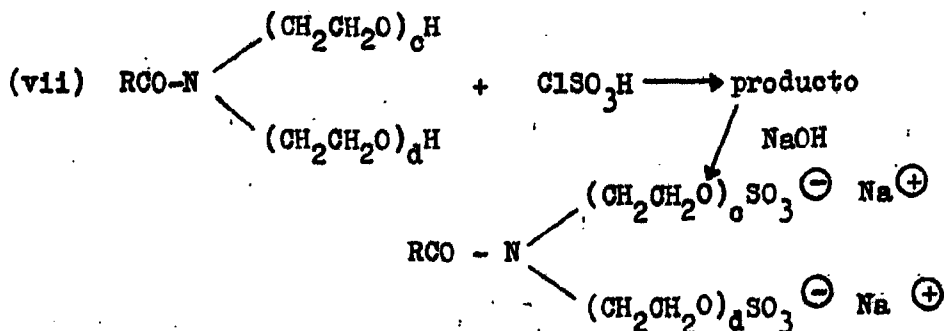
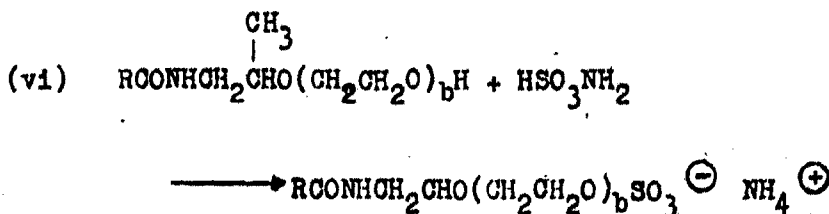
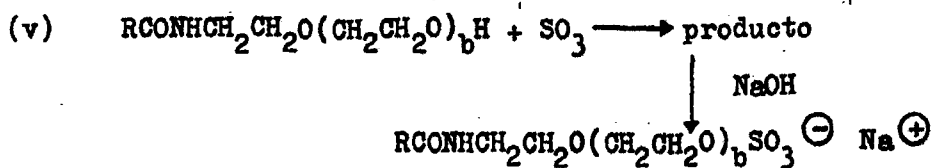
Preferiblemente, el grupo R contiene de 12 a 14 átomos de carbono.

25

Ejemplos de reacciones típicas que pueden emplearse en la preparación de detergentes a base de amidas y alcanolamidas, son los siguientes:



30



El grado de conversión al detergente sulfatado en las reacciones anteriores puede no ser completo pero normalmente será del orden de 50 a 100%. Cuando el material de partida es una alcanolamida, no es necesario eliminar el material de partida sin reaccionar puesto que la alcanolamida sin reaccionar actuará como un estabilizador de espuma en la composición de champú.

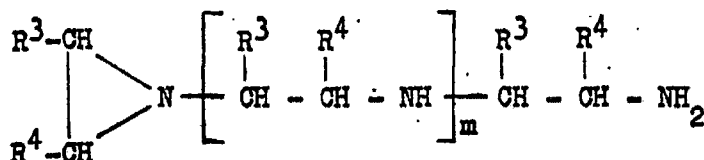
La longitud de cadena de la mitad alifática del detergente es con preferencia la encontrada en el aceite de coco o de palma de origen natural, es decir, principalmente una longitud de cadena de 12 átomos de carbono, pero los materiales de partida pueden ser también de origen sintético.

El contenido en grupos etoxi en los detergentes a base de aminas, amidas y alcanolamidas etoxiladas, usados en las composiciones de la invención, puede ser de hasta 15 unidades etoxilato por mol. Preferiblemente, sin embargo, se

utilizan detergentes con un contenido medio en grupos etoxi de 1 a 6 unidades por mol. El contenido promedio de grupos etoxi, preferido, puede obtenerse mezclando dos o más detergentes que poseen distintas longitudes de cadenas etoxiladas.

