

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

(13) ES	(11) NUMERO	(10) A I
(21)	257	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	15-9-76	

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
59/111859/75	16-9-75	JAPON

26-10-77

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C11D;A61K	

(64) TITULO DE LA INVENCION

UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE CHAMPU LIQUIDO TRANSPARENTE.

(71) SOLICITANTE (S)

KAO SOAP CO, Ltd.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

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

(72) INVENTOR (ES)

EIJI IJIMA, HIROSHI WATANABLE y SHIZUO HAYASHI, todos de nacionalidad japonesa, los cuales han cedido sus derechos a la entidad solicitante.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

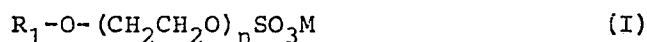
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1

RESUMEN DE LA INVENCION

Una composición de champú que comprende, como componen-
tes críticos: (A) alrededor de 10 a 40 % en peso de un agen-
te tensoactivo aniónico de fórmula (I):

5

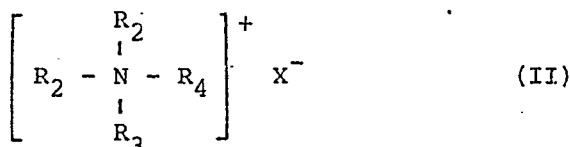


donde R₁ es alquilo de 10 a 18 átomos de carbono, n es el nú-
mero promedio de moles de unidades de óxido de etileno adi-
cionadas y está comprendido entre 1 y 5 por término medio,
con la condición de que el contenido en compuestos donde
n = 0 no es superior al 5 % y M es un metal alcalino o una
amina orgánica y

10

(B) alrededor de 0,1 a 5 % en peso de un agente tensoac-
tivo catiónico de fórmula (II):

15



donde R₂ es alquilo de 16 a 22 átomos de carbono, R₃ y R₄
son alquilos de 1 o 2 átomos de carbono, R₅ es alquilo de 1
o 2 átomos de carbono o bencilo y X es un grupo aniónico.

20

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

Esta invención se refiere a una composición líquida
transparente de champú. Más especialmente, la invención se
refiere a un champú líquido transparente que comunica un
buen acabado al cabello lavado.

25

Descripción de la técnica anterior

Con anterioridad se han preparado champús utilizando
como principal componente un agente tensoactivo aniónico tal
como un alquilsulfato sódico, un alquilsulfato de trietanol-
amina, una sal de sodio o de trietanolamina de un éster de

30

1 ácido polioxietilenaalquil-éter-sulfúrico, una sal potásica
de un ácido graso superior, una sal de trietanolamina de un
ácido graso superior o una alquiloiltaurina sódica e incor-
5 porando a dicho agente tensoactivo aniónico un agente pro-
motor de la espuma tal como una alcanolamida de un ácido
graso superior.

Se considera necesario que los champúes posean una bue-
na propiedad de espumado, buena detergencia y la propiedad
de comunicar un acabado flexible y suave al cabello lavado.
10 En relación con la propiedad espumante y la detergencia, es-
tas propiedades pueden obtenerse fácilmente seleccionando
adecuadamente el tipo y la concentración de agente tensoacti-
vo aniónico y el tipo y la concentración de la alcanolami-
da del ácido graso superior. Sin embargo, los intentos de
15 comunicar flexibilidad y suavidad al cabello lavado no han
sido completamente satisfactorios.

Se ha tratado de incorporar parafina líquida, un alcohol
superior, un éster, otros aceites o grasas, un agente ten-
soactivo anfótero, un agente tensoactivo catiónico o simi-
20 lares a una base de champú de agente tensoactivo aniónico
con objeto de comunicar un acabado flexible y suave al cabe-
llo lavado. Sin embargo, como el objeto fundamental de un
champú es lavar los contaminantes (principalmente consti-
tuídos por aceites y grasas) del cabello y de la piel de la
25 cabeza, es sustancialmente imposible hacer que los componen-
tes oleosos y grasosos del champú permanezcan en el cabello
después del lavado e incluso si queda alguna cantidad de ellos,
esta cantidad es muy pequeña y ejerce poco o ningún efecto
de volver el cabello lavado flexible y manejable.

