

IN.-



ESPAÑA

19 ES	21	NUMERO	10 A I
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		451.555	
		15-9-1976	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
111858/75	16-9-1.975	Japón

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C14D	

64 TITULO DE LA INVENCION

UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE CHAMFU LIQUIDO .

71 SOLICITANTE (S)

KAO SOAP Co., LTD.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

1,1-chome, Nihonbashi-Kayabacho, Chuo-ku, Tokio, Japón

72 INVENTOR (ES)

Eiji IJIMA; Hiroshi WATANABE; y Shizuo HAYASHI, todos de nacionalidad japonesa, los cuales han cedido sus derechos a la entidad solicitante.

73 TITULAR (ES)

El mismo solicitante

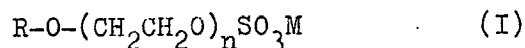
74 REPRESENTANTE

DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU

CONCEDIDA

20 OCT. 1977

1 Una composición de champú líquido que comprende de 10 a 40% en peso de un compuesto que tiene la fórmula (I):



5 donde R es alquilo que tiene 11 a 14 átomos de carbono, n es el número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas y tiene la siguiente distribución:

n = 0 : por debajo de 5% en peso

10 n = 1 a 3 : por encima de 90% en peso

n \geq 4 : por debajo de 5% en peso

y M es un metal alcalino, un metal alcalino-térreo o una alquilolamina, cuyo grupo alquilol tiene 2 ó 3 átomos de carbono.

15 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a una composición de champú que tiene una elevada capacidad de formación de espuma y un efecto muy suave sobre el cabello y sobre la piel. Más particularmente, la presente invención se refiere a una composición de champú líquido que comprende como componente superficialmente activo principal un ester de polioxietilen alquiletersulfato en el cual el número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas está limitado de manera crítica dentro de un intervalo especificado.

25

DESCRIPCION DE TECNICAS ANTERIORES

30

Como agentes superficialmente activos convencionales que tienen efecto suave sobre cabello y piel, pueden mencionarse agentes superficialmente activos del tipo imidazolina mencionados tales como 2-alquil-N-carboximetil-

1 N-carboxietilimidazolimb betainas. Los agentes superficial-
mente activos de este tipo sin embargo, son defectuosos ya
que su capacidad de formación de espuma es baja, especialmen-
te en presencia de aceites. Cuando la capacidad de formación
5 de espuma de un champú es baja, el cabello se pone enmaraña-
do durante el lavado y cuando se peina o cepilla el cabello
lavado despues de seco, los cabellos presentan una gran re-
sistencia a su peinado o cepillado y las superficies de los
cabellos se dañan por la fricción.

10 Para que un champú se considere que tiene un
efecto suave, es necesario que el champú por sí tenga una
acción suave y que el champú tenga una propiedad tal que los
cabellos no se dañen durante el tratamiento con el champú.

15 En las sales de polioxietilentalquileter sulfa-
tos convencionales, el número medio de moles de unidades de
óxido de etileno añadidas es de 2 a 3. El contenido de la
sal en que el número de moles de unidades de óxido de etile-
no añadidas es cero, es decir, la sal de alquilsulfato per se
es de aproximadamente de 30 a 35 por ciento en peso cuando el
20 número medio de moles de unidades de óxido de etileno añadi-
das es 2 y el contenido de sal de alquilsulfato es aproxima-
damente 25% cuando el número medio de moles de unidades de
óxido de etileno añadido es 3.

25 Los solicitantes han encontrado, que si se in-
corpora esta cantidad de sal de alquilsulfato al champú, la
propiedad de irritar la piel aumenta más.

30 Si el cabello se lava con champús convencio-
nales que contienen una sal de polioxietilentalquileter sul-
fato, el tacto o sensación del cabello no es suave cuando se
aclara el cabello o el cabello está aún húmero y se observa

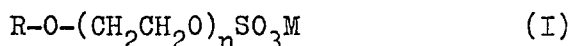
1 el llamado fenómeno de aspereza. Despues de seco, los cabellos se enmarañan unos con otros y no se puede conseguir un acabado de superficie bueno en el cabello.

5 Los solicitantes han visto que este fenómeno indeseable se presenta tambien facilmente cuando es grande el número total de unidades de óxido de etileno añadidas para la unidad de polioxietilenaalquileter sulfato.

RESUMEN DE LA INVENCION

10 Los solicitantes han descubierto que se obtiene un champú que tiene una capacidad de irritación reducida y proporciona un buen acabado sin aspereza cuando la sal de alquilsulfato se elimina o se reduce a un nivel muy bajo y decrece el número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas.

15 Más específicamente, según la presente invención se proporciona una composición de champú líquido que comprende de 10 a 40, preferiblemente 15 a 25% en peso de un compuesto o mezclas de compuestos que tienen la fórmula (I):



donde R es un grupo alquilo que tiene de 11 a 14 átomos de carbono, n indica el número medio de moles de unidades de óxido de etileno añadido y en el que n tiene la siguiente distribución:

25 n = 0 : por debajo de 5% en peso, preferiblemente por debajo de 2% en peso, del peso total de componente de fórmula (I)

30 n = 1 a 3 : por encima de 90% en peso, preferiblemente por encima de 95% en peso del peso total

1 del componente de fórmula (I)
 $n \geq 4$: por debajo de un 5%, preferiblemente por debajo de 3% en peso, del peso total del componente de fórmula (I)

5 y M es un metal alcalino, un metal alcalinotérreo o un alquilolamina en el que el grupo alquilol tiene 2 ó 3 átomos de carbono.