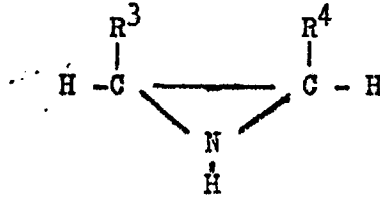
El nivel total de detergente en las composiciones de champú de la presente invención puede variarse de acuerdo con el grado de espumado y limpieza deseados. En general, será del orden de 5 a 35%, con preferencia de 10 a 30% en peso de la composición total. El detergente a base de amina, amida o alcoanolamida puede reemplazarse parcialmente por un detergente subsidiario, pero éste último deberá constituir menos del 50% del detergente total. Los detergentes subsidiarios que pueden ser empleados son los detergentes anfóteros, por ejemplo, alquilbetainas, tal como Laurilbetainas, óxidos de aminas tales como óxido de alquildimetilamina e imidazolinas, o detergentes aniónicos tales como sales de laurilétersulfato, por ejemplo sales de sodio o de monoisopropanolamina.

Los polímeros imínicos usados en las composiciones de la presente invención han sido descritos ya (J. Soc. Cos. Chem. 23, 593-603 (1972) con una estructura que puede representarse como:



en donde m tiene un valor de 1 a 1.500, preferiblemente 5 a 100 y R₃ y R₄ representa cada uno un átomo de H o un grupo alquilo con 1 a 6 átomos de carbones. Se puede preparar en

general por polimerización de una imina de fórmula:



5

En la práctica, se presenta una cantidad considerable de ramificación en la polimerización de iminas y estarán presentes, en la molécula, átomos de nitrógeno primarios, secundarios y terciarios. Los polímeros imínicos pueden ser alcoxlados por reacción con un óxido de alquileo.

10

El caracter catiónico del polímero imínico aumenta a medida que incrementa la acidez del medio en el cual se coloca. En el artículo antes mencionado, se indica que a pH 8, 6 y 4, el porcentaje de átomos de nitrógeno en polietilenimina que tiene una carga positiva, es de 25%, 33% y 50% respectivamente.

15

Ejemplos de polímeros de etilenimina que se producen por Dow Chemical Co. (Midland Mich 48640), son los siguientes:

20

Nombre registrado

PEI 6	Polietilenimina P.M. 600
PEI 12	Polietilenimina P.M. 1200
PEI 18	Polietilenimina P.M. 1800
PEI 600	Polietilenimina P.M. 60.000
PEI 600 E	Polietilenimina P.M. 60.000 reaccionada con óxido de etileno en una relación de 1 : 0,75

30

El polímero imínico usado como catiónico pueden emplear-



se en las composiciones de esta invención en una cantidad de ingrediente activo de 0,05 a 2,5% en peso de la composición total, preferiblemente de 0,1 a 1% en peso.

5 El acondicionador catiónico es sustantivo al cabello humano, cuyo efecto se cree que se debe a la atracción electrostática. Durante el empleo de las composiciones de la invención, el acondicionador se adsorbe como una película continua delgada sobre el cabello para proporcionar un efecto acondicionante del mismo. La adsorción del acondicionador catiónico por este mecanismo consigue una cobertura total o casi total de cada pelo con un película delgada del acondicionador. La película de acondicionador puede ser tan delgada como una monocapa y ejercer todavía un efecto acondicionante sobre el cabello.

15 Además de su efecto acondicionante, la polietilenimina muestra una fuerte acción anti-microbial contra varios organismos. En particular, se ha encontrado que la polietilenimina tiene una poderosa acción inhibitoria contra el organismo *P. ovale*, el cual se considera asociado a la caspa.

20 En las composiciones de champú de la presente invención, se puede incorporar otros agentes antimicrobiales, tales como 2,4,4'-tricloro-2-hidroxidifeniléter (Irgasan DP 300 - Ciba Geigy), triclorocarbanilida, cloruro de cetiltrimetilamonio, cloruro de benzalconio, sales de metales pesados de 2-piridinatiol-1-óxido o azufre coloidal.