30 También se ha intentado incorporar un agente tensoactivo

1 anfótero o un agente tensoactivo catiónico a una solución
acuosa de un agente tensoactivo aniónico. Sin embargo, es
difícil obtener una composición transparente e incluso
aunque el aditivo se disuelva a alta temperatura, precipitan
5 cristales cuando la composición se enfría a temperatura baja.
Por consiguiente, no puede obtenerse un champú líquido trans-
parente de valor comercial aceptable. Para aumentar la so-
lubilidad en agua del agente tensoactivo anfótero o catióni-
co para superar el inconveniente citado, se ha tratado de
10 reducir la longitud de la cadena alquílica o utilizar un
aducto de óxido de etileno o introducir dos átomos de nitró-
geno amónico cuaternario en la molécula. Sin embargo, el
aumento de la solubilidad en agua del agente tensoactivo
anfótero o catiónico da lugar a una reducción considerable
15 del efecto suavizante del cabello. Por consiguiente, inclu-
so aunque se obtenga un champú transparente utilizando es-
te agente tensoactivo modificado, el champú no ejerce un
efecto aceptable de suavizamiento del cabello y de volverlo
flexible y manejable.

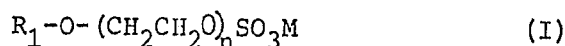
20 COMPENDIO DE LA INVENCION

Hemos descubierto que cuando se disuelve un agente
tensoactivo catiónico específico con un excelente efecto de
volver el cabello flexible en un agente tensoactivo anió-
nico específico, se obtiene un champú capaz de comunicar un
25 buen acabado flexible al cabello lavado y esta solución es
transparente y tiene buena estabilidad a bajas temperaturas.

Más específicamente, de acuerdo con esta invención,
se proporciona una composición de champú que comprende, como
componentes críticos:

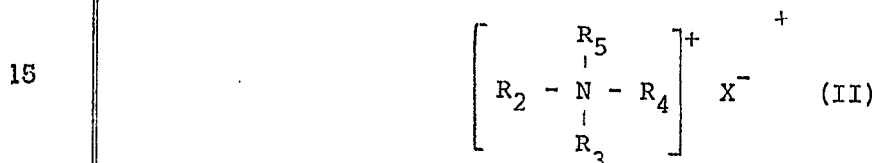
30 (A) Alrededor de 10 a 40 %, preferiblemente 13 a 25 %,

1 en peso de un agente tensoactivo aniónico de fórmula (I):



5 donde R_1 es alquilo de 10 a 18 átomos de carbono, preferiblemente de 12 a 14, n es el número medio de moles de unidades
adicionadas de óxido de etileno y está comprendido entre 1 y 5 por término medio, preferiblemente entre 2 y 4, con la condición de que el contenido de compuestos donde n es 0 no es superior al 5 % y mejor inferior al 4 % aproximadamente y M es un metal alcalino como sodio y potasio o una
10 amina orgánica como mono-, di- o tri-etanolamina y

(B) alrededor de 0,1 a 5 %, preferiblemente de 0,3 a 3 % en peso de un agente tensoactivo catiónico de fórmula
(II):



20 donde R_2 es un grupo alquilo de 16 a 22 átomos de carbono, R_3 y R_4 son grupos alquilo de 1 o 2 átomos de carbono, preferiblemente metilo, R_5 es alquilo de 1 o 2 átomos de carbono, preferiblemente metilo o bencilo y X es un grupo aniónico tal como un átomo de halógeno, v.g. Cl, Br o I o un grupo monoetilsulfato.

25 La sal de polioxiétilen-alquil-éter sulfato de fórmula (I) se prepara habitualmente adicionando un número prescrito de moles de óxido de etileno a un alcohol de cadena larga en presencia de un catalizador, para obtener un polioxiétilen-alquil-éter y después sulfatando y neutralizando el éter por procedimientos convencionales.