10 En el ester de polioxietilenalquileter sulfato que se emplea en la presente invención, como metal alcalino puede mencionarse sodio, potasio y litio y como metal alcalino-térreo puede mencionarse calcio y magnesio. Como alquilolamina cuyo grupo alquilol tiene 2 ó 3 átomos de carbono, pueden mencionarse mono-, di- y tri-etanolaminas y propanolamina.

15 Si se desea, la composición de champú de la presente invención puede contener otros componentes que se acostumbran a incorporarse a los champús, por ejemplo, alcanolamidas de ácidos grasos superiores (generalmente de 1 a 8% en peso), agentes superficialmente activos no iónicos, tales como polietilenalquiléteres (generalmente 0,1 a 5% en peso), cloruro sódico (generalmente 0,1 a 3% en peso) componentes oleosos tales como alcoholes superiores y nivistato de isopropilo (generalmente 0,1 a 2% en peso), antioxidantes, agentes de quelación, absorbedores del ultravioleta, fungicidas, preservantes, perfumes y colorantes.

25 Además, la composición de champú de la presente invención puede contener agentes superficialmente activos anfóteros del tipo de aminoácidos acilados, polipéptidos acilados y 2-alquilimidazolina, que se tienen generalmente
30 como de bajo efecto irritante.

1 La presente invención se describe a continuación con detalle con referencia a los siguientes Experimentos y Ejemplos ilustrativos.

Experimento 1

5 Se examina la relación entre la aspereza de los cabellos lavados y el agente superficialmente activo utilizado como componente activo del champú.

10 Se utiliza una suspensión o solución al 10% en peso del agente superficialmente activo para lavar un bucle de cabello, y se evalúa cada agente activo con respecto a la sensación del cabello durante el aclarado y el tacto del cabello después del aclarado según los siguientes criterios de evaluación:

- 15
- 0 : sin aspereza
 - Δ : poco áspero
 - X : áspero
 - XX : claramente áspero

Los resultados se presentan en la Tabla 1.

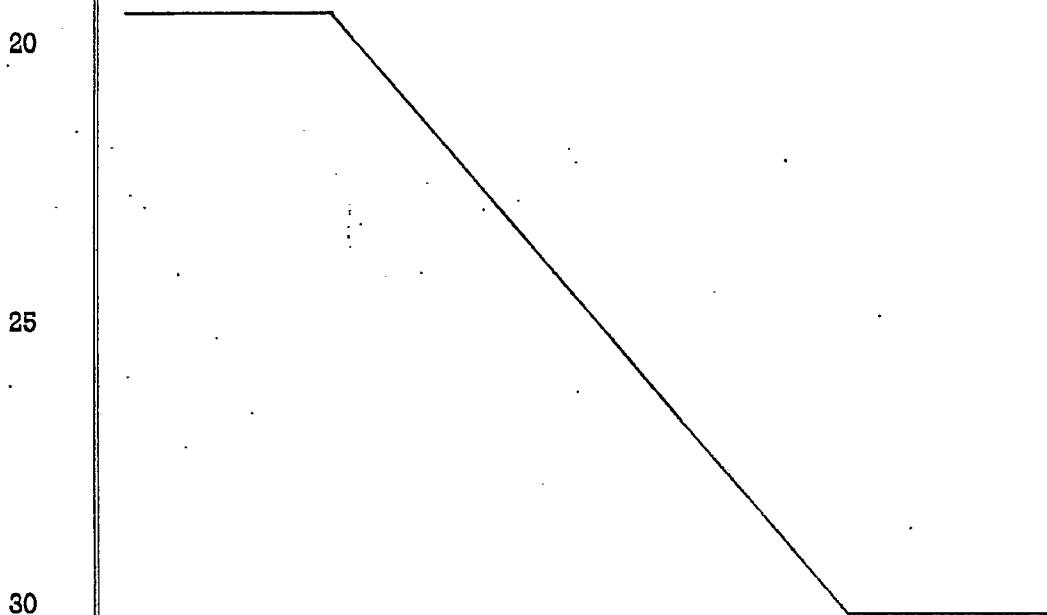


Tabla 1

<u>Agente Superficialmente Activo</u>	<u>Evaluación</u>
Laurilsulfato de sodio	0
Laurilsulfato de trietanolamina	0
Polioxietilen (3) laurilsulfato de sodio	X
Polioxietilen (3) laurilsulfato de trietanolamina	Δ
Polioxietilen (9) lauryleter	XX
Polioxietilen (9) nonilfenileter	XX
Laurilglutamato de monotrietanolamina	XX
Polioxietilen (3) laurilfosfato de sodio	XX
2-coco-alkil-N-carboximetil-N-carboximeto- xietilimidazolinio betaina	XX
Sal potásica de ácido graso de coco	X