25 La polietilenimina tiene una fuerte acción quelante y formará complejos con algunos compuestos que contienen iones metálicos, tales como las sales de metales pesados de 2-piridinatiol-1-óxido (pirtiona). Por ejemplo, la sal de zinc de pirtiona es escasamente soluble en agua pero un complejo de

30



5 piritiona de zinc con un exceso de polietilenimina (PM 600) forma una solución acuosa clara que es soluble en las composiciones de champú de la invención, para dar un champú claro que no deposita material sólido alguno tras la centrifugación. La sal de metal pesado de piritiona, preferida, es la sal de zinc y las composiciones de la invención pueden contener hasta 0,5% en peso de esta sal. Otras sales de metales pesados adecuadas incluyen las sales de cobalto, manganeso y níquel.

10 El pH preferido de la composición de champú dependerá de la formulación particular. Una reducción del pH, realza el carácter catiónico de la composición de champú. Por consiguiente, el pH preferido de las composiciones será tan bajo como sea posible, a condición de que la composición resultante muestre la estabilidad necesaria y satisfaga las normas de seguridad de los champús. El pH de las composiciones que contiene polietilenimina, no conteniendo piritiona de zinc, es convenientemente del orden de 4 a 10. El pH preferido de la composición varía, sin embargo, según el peso molecular de la polietilenimina usada. Por ejemplo, cuando se usa una polietilenimina de bajo peso molecular, tal como PEI 6, el pH preferido es del orden de 5 a 7, pero en el caso de polímeros de cadena más larga tal como PEI 600 y, en el caso de los polímeros alcoxilados de cadena más larga, tal como PEI 600E, el pH preferido es de 7 a 9.

25 En las composiciones que contienen el complejo de piritiona de zinc/polietilenimina, el pH preferido es de nuevo tan bajo como sea posible, dentro de las limitaciones de estabilidad y seguridad del producto, y en general es del orden de 4 a 10. El pH en el cual pueden producirse composiciones homogéneas adecuadamente claras, depende inter alia del

30



sistema detergente usado en aquellas composiciones. Por ejemplo, en las composiciones que usan la sal sódica de monoetanolamida de ácidos grasos de coco, sulfatada y etoxilada (1,9 moles), y detergentes de dimetilbetaina de coco, el pH preferido de las composiciones es de 8,5 a 9, mientras que en las composiciones que usan una mezcla detergente conteniendo la sal amónica de cocoamina sulfatada, la sal sódica de cocoamina sulfatada y etoxilada (6 moles) y dimetilbetaina de coco, el pH preferido es de 5 a 7.

El pH de la composición puede ajustarse al valor deseado por la adición de ácido, siendo los ácidos preferidos el ácido fosfórico, ácido clorhídrico, ácido acético, ácido sulfúrico, ácido tartárico y ácido cítrico, o por adición de una base tal como hidróxido sódico o trietanolamina o monoisopropanolamina.

En las composiciones de champú de la presente invención se pueden incorporar otros acondicionadores catiónicos, en una cantidad de 0,1 a 10% preferiblemente 0,1 a 2,5% en peso de la composición total. El acondicionador catiónico adicional puede ser un compuesto mono- o poli-catiónico o una mezcla de ambos.

Ejemplos de compuestos monocatiónicos que pueden ser usados en las composiciones de la invención, son:

haluros de alquiltrimetilamonio,
haluros de N-alquilpiridino,
haluros de N-alquilisoquinolinio,
haluros de di-alquildimetilamonio,
haluros de alquilarildimetilamonio,
aminoalquilaminas de ácidos grasos vendidos con el nombre Sapamines (Marca Registrada) y



cloruro de alquilbencilhidroxietilimidazolinio.

Pueden emplearse también mezclas de dichos compuestos.

5 Con el fin de mejorar la solubilidad de dichos compuestos monocatiónicos, los grupos nitrogenados pueden ser etoxilados. Esto es particularmente importante en el caso de sales de dialquilamonio cuaternario cuya solubilidad en un medio acuoso es baja.

10 Ejemplos de compuestos policatiónicos típicos que puedan ser empleados en el proceso de la invención, son:

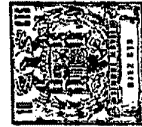
Copolímero de acrilato de aminoetilo/fosfato/acrilato de alto peso molecular, vendido con el nombre registrado CATREX (primeramente conocido como RESYN 78-3510) de National Adhesives Limited.