30 El número de moles de unidades óxido de etileno adicionado está ampliamente distribuido en la sal de polioxiétilen-

1 alquil-éter-sulfato así preparada y el producto contiene
una cantidad considerable de una sal alquilsulfato a la que
no se ha adicionado en absoluto óxido de etileno. En el ca-
so de productos convencionales preparados utilizando un ca-
5 talizador alcalino, la sal alquilsulfato está contenida en
una proporción de alrededor de 20 a 70 % en peso, aunque es-
ta proporción varía hasta cierto punto con el número de mo-
les promedio de unidades óxido de etileno añadidas.

10 En la sal de polioxietilen-alquil-éter sulfato de
fórmula (I) que se utiliza en esta invención, el contenido
de esta sal en alquilsulfato no debe ser superior al 5 % en peso.
Si este contenido pasa del 5 % en peso, el agente tensoacti-
vo catiónico utilizado en esta invención no puede ser disuel-
to para formar una solución transparente y se produce preci-
15 pitación de cristales a baja temperatura. También es neces-
ario que el número promedio de moles de óxido de etileno adi-
cionado esté comprendido entre 1 y 5 en la sal de polioxieti-
len-alquil-éter-sulfato utilizada en esta invención. Si el
número promedio de moles es superior a 5, la propiedad de for-
20 mación de espuma es drásticamente reducida y se pierde la
propiedad básica de un champú.

25 El agente tensoactivo catiónico de fórmula (II) que
se utiliza en esta invención tiene una solubilidad en agua
mayor y un efecto suavizante del cabello mayor que los agen-
tes tensoactivos catiónicos habitualmente utilizados para el
enjuague del cabello.

30 La composición de champú de esta invención, si se de-
sea, puede contener además las cantidades convencionales de
otros componentes habitualmente incorporados a los champús
corrientes, tales como una alcanolamida de un ácido graso su-

1 perior (normalmente de 1 a 8 % en peso), un agente tenso-
activo no iónico (0,1 a 5 % en peso) tal como un polioxietil-
len-alkil-éter, cloruro sódico (0,1 a 3 % en peso), un
5 componente oleoso (0,1 a 2 % en peso) tal como un alcohol
o miristato de isopropilo, un antioxidante, un agente que-
latante, un absorbente de ultravioleta, un fungicida, un
preservativo, un perfume y un colorante.

10 Esta invención será descrita ahora con detalle ha-
ciendo referencia a los siguientes experimentos y ejemplos
ilustrativos.

EXPERIMENTO 1

 Se ensayaron varios agentes tensoactivos catiónicos
para determinar su efecto suavizante del cabello.

15 Un mechón de cabello humano con un diámetro de 2 cm
y una longitud de 15 cm se sumergió durante 1 minuto en una
solución acuosa al 1,0 % de un agente tensoactivo catiónico.
El mechón de cabello se sacó de la solución acuosa y se
evaluó su flexibilidad de acuerdo con el método de ensayo
organoléptico. Se obtuvieron los resultados indicados en la
20 Tabla I. En esta tabla, los símbolos tienen los siguientes
significados:

⊙ : muy flexible

○ : flexible

△ : ligeramente flexible

X: no flexible en absoluto.

TABLA I

Muestra núm.	Agente tensoactivo catiónico	Evaluación
(1)	$\left[\begin{array}{c} \text{C}_{18}\text{H}_{37} \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} \end{array} \right] \text{N} \begin{array}{l} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_3 \end{array} \quad \text{Cl}^-$	⊙
(2)	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+ \quad \text{Cl}^-$	⊙
(3)	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_2 - \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+ \quad \text{Cl}^-$	○
(4)	$\left[\begin{array}{c} (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n \text{H} \\ \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \\ (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m \text{H} \end{array} \right]^+ \quad \text{Cl}^-$	x
(5)	$\left[\begin{array}{c} \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \qquad \qquad \text{CH}_3 \end{array} \right]^{++} \quad 2\text{Cl}^-$	Δ
(6)	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{12}\text{H}_{25} - \text{N} - \text{CH}_2 - \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+ \quad \text{Cl}^-$	x