1

5

10

15

20

25

30

1

Tabla 1

5

Agente Superficialmente Activo

Laurilsulfato de sodio

Laurilsulfato de trietanolamina

10

Polioxietilen (3) laurilsulfato de sodio

Polioxietilen (3) laurilsulfato de trietanolamina

Polioxietilen (9) lauryleter

Polioxietilen (9) nonilfenileter

Laurilglutamato de monotrietanolamina

15

Polioxietilen (3) laurilfosfato de sodio

2-coco-alcuila-N-carboximetil-N-carboxineto-
xietilimidazolinio betaina

Sal potásica de ácido graso de coco

20

25

30

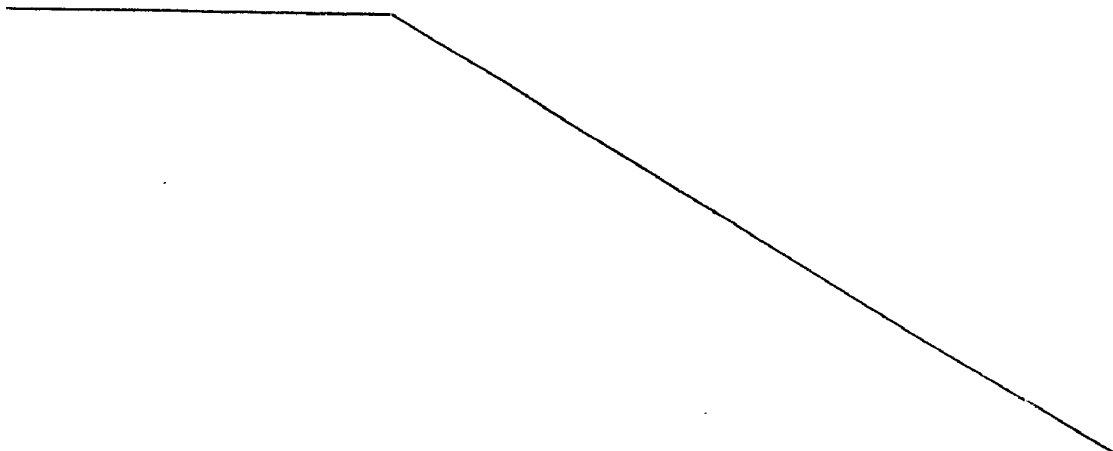


Tabla 1

	<u>Evaluación</u>
	0
	0
de sodio	X
de trietanolamina	Δ
	XX
	XX
lamina	XX
de sodio	XX
carboximeto-	XX
coco	X

1

Nota:

Cada valor entre paréntesis indica el número medio de moles de unidades de óxido de etileno añadidas.

5

De los resultados mostrados en la Tabla 1, se puede deducir fácilmente que el polioxietilenlaurilsulfato de sodio utilizado comunmente da lugar a un fenómeno de aspereza.

Experimento 2

10

Se examina la relación entre el número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas al polioxietilenalquilsulfato de sodio y el fenómeno de aspereza.

15

Se rectificó un polioxietilenalquileter que tiene un número de moles de óxido de etileno añadidas de 5 para obtener 7 fracciones en las que los números de moles de unidades de óxido de etileno añadidas es de 0, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 respectivamente. Se esterifica cada fracción con ácido sulfúrico y se neutraliza para obtener una sal de sodio. La distribución de grupos alquilo del polioxietilenalquileter de partida es como sigue:

20

C_{10} : 2,1%

C_{12} : 95,2%

C_{14} : 2,7%

Los resultados se muestran en la Tabla 2.

25

30

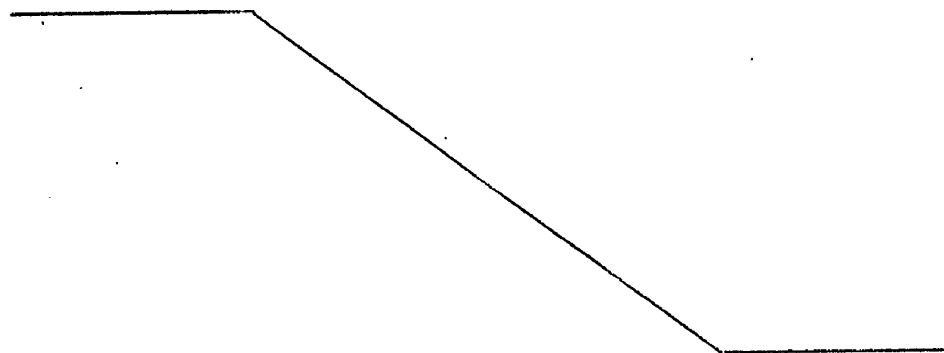
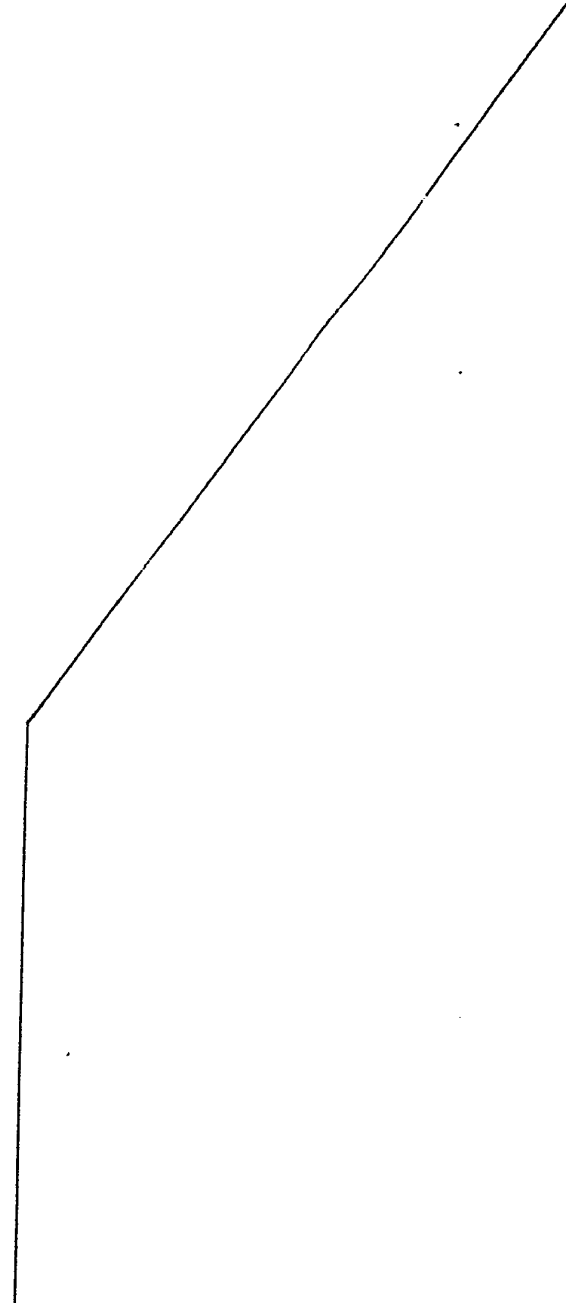