15 Dopolímeros de vinilpirrolidona cuaternizada vendidos con el nombre registrado GAFQUAT, por ejemplo GAFQUAT 734, 755, 750 o 759, por G.A.F. Limited.

20 El producto de condensación, de bajo peso molecular, de ácido adípico, dietilentriamina poliamida y epíclorhidrina, vendido con el nombre registrado DELSETTE, por ejemplo DELSETTE 101 o 201, por Hercules Limited.

25 Eter de celulosa conteniendo nitrógeno cuaternario, vendido con el nombre registrado POLYMER JR por Unión Carbide Corporation. Se pueden emplear también mezclas de tales compuestos. (RESYN, CATREX, GAFQUAT, DELSETTE y POLYMER JR son marcas registradas).

30 El champú de la presente invención puede contener aditivos que son convencionales en los preparados de champú actuales, siempre y cuando que dichos aditivos no interfieran en ningún grado significativo con el mecanismo de adsorción



del acondicionador catiónico sobre el cabello, y no reduzcan significativamente la eficacia de cualquier agente anti-microbial presente.

5 En las composiciones de champú de esta invención, puede incorporarse estabilizadores de espuma no iónicos normalmente empleados en los preparados de champú. Ejemplos típicos de estabilizadores de espuma son los óxidos de aminas, tales como óxido de dimetilamina de coco, alquilbetainas tales como dimetilbetaina de coco, alcanolamidas tales como monoetanolamida de ácidos grasos de coco, dietanolamida de ácidos grasos de coco, o sus derivados etoxilados. Los estabilizadores de espuma se incorporan generalmente en las composiciones de esta invención en una cantidad de 1 a 5% en peso basado en el peso de la composición total.

15 En las composiciones de la invención pueden incorporarse espesantes, tales como sales simples ó ácidos grasos etoxilados, o extendedores, tales como glicoles, poliglicoles y polialquilenglicoles.

20 Puede incorporarse, sin deteriorar las propiedades fundamentales de las composiciones, otros aditivos, tales como hidrolisatos de proteínas, lanolina y derivados de la misma, extractos de hierbas o balsámicos, vitaminas, aceites vegetales, colorantes, perfumes y agentes preservativos, tales como formalina o dodecilguanidina.

25 Pueden añadirse también agentes perlantes u opacificantes, por ejemplo, monoestearato de etilenglicol, diestearato de etilenglicol, jabones alcalinotérreos o alcoholes de ácidos grasos.

30 Los siguientes ejemplos ilustran adicionalmente la presente invención. Los porcentajes se indican en peso basa-



do en el peso total de la composición, a menos que se diga lo contrario.

EJEMPLO 1

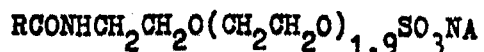
En un recipiente de mezclado, se mezclan conjuntamente, a temperatura ambiente, los siguientes materiales:

5

Porcentaje P/p

Sal sódica de monoetanolamida de ácidos grasos de coco, sulfatada y etoxilada (1,9 moles) de fórmula

10



65,0

Dietanolamida de ácidos grasos (solución acuosa al 30%) (a)

2,0

15

Oxido de dimetilamina de coco (solución acuosa al 30%)

4,0

Poli(etil)enimina, P.M. 600

0,3

20

Formalina

0,1

Color, perfume, cloruro sódico

q.s.

Agua

hasta 100

25

La mezcla se ajusta a un pH de 5,2 mediante la adición de ácido cítrico. Se obtiene una composición líquida de champú, clara.

(a)

La conversión a sulfato en la producción de este producto fue eficaz en un 75% por lo que la solución acuosa al 30% contiene 24% de sulfato y 6% de mono-

30



tanolamida de ácidos grasos de coco, etoxilada (1,9) moles, sin reaccionar.