1

5

10

15

20

25

30

1 TABLA I

Muestra número	Agente tensoactivo catiónico	
(1)	$\left[\begin{array}{c} \text{C}_{18}\text{H}_{37} \quad \diagdown \quad \text{N} \quad \diagup \quad \text{CH}_3 \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} \quad \diagup \quad \quad \quad \diagdown \quad \text{CH}_3 \end{array} \right]^+$	Cl^-
(2)	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+$	Cl^-
(3)	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_2 - \text{C}_6\text{H}_5 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+$	Cl^-
(4)	$\left[\begin{array}{c} (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n \text{H} \\ \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \\ (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m \text{H} \end{array} \right]^+$	Cl^-
(5)	$\left[\begin{array}{c} \text{C}_{18}\text{H}_{37} - \text{N} - \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \qquad \qquad \text{CH}_3 \end{array} \right]^{++}$	2Cl^-
(6)	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{12}\text{H}_{25} - \text{N} - \text{CH}_2 - \text{C}_6\text{H}_5 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+$	Cl^-

1
5
10
15
20
25
30

TABLA I

<u>catiónico</u>	<u>Evaluación</u>
Cl^-	⊙
Cl^-	⊙
Cl^-	○
Cl^-	x
$\left. \begin{array}{l} - \text{CH}_3 \\ 3 \end{array} \right\} \begin{array}{l} ++ \\ 2\text{Cl}^- \end{array}$	△
Cl^-	x

1 Entre las muestras descritas en la Tabla I, las
muestras 1, 2 y 3 son excelentes en su efecto suavizante del
cabello. La Muestra 1 es esencialmente insoluble en agua y
no puede ser utilizada para preparar champú transparente. Las
5 Muestras 4, 5, 6 y 7 pueden ser incorporadas a los champús
convencionales sin daño para la transparencia pero son muy
inferiores en su efecto suavizante del cabello y el objeto
pretendido de esta invención no puede conseguirse utilizándo-
las. Las Muestras 2 y 3 ejercen un buen efecto suavizante del
10 cabello y son sustancialmente solubles en agua. Sin embargo,
es difícil incorporarlas a las bases convencionales de agen-
te tensoactivo aniónico sin daño para la transparencia y sin
producir precipitación de cristales en las composiciones re-
sultantes a la temperatura ambiente.

15 Con objeto de incorporar un agente tensoactivo catióni-
co como la muestra 2 o 3 a un champú a base de agente tensoac-
tivo aniónico y obtener una composición de champú líquido trans-
parente capaz de dar un buen tacto flexible al cabello lava-
do, es crítico utilizar un agente tensoactivo aniónico especial
20 como el especificado en esta invención.

EXPERIMENTO 2

25 Se estudió la compatibilidad del agente tensoactivo
catiónico 2 del Experimento 1, que está incluido dentro de es-
ta invención, con diversos agentes tensoactivos aniónicos.

30 El agente tensoactivo catiónico 2 se disolvió calen-
tándolo, en una proporción del 1 % en peso, en una solución
acuosa al 20 % de un agente tensoactivo aniónico indicado a
continuación. La solución se dejó en reposo durante 3 días en
una vasija a temperatura constante mantenida a -5°C y se exa-
minó la transparencia. Se obtuvieron los resultados indicados

1 en la Tabla II.

TABLA II

	<u>Agente tensoactivo aniónico</u>	<u>Transparencia</u>
5	Polioxietilen-lauril-éter-sulfato sódico (el número molar promedio de unidades de óxido de etileno adicionado fué 3,3, n = 0, siendo el contenido del 32 % en peso)	cristales opacos precipitados
	Polioxietilen-lauril-éter-sulfato sódico (el número molar promedio de unidades de óxido de etileno adicionado fué 3,8, n = 0 siendo el contenido del 3,0 % en peso)	transparente
10	Laurilsulfato de trietanolamina	cristales opacos precipitados
	Laurato de trietanolamina	cristales opacos precipitados