Tabla 2

Fracción Nº	Número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas	Evaluación de aspereza	Pureza basada sobre el número de moles de óxido de etileno añadidas
1 xxxx	0	0	100 %
2	1	0	98,2 %
3	2	0	96,7 %
4	3	0-Δ	95,4 %
5	4	X	96,1 %
6	5	X	95,2 %
7	6	XX	95,3 %



1

5

10

15

20

25

1

Tabla 2

5

10

15

20

25

30

<u>Fracción Nº</u>	<u>Número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas</u>	<u>Evaluación de s</u>
1 1111	0	0
2	1	0
3	2	0
4	3	0-Δ
5	4	X
6	5	X
7	6	XX

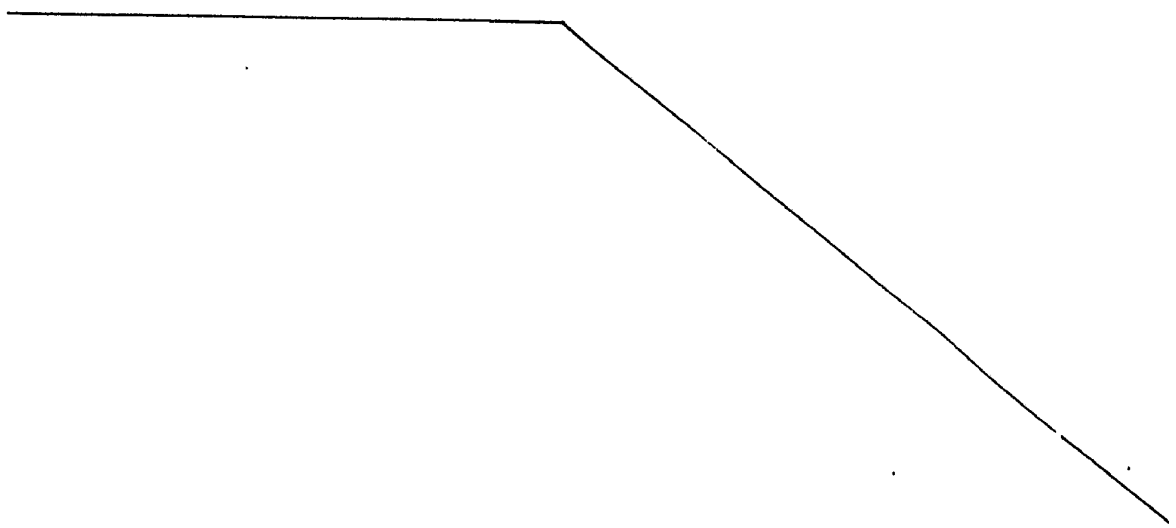


Tabla 2

<u>les de unidades etileno añadidas</u>	<u>Evaluación de aspereza</u>	<u>Pureza basada sobre el número de moles de óxido de etileno añadidas</u>
0	0	100 %
1	0	98,2 %
2	0	96,7 %
3	0-Δ	95,4 %
4	X	96,1 %
5	X	95,2 %
6	XX	95,3 %

1

Notas:

■ : evaluado de la misma forma que la descrita en el Experimento 1.

■ ■ : confirmado por cromatografía de gases

5

■ ■ ■ : alquilsulfato de sodio derivado del mismo alcohol que el utilizado para la síntesis del polioxietilenalquileter.

10

De los resultados presentados en la Tabla 2, se puede deducir fácilmente que cuando el número de moles de óxido de etileno añadido al polioxietilenalquilsulfato no es superior a 3, no tiene lugar aspereza alguna.

Experimento 3

15

En el Experimento 2, se confirma que un polioxietilenalquilsulfato que tiene un número de moles de óxido de etileno añadido de 4 ó más da lugar a una aspereza clara, y en este experimento se examina la cantidad de incorporación de aducto de 4-moles que da lugar a un fenómeno de aspereza.

20

Los resultados se dan en la Tabla 3. Los componentes A y B de la Tabla 3 tienen las composiciones siguientes.