EJEMPLO 2

En un recipiente de mezclado, se mezclan conjuntamente, a temperatura ambiente, los siguientes materiales:

5

Porcentaje P/p

Sal sódica de cocoamina sulfatada y etoxilada (6 moles) de fórmula $RNH(CH_2CH_2O)_6SO_3Na$ (solución acuosa al 30%) (b)	60.0
Dietanolamida de ácidos grasos de coco	3.5
Dimetilbetaina de coco (solución acuosa al 30%)	2.0
Polietilenimina (P.M. 600)	0.25
Preservativo, color, perfume, cloruro sódico	q.s.
Agua	hasta 100

10

15

20

25

La mezcla se ajusta a un pH de 5,2 mediante la adición de ácido cítrico. Se obtiene una composición líquida de champú perlasciente.

(b) La conversión a este detergente es eficaz en un 75%.

EJEMPLO 3

30

En un recipiente de mezclado, se mezclan conjunta-



mente, a temperatura ambiente, los siguientes materiales:

Porcentaje P/p

5	Sal sódica de monoetanolamida de ácidos grasos de coco, sulfatada y etoxilada (1,9 moles)(solución acuosa al 30%)(como en el ejemplo 1)	70.0
10	Monoetanolamida de ácidos grasos de coco, etoxilada (4,5 moles)	2.5
15	Oxido de dimetilamina de coco (solución acuosa al 30%)	4.0
15	Poli(etil)enimina P.M. 60,000 reaccionada con óxido de etileno en una relación 1,0,75	0.4
	Preservativo, color, sal, perfume	p.s.
	Agua	hasta 100

La mezcla se ajusta a un pH de 8,2 mediante la adición de ácido cítrico. Se obtiene una composición líquida y clara de champú.

2) Las composiciones de champú preparadas en los ejemplos 1,2 y 3 fueron ensayadas individualmente contra un champú, vendido con el anuncio de tener efecto acondicionante, en ensayos de media cabeza y se comparó visualmente el cabello sin peinar después del aclarado final. Las medidas cabezas que habían sido tratadas con una composición de uno de los



ejemplos 1, 2 ó 3 poseían la apariencia de haber sido peinadas totalmente, mientras que las medias cabezas que habían sido tratadas con el champú comparativo estaban visiblemente enredadas. Se encontró que mediante las composiciones de champú de la presente invención se impartió una capacidad de peinado en húmido y en seco mejorada al cabello eliminándose prácticamente el enredo del cabello. Además, el cabello lavado con las composiciones de la invención estaba limpio y suave al tacto y poseía un excelente brillo.

EJEMPLO 4

10

Porcentaje P/p

Sal amónica de cocoamina sulfatada de fórmula $R.NH_3SO_3NH_4$ (pasta al 50%)

15.0

15

Sal sódica de cocoamina sulfatada y etoxilada (6 moles) (solución al 30%) como en el ejemplo 2

45.0

Dietanolamida de ácidos grasos de coco

3.0

Oxido de dimetilamina de coco (solución 30%)

6.0

25

Poli(etil)enimina (P.M. 600)

0.13

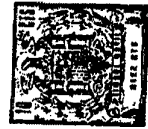
Perfume, color, preservativo, etc.

q.s.

30

Agua

resto



El pH de la composición se ajusta a 5,3 por adición de ácido cítrico y se obtiene una composición de champú líquida y clara.

EJEMPLO 5

En la preparación de la siguiente composición, se mezclan conjuntamente Irgasan DP 300 y dietanolamida de ácido graso de coco y se calienta hasta obtener una solución clara, tras lo cual se mezcla con los restantes ingredientes, en un recipiente de mezclado, a temperatura ambiente.

5
10
15
25
30

Porcentaje P/p

Sal sódica de monoetanolamida de ácidos grasos de coco, sulfatada y etoxilada (1,9 moles) (solución acuosa al 30%) (como en el ejemplo 1)	65.0
Dietanolamida de ácidos grasos de coco	3.5
Oxido de dimetilamina de coco (solución 30%)	3.3
CATREX RESIN (solución acuosa al 20%)	5.0
Cloruro sódico	2.0
Poli(etil)enimina (P.M. 600)	0.5
2,4,4'-tricloro-2-hidroxi difenil eter (Irgasan DP 300)	0.15



	<u>Porcentaje P/p</u>
Formalina	0.15
Color, perfume	q.s.
Agua	hasta 100

El ph de la composición se ajusta a 5,3 por adición de ácido cítrico y se obtiene una composición de champú líquida y clara.