EJEMPLO 1

15	Polioxietilen-lauril-éter-sulfato sódico (el número molar promedio de unidades óxido de etileno adicionado era 3,5, n = 0 y el contenido 4 % en peso)	20 % en peso
	Cloruro de esteariltrimetilamonio	1,0 % en peso
	Dietanolamida de ácido graso del coco	4,5 % en peso
20	Perfume y colorante	cantidades minoritarias
	Agua desionizada	74,5 % en peso

Los componentes anteriores se mezclan y calientan para formar una solución. La solución se enfría y se introduce en un frasco. El champú así formado es transparente incluso después de haber sido mantenido durante un mes a -5°C. El

25 cabello lavado empleando este champú era muy suave y flexible

EJEMPLO 2

30	Polioxietilen-lauril-éter-sulfato sódico (el número molar promedio de unidades óxido de etileno adicionado era 2,5, n = 0 y el contenido 5,0 % en peso)	15,0 % en peso
----	---	----------------

1	Cloruro de estearildimetilbencilamonio	0,5 % en peso
	Lauroildietanolamida	5,0 % en peso
	Perfume y colorante	cantidades minoritarias
	Agua desionizada	79,5 % en peso.

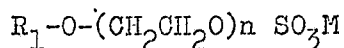
5 Los componentes anteriores se transforman en un champú. El champú así formado es transparente incluso después de haber sido mantenido durante un mes a -5°C . El cabello lavado empleando este champú era muy suave y flexible.

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

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de una composición de champú líquido transparente, caracterizado porque consiste en las siguientes etapas:

- 15 a) hacer reaccionar un alcohol de 10 a 18 átomos de carbono, con un número prescrito de moles de óxido de etileno, en presencia de un catalizador, para obtener un polioxietilen-alquil-éter;
- 20 b) destilar el polioxietilen-alquil-éter de la etapa anterior a fin de que tenga un contenido de alcohol sin reaccionar de 5% en peso o menos y un número de moles medio de óxido de etileno añadido entre 1 y 5;
- 25 c) sulfatar y neutralizar el éter obtenido en la etapa a), para preparar una sal de polioxietilen-alquil-éter sulfato de fórmula:



30 donde R_1 es alquilo de 10 a 18 átomos de carbono, n es el número promedio de unidades de óxido de etileno adicionado y está comprendido entre 1 y 5, con la condición de que el

1 compuesto donde n es 0 se encuentra en una proporción de
0 a 5 % en peso sobre el peso total del componente de la
etapa c) y M es un metal alcalino o una amina orgánica

5 d) combinar alrededor de 10 a 40% en peso del produc-
to obtenido en la etapa anterior con alrededor de
0, la más de 5% en peso de un agente tensoactivo
catiónico de fórmula



donde R₂ es alquilo de 16 a 22 átomos de carbono, R₃ y R₄
son metilo o etilo, R₅ es metilo, etilo o bencilo y X es
cloro, bromo, yodo o monoetilsulfato

15 y agregar agua hasta el volumen deseado

20 e) opcionalmente, combinar el resultado de la etapa
anterior con uno o varios de los ingredientes
que se citan a continuación: una alcanolamida,
un agente tensoactivo no iónico, cloruro sódico,
un alcohol superior, miristato de isopropilo y
agua.

25 2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, don-
de la proporción de componente de la etapa c) es de 13 a 25
% en peso y la proporción de componente de la etapa d) es
de 0,3 a 3 % en peso.

3. Un procedimiento según la Reivindicación 2,
donde R₁ contiene de 12 a 14 átomos de carbono, n es de 2
a 4 y el contenido de compuesto donde n es 0 es inferior al
4 % del peso total de componente de la etapa c).

30 4. Un procedimiento según la Reivindicación 2, don-

1 de R₃, R₄ y R₅ son metilo.

5. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde la composición contiene de 1 a 8 % en peso de una alcanolamida de un ácido graso superior o de 0,1 a 5 % en peso de un agente tensoactivo no iónico o de 0,1 a 3 % en peso de cloruro sódico o de 0,1 a 2 % en peso de un alcohol superior o miristato de isopropilo o combinaciones de estos componentes.

6. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
10 UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE CHAM-
PU LIQUIDO TRANSPARENTE.

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

Madrid, 15 septiembre 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.P.

20

25

30