25

	Componentes (% en p)	Cantidad de aductos (% peso)
Muestra (A)	Fracción N° 2 30%	Aducto de 1-mol 29,5%
	Fracción N° 3 40%	Aducto de 2-moles 38,7%
	Fracción N° 4 30%	Aducto de 3-moles 28,6%
		Suma de aductos de 1 a 3 moles 96,8%
Muestra (B)	Fracción N° 5 100 % peso	Cantidad de aducto de 4-moles 96,1%

30

1

5

10

15

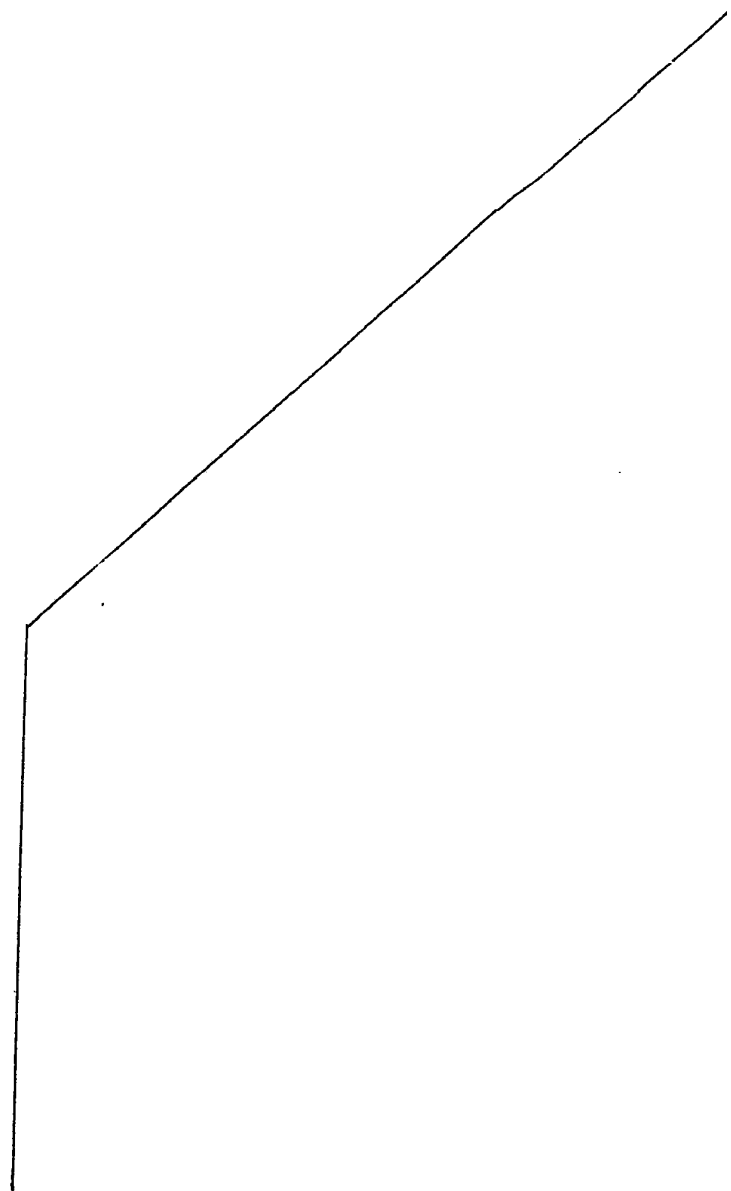
20

25

Tabla 3

Cantidad (% en peso)		Cantidad (% en peso) de Aducto de 1-a 3-moles	Evaluación de la aspereza \bar{x}
A	B		
70 %	30 %	67,7 %	X
85 %	15 %	82,2 %	X-Δ
90 %	10 %	87,7 %	Δ
95 %	5 %	91,9 %	0-Δ
100 %	0 %	96,8 %	0

X: evaluado de la misma manera que la descrita en el Experimento 1.



1

Tabla 3

5

Cantidad (% en peso)		Cantidad (% en peso) de Aducto de 1-a 3-moles
<u>A</u>	<u>B</u>	
70 %	30 %	67,7 %
85 %	15 %	82,2 %
90 %	10 %	87,1 %
95 %	5 %	91,9 %
100 %	0 %	96,8 %