La formulación se ensaya con respecto a la actividad bacteriostática, siendo los siguientes los resultados de la Dilución Inhibitoria Mínima en Promedio contra tres organismos:

Dilución Inhibitoria Mínima en Promedio

	<u>Staph.aureus</u>	<u>E. coli</u>	<u>P. ovale</u>
Ejemplo 5	1 en 1500	1 en 1600	1 en 3200
Ejemplo 5 menos Irgasan	1 en 10	1 en 5	1 en 1600
Ejemplo 5 menos PEI 6	1 en 800	1 en 2000	1 en 20

Estos resultados ilustran el efecto inhibitorio específico y fuerte de PEI 6 contra P.ovale, un organismo asociado a la caspa. Irgasan DP 300 es débil contra este organismo, pero una combinación de los dos ingredientes proporciona una actividad antimicrobial de amplio espectro y muy fuerte.

Se lleva a cabo otro ensayo bacteriológico con respecto a la sustentividad. Un disco de piel de vaquilla se impregna en una solución diluida de la composición de champú durante 5 minutos a 37°C. A continuación, se extrae, se aclara totalmente, se coloca en una placa de agar y se incuba.



Las zonas de inhibición se miden en mm y proporcionan los siguientes resultados:

<u>Staph. aureus</u>	<u>P.ovale</u>
(dilución 1 en 10)	(dilución 1 en 4)
45 mm	18 mm

Los resultados confirman la sustentividad del ingrediente antimicrobialmente activo de esta composición.

EJEMPLO 6

En la preparación de la siguiente composición, se mezcla piritiona de zinc con el PEI 6 y algo de agua. La solución clara obtenida se mezcla entonces con los restantes ingredientes en un solo mezclador:

	<u>Porcentaje P/p</u>
Sal sódica de monoetanolamida de ácidos grasos de coco, sulfatada y etoxilada (1,9 moles) (solución acuosa al 30%) (como en el ejemplo 1)	65.0
Dimetilbetaina de coco (solución acuosa al 30%)	10.0
POLYMER JR 400 ^{***}	0.2
Piritiona de zinc	0.25
Poli(etil)enimina (P.M. 600)	0.47
Color, perfume, preservativo	q.s.
Agua	hasta 100



** Polymer JR 400 un polímero policatiónico suministrado por Unión Carbide.

El pH se ajusta a 8,6 por adición de ácido clorhídrico.

5 El champú resultante es una composición clara que no deposita material particulado alguno durante el almacenamiento o después de un centrifugado prolongado.

Este producto se ensaya con respecto a la actividad bacteriostática de forma similar al ejemplo 5. Los resultados son los siguientes:

10

Dilución Inhibitoria Mínima en Promedio

<u>Staph.aureus</u>	<u>E.coli</u>	<u>P.ovale</u>
1 en 800	1 en 315	1 en 2400

Zona de inhibición de la piel de vaquilla en mm

15

<u>Staph. aureus</u>	<u>P.ovale</u>
(dilución 1 en 10)	(dilución 1 en 4)
20 mm	16 mm

Los resultados muestran una fuerte acción inhibitoria contra P.ovale y un elevado grado de sustentividad.

20

La composición del ejemplo 6 se somete también a un experimento anti-caspa con un grupo de 24 personas. El procedimiento consistió en emplear un grupo de 4 observadores preparados para evaluar visualmente el nivel de caspa de los sujetos cada semana antes de proceder al lavado con el champú, y registrar el grado de actividad, medido en una escala arbitraria. Durante las cinco primeras semanas del experimento se empleó un champú de control y a continuación, durante las diez semanas siguientes, se empleó la composición del ejemplo 6. La reducción del nivel de caspa fue notable alcanzando un máximo después de 8 semanas de tratamiento con la

25

30



5 composición del ejemplo 6. La reducción de la caspa fué superior a la conseguida en un experimento paralelo realizado bajo condiciones similares empleando un champú de piritiona de zinc disponible en el mercado, conteniendo 4 veces el nivel de piritiona de zinc (1%) en forma de suspensión.