10

□: evaluado de la misma manera que la descrita en el Exper

15

20

25

30

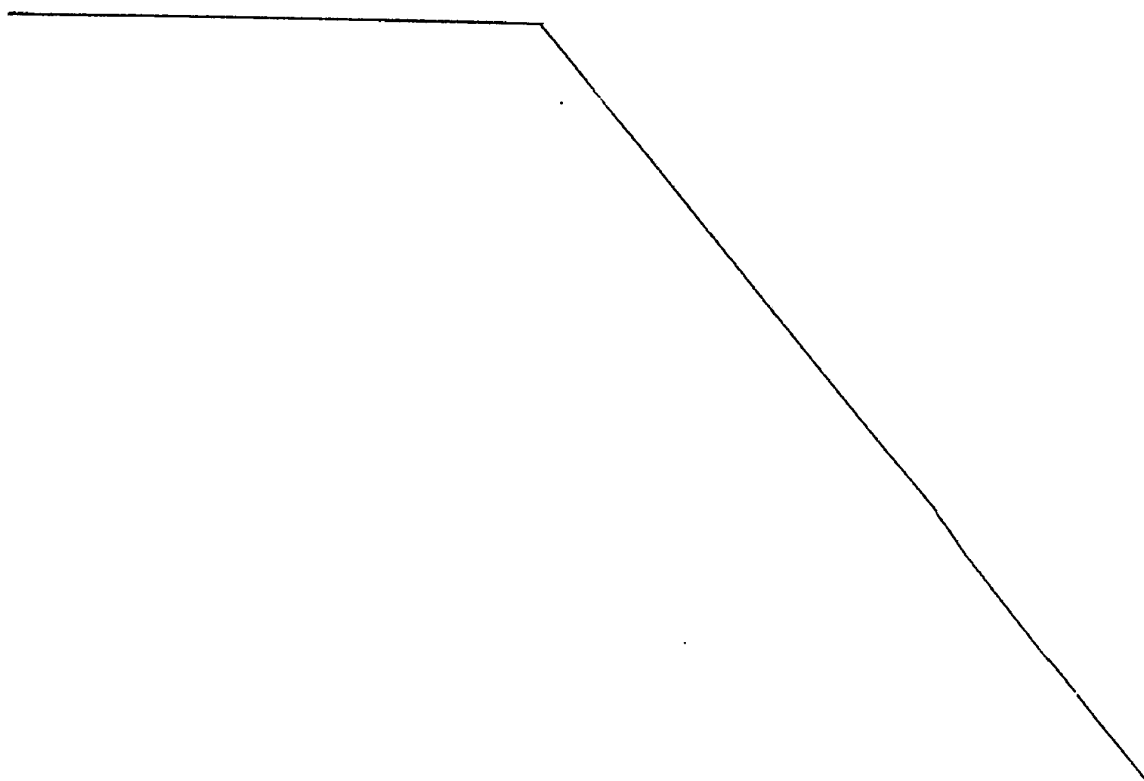
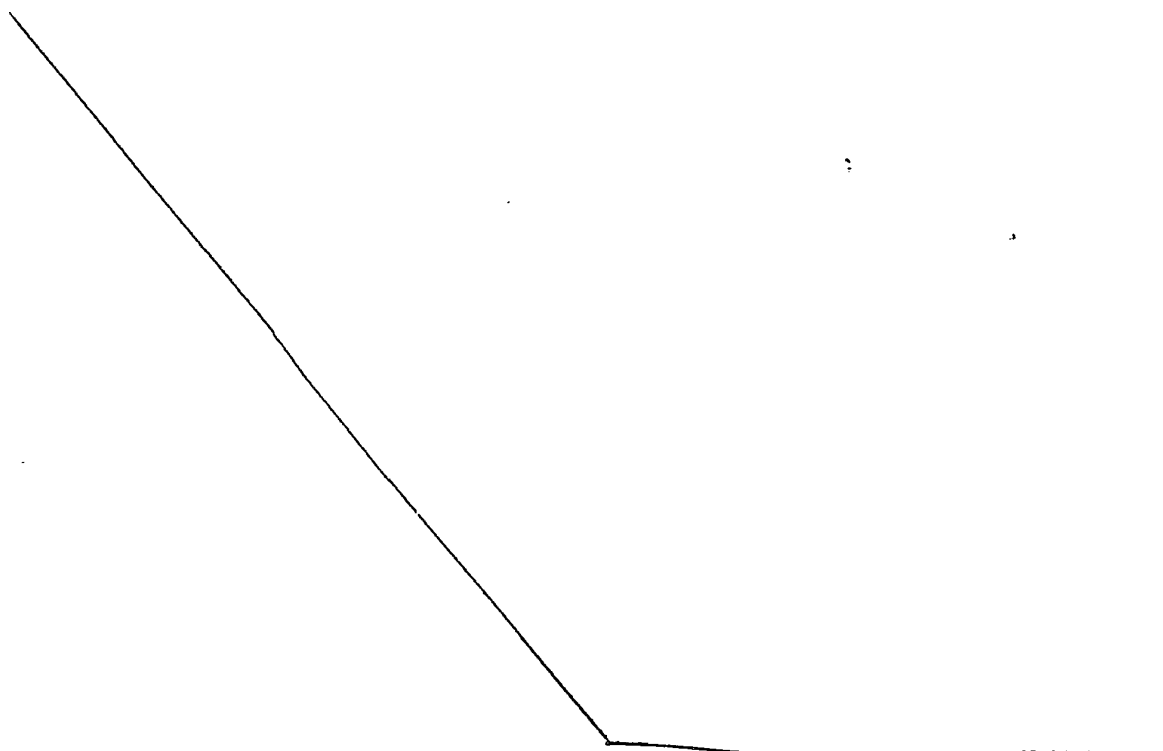