EJEMPLO 7

De forma similar al ejemplo 6, se prepara la siguiente composición:

	<u>Porcentaje P/p</u>
10 Sal sódica de monoetanolamida de ácidos grasos de coco, sulfatada y etoxilada (1,9 moles) solución acuosa al 30% (como en el ejemplo 1)	45.0
15 Dimetilbetaina de coco (solución acuosa al 30%)	10.0
TEXAPON IES SM	10.0
20 Piritiona de zinc	0.25
Poliетенimina (P.M. 600)	0.47
25 Cloruro sódico	3.0
Color, perfume, preservativo	q.s.
Agua	Hasta 100
30 SM un surfactante aniónico comercial suministrado por Henkel Ltd., conteniendo la sal de alcanolamina de eter sulfato de	



alcohol graso conteniendo nominalmente 60% de detergente activo.

El pH de la composición se ajusta a 8,55 por adición de ácido clorhídrico. El champú resultante es una composición clara que no deposita material particulado alguno durante el almacenamiento o después de un centrifugado prolongado.

El producto se ensaya con respecto a la actividad bacteriostática de forma similar a la descrita en el ejemplo 5.

Los resultados obtenidos son:

Dilución Inhibitoria Mínima en Promedio

<u>Staph. aureus</u>	<u>E. coli</u>	<u>P. ovale</u>
1 en 3200-6400	1 en 800	1 en 3200-6400

Zona de inhibición de la piel de vaquilla en mm

<u>Staph. aureus</u>	<u>P. ovale</u>
(dilución 1 en 10)	(dilución 1 en 4)
24 mm	17 mm

EJEMPLO 8

De forma análoga al ejemplo 6, se prepara la siguiente composición:

	<u>Porcentaje P/P</u>
Sal sódica de cocoamina sulfatada y etoxilada (6 moles) (solución 30%) como en el ejemplo 2	60.0
Sal amónica de cocoamina sulfatada (pasta al 50%) como en el ejemplo 4	20.0
Dimetilbetaina de coco (solución acuosa al 30%)	5.0



	<u>Porcentaje P/p</u>
Piritiona de zinc	0.25
Poli(etil)enimina (P.M. 600)	0.47
Perfume, color, etc.	q.s.
Agua	hasta 100

El pH de la composición se ajusta a 6,4 por adición de ácido cítrico. La composición de champú líquida resultante es clara.

EJEMPLOS 9 A 11

Se preparan tres composiciones contienen los siguientes constituyentes:

	<u>Ejemplo</u> <u>9</u>	<u>Ejemplo</u> <u>10</u>	<u>Ejemplo</u> <u>11</u>
Sal sódica de coco monoetanolamida sulfatada y etoxilada (1,9 moles) como en el ejemplo 1	55	55	55
Dimetilbetaina de coco (solución 30%)	12.50	12.50	12.50
Sal monoisopropanolamina de 2 moles de ester lauril sulfato (28% activo)	16.50	16.50	16.50
Lauril sulfato de monoisopropanolamina (35% activo)	4.40	4.40	4.40
monoisopropanolamina	3.00	3.00	3.00



	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11
5 Piritiona de zinc	0.25	0.25	0.25
Poliutilenimina (P.M. 600)	0.44	-	-
poliutilenimina (P.M. 1200)	-	0.50	-
10 poliutilenimina (P.M. 1800)	-	-	0.75
Color, perfume	q.s.	q.s.	q.s.
Auga	hasta 100	hasta 100	hasta 100

15 Las composiciones de los ejemplos 9 a 11 se preparan de forma similar a la descrita en el ejemplo 6.

El pH de cada uno de estos ejemplos se ajusta 8,7 por adición de ácido sulfúrico. Todos ellos proporcionan champús claros que fueron ensayados con respecto a la actividad bacteriostática como se ha descrito en el ejemplo 5.

20 Los resultados obtenidos son:

	<u>Dilución Inhibitoria Mínima en Promedio</u>		
	<u>Staph. aureus</u>	<u>E. coli</u>	<u>P. ovale</u>
25 Ejemplo 9	1 en 1600	1 en 800	1 en 2000
Ejemplo 10	1 en 800	1 en 400	1 en 2000
Ejemplo 11	1 en 800	1 en 400	1 en 2000
	<u>Zona de inhibición de la piel de vaquilla en mm</u>		
	<u>Staph. aureus</u>	<u>E. coli</u>	<u>P. ovale</u>
30 Ejemplo 9	23	20.5	16
Ejemplo 10	21	20	16
Ejemplo 11	20.5	19	16



EJEMPLO 12

Se prepara una composición de champú en la cual la longitud de la cadena etoxilada media deseada en los detergentes de aminosulfato etoxilados, se consigue mezclando dos detergentes que tienen diferentes longitudes de cadena etoxilada. Los constituyentes del champú son:

	<u>Porcentaje P/p</u>
5	
10	
Sal sódica de cocoamina sulfatada y etoxilada (10 moles) (solución 50%) (c)	45.0
Sal sódica de cocoamina sulfatada y etoxilada (15 moles) (solución 50%) (c)	6.0
15	
Dimetilbetaina de coco (solución 30%)	10.0
Poliетенimina (P.M. 1800)	0.6
TEXAPON IES (como en el ejemplo 7)	15.0
20	
Perfume, color	q.s.
Agua	hasta 100

(c) La conversión de estos ingredientes al sulfato fué eficaz en un 70%.

Los constituyentes se mezclan entre sí en un mezclador simple a temperatura ambiente.

El pH de la composición se ajusta a 7,1 por adición de ácido sulfúrico.

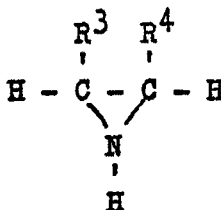
30

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 modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5

REIVINDICACIONES

1.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 420.036, presentada el 27 de octubre de 1.973, por: Procedimiento para la obtención de composiciones cosméticas tipo champu, conteniendo al menos un detergente y un acondicionador catiónico en un medio acuoso, caracterizadas porque comprenden hacer reaccionar la sal de zinc de 2-piridinatiol-1-oxido y un polímero de una imina de fórmula:



en la que R³ y R⁴ son cada uno un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo C₁-C₆, para obtener un complejo el cual se disuelve en un medio acuoso junto con un detergente que es una amina, amida o alcanolamida alifática sulfatada o una amina, amida o alcanolamida sulfatada y etoxilada, que tiene un contenido medio en grupos etoxi de hasta 15 por mol y en donde la cadena carbonada de la mitad alifática contiene de 8 a 18 átomos de carbono; y ajustar el pH del medio al valor deseado por la adición de un ácido o una base.

2.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque el pH del medio se ajusta por la adición de ácido fosfórico, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido tartárico, ácido cítrico, hidróxido sódico, trietanolamina o monoisopropanolamina.

3.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque el detergente es un detergente a base de una amina que tiene la fórmula:

6.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque el contenido medio deseado en grupos etoxi se obtiene mezclando dos o más detergentes que tienen distintos contenidos en grupos etoxi.

7.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque se disuelve un detergente adicional, en una cantidad tal que el detergente adicional constituye menos del 50 en peso del detergente total.

8.- Mejoras según la reivindicación 7, caracterizadas porque el grado medio de polimerización del polímero imínico es de 5 a 100.

9.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque el polímero imínico se reacciona en una cantidad de 0,05 a 2,5% en peso de la composición total.

10.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque se añade un acondicionador catiónico adicional en una cantidad de 0,1 a 10% en peso de la composición total.

11.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 420.036, presentada el 27 de octubre de 1.973, por: Procedimiento para la obtención de composiciones cosméticas tipo champu, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 31 hojas escritas a máquina



por una sola cara.

Madrid, 16 JUN. 1977

RECKITT & COLMAN PRODUCTS LIMITED

J. M. GOMEZ AGEBO Y POMBO
p. p. Firmador J. Suarez Diaz