Tabla 3

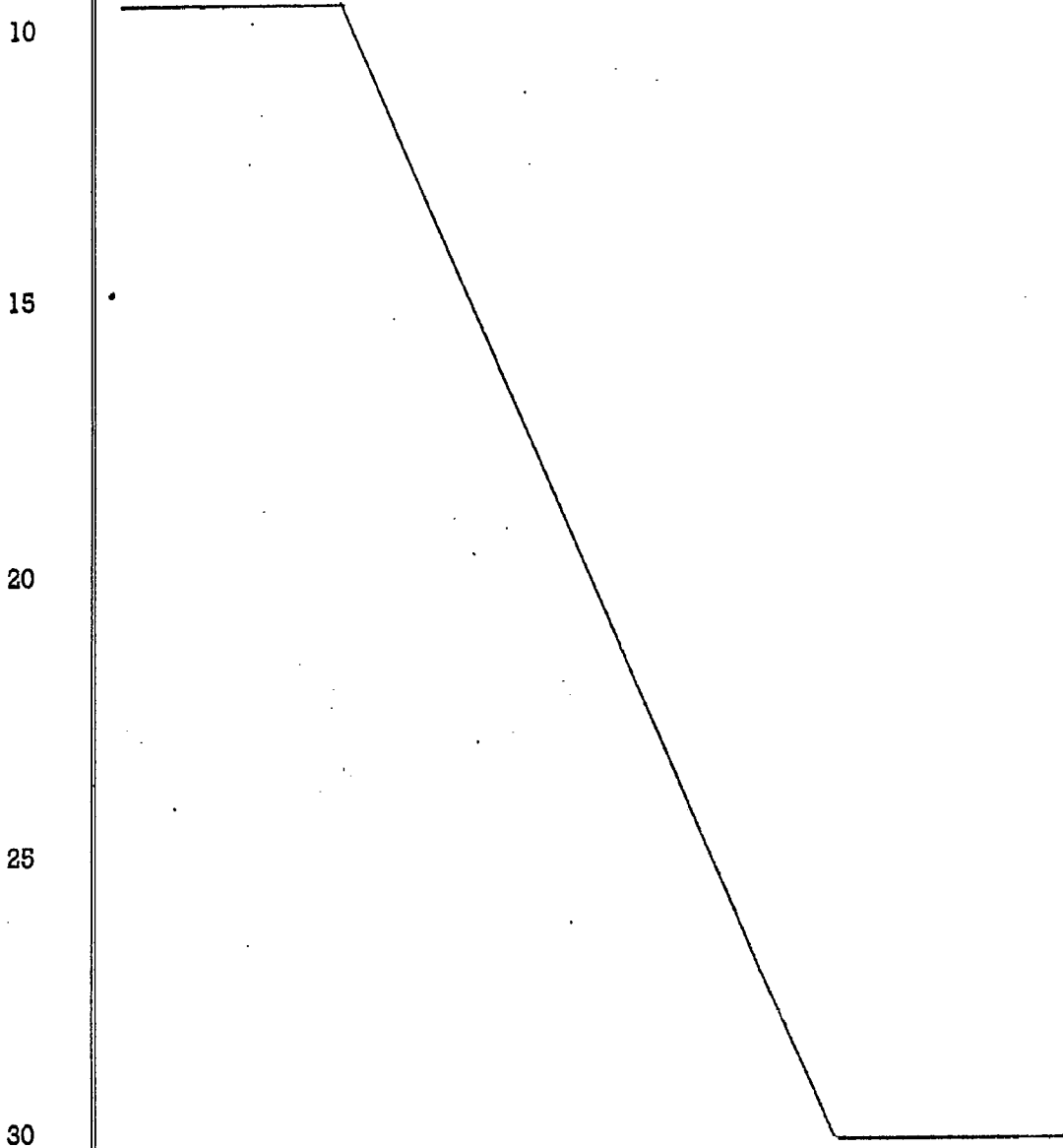
<u>Cantidad (% en peso) de Aducto de 1-a 3-moles</u>	<u>Evaluación de la aspereza ²</u>
67,7 %	X
82,2 %	X-Δ
87,1 %	Δ
91,9 %	O-Δ
96,8 %	O

va que la descrita en el Experimento 1.



1 Experimento 4

5 La propiedad de irritación para cabello y piel se examina por el ensayo de aplicación hecho sobre la piel de hombres sanos. Mas específicamente, se aplica una solución acuosa al 0,2% del agente superficialmente activo sobre una tela y la tela se aplica sobre la piel durante 24 horas. Cuando han transcurrido 24 horas de haber quitado la tela, se examina el estado de la piel. Los resultados se muestran en la Tabla 4.



1

Tabla 4

	Contenido en Laurilsulfato de sodio (% en peso)	Enjuiciamiento (hombres)				Relación positiva (Hombres)
		-	+	++		
Laurilsulfato sódico	100 %	2	9	13	2	15 (57,7 %)
Polióxietileno Laurilsulfato sódico (p=3)	27 %	10	5	9	2	11 (42,3 %)
" (p=3/fracción Nº 2= 50/50)	13,5 %	9	8	7	2	9 (34,6 %)
" (p=3/fracción Nº 2= 20/80)	5,4 %	14	9	3	0	3 (11,5 %)
" (fracción Nº 2)	0 %	13	10	3	0	3 (11,5 %)
" (fracción Nº 3)	0 %	17	8	2	0	2 (7,7 %)
Miranol C2M conc. M	0 %	19	6	1	0	1 (3,8 %)

10

15

*: 2-Alquil-N-carboximetil-N-carboxietilimidazolinobetaina manufacturado por Miranol Chemicals.

En Tabla 4, - significa sin irritación de la piel
 + significa pequeña irritación de la piel
 ++ significa irritación de la piel
 ++ significa intensa irritación de la piel

Relación positiva = $\frac{\text{suma de hombres que tienen + y ++}}{\text{Total de hombres ensayados}} \times 100$

20

25

30

Tabla 4

	Contenido en Laurilsulfato de sodio (% en peso)	Enjuiciamiento	
		-	+
Laurilsulfato sódico	100 %	2	9
Polioxietilenlaurilsulfato sódico (p=3)	27 %	10	5
" ($\bar{p}=3$ /fracción N° 2= 50/50)	13,5 %	9	8
" ($\bar{p}=3$ /fracción N° 2= 20/80)	5,4%	14	9
" (fracción N° 2)	0 %	13	10
" (fracción N° 3)	0 %	17	8
Miranol C2M conc. [®]	0 %	19	6

[®]: 2-Alquil-N-carboximetil-N-carboxietilimidazolinobetaina manufacturado por Miranol Chemicals.

En Tabla 4, - significa sin irritación de la piel
 + significa pequeña irritación de la piel
 + significa irritación de la piel
 ++ significa intensa irritación de la piel

Relación positiva = $\frac{\text{suma de hombres que tienen + y ++}}{\text{Total de hombres ensayados}} \times 100$

1

5

10

15

20

25

30

Tabla 4

tenido en sulfato sodio (en peso)	Enjuiciamiento (hombres)				Relación positiva (Hombres)
	-	±	+	++	
0 %	2	9	13	2	15 (57,7 %)
7 %	10	5	9	2	11 (42,3 %)
3,5 %	9	8	7	2	9 (34,6 %)
5,4%	14	9	3	0	3 (11,5 %)
0 %	13	10	3	0	3 (11,5 %)
0 %	17	8	2	0	2 (7,7 %)
0 %	19	6	1	0	1 (3,8 %)

xietilimidazolinobetaina
cals.

ción de la piel

ritación de la piel

de la piel

ritación de la piel

s que tienen + y ++) x 100
s ensayados

1 De los resultados de la Tabla 4 se puede deducir
facilmente que la relación positiva puede reducirse notable-
mente si el contenido en laurilsulfato de sodio es inferior
a aproximadamente 5%.

5 Ejemplo 1

Polioxietilenlaurilsulfato de sodio (distribución del número de moles de óxido de etile no añadidas 20,0%

n = 0 : 0 %

n = 2 : 12,0%

10 n = 3 : 87,0%

n = 4 : 1,0%)

Laurildietanolamida 5,0%

Benzoato sódico 0,5%

Cloruro sódico 2,0%

15 Colorante y perfume cantidades minor

Agua desionizada 72,5%

20 Un champú que tiene la anterior composición tie-
ne una capacidad de formación de espuma muy alta y la aspe-
reza se reduce notablemente en el cabello lavado por empleo
de este champú.

Ejemplo 2

Polioxietilenlaurilsulfato de sodio (distribución del número de moles de óxido de etile no añadido 25,0%

25 n = 0 : 3,0%

n = 1 : 11,3%

n = 2 : 62,5%

n = 3 : 21,6%

n = 4 : 1,0%

30 n = 5 : 0,6%)

1	Lautoilglutamato monosódico	3,0%
	Laurildietanolamida	3,0%
	Salicilato sódico	0,3%
	Colorante y perfume	cantidades minor
5	Agua desionizada	68,7%

Un champú que tiene la composición anterior tiene una capacidad de formación de espuma muy elevada y la aspereza se reduce considerablemente en el cabello lavado por utilización de este champú. En el ensayo de irritación de la piel de este champú, según el método de ensayo de aplicación, no se registró irritación de la piel en ninguno de los 10 hombres probados.

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

15

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de una composición de champú líquido que comprende las siguientes etapas:

20

a) hacer reaccionar 2 a 5 moles de óxido de etileno con alcohol de 11 a 14 átomos de carbono, empleando un catalizador para obtener polioxietilentalquileter,

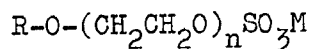
25

b) someter a destilación fraccionada el producto obtenido para conseguir la siguiente distribución del número de moles de las unidades de óxido de etileno agregadas en la que n indica el número medio de moles: n es cero para 5% en peso o menos, n es 1 a 3 para 90% en peso o más, n es 4 o más para 5% en peso o menos,

30

c) sulfatar el producto de la etapa b) utilizando ácido clorosulfónico, anhídrido sulfúrico o 5-sulfuro trióxido y posteriormente neutralizar el sulfato resultante

1 mediante un material alcalino apropiado para obtener las sa
les de sulfato polioxietilenaalquileter de fórmula:



5 donde n es cero para 5% en peso o menos, n es 1 a 3 para -
90% en peso o más, n es 4 o más para 5% en peso o menos y m
es un metal alcalino, un metal alcalino térreo o una alqui-
lol amina donde el grupo alquilol tiene 2 o 3 átomos de car
bono,

10 d) disolver en agua la mezcla obtenida en la -
etapa c) a una concentración de 10 a 40% en peso para obte-
ner una composición de champú líquido, y

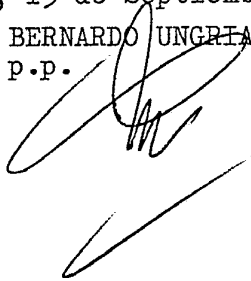
15 e) opcionalmente, combinar el producto de la -
etapa anterior con uno o varios de los siguientes ingredien
tes: una alcanolamida, un agente tensoactivo no iónico, clo-
ruro de sodio, un alcohol superior, y un mistrato isopropi-
lo.

20 2. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solici-
ta: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION
DE CHAMPU LIQUIDO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de dieciseis pá-
ginas mecanografiadas.

25 Madrid, 15 de Septiembre de 1.976

BERNARDO UNGRIA
P.P.



30