



— ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	451.564		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			15-9-76		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO		16-9-75		Japón
	50/111860/45				

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C11D		

64	TITULO DE LA INVENCION
	UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE CHAMPU LIQUIDA; MUY VISCOSA Y TRANSPARENTE

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.

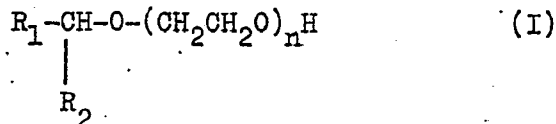
73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

CONCEDIDA

18 OCT. 1977

1 Una composición de champú líquido muy viscosa
y transparente, que comprende, como componentes críticos,
(A) de aproximadamente 1 a aproximadamente 10% en peso de
un polioxietilenaalquiléter que tiene la fórmula (I):



5 donde R_1 es alquilo que tiene de 8 a 14 átomos de carbono,
10 R_2 es hidrógeno o alquilo que tiene de 1 a 7 átomos de car-
bono y n indica el número de moles de unidades de óxido de
etileno añadidas y su distribución es como sigue:

$n = \text{cero a uno} : \text{hasta } 10\%$

$n = 2 \text{ a } 4 : \text{por lo menos } 90\%$, con la condición
15 de que n es igual a 3 por lo menos
50%, y

$n \geq 5 : \text{hasta } 10\%$,

y (B) de aproximadamente 5 a aproximadamente 40% en peso de
20 sal de alquilolamina de sulfato de alquilo en la cual el nú-
mero de átomos de carbono del grupo alquilo está en el in-
tervalo de 11 a 15 y el número de átomos de carbono del gru-
po alquilol es 2 ó 3.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

CAMPO DE LA INVENCION

25 La presente invención se refiere a una composi-
ción de champú para el cabello líquida, muy viscosa y trans-
parente.

DESCRIPCION DE TECNICAS ANTERIORES

30 Los alquilsulfatos de alquilolaminas se utili-
zan comunmente como surfactantes en los champús líquidos. Es

1 ta clase de surfactantes posee la propiedad de dar mucha es-
puma y da mejor acabado en el lavado que otros agentes su-
perficialmente activo, por ejemplo los polioxietilenaquil-
etersulfatos de sodio, los 2-alquil-N-carboximetil-N-carboxi
5 etilimidazolinio betainas, nonilfenileter y sus sulfatos.

Si un champú no tiene una viscosidad adecuada, escapa fácilmente de la palma de la mano del usuario y su aplicación se hace difícil. Por eso, para aumentar el valor comercial de los champús, es necesario proporcionarles algo con una viscosidad elevada adecuada. En general se utiliza
10 un polímero hidrosoluble o una alquilolamida de un ácido graso superior en las composiciones de champú con este propó-
sito.

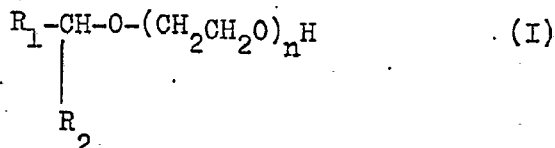
Se sabe que aumenta la viscosidad y se potencia la capacidad de dar espuma si se incorpora un alcohol superior o un polioxietilenaquil (1-5)-éter a alquilsulfatos de alquilolamina o surfactantes aniónicos. Sin embargo, en todos los casos, tiene lugar una precipitación a baja temperatura y no pueden emplearse satisfactoriamente tales com-
15 puestos como componentes de un champú transparente.

20 RESUMEN DE LA INVENCION

Los solicitantes han descubierto que puede obte-
nerse champú líquido de elevada viscosidad y transparente por adición de un polioxietilenaquileter a una sal de alqui-
25 lolamina de alquilsulfato, suponiendo que se mantenga la dis-
tribución del número de moles de las unidades del óxido de etileno añadido al polioxietilenaquileter dentro de límites críticos.

Más específicamente, según la presente inven-
30 ción se proporciona una composición de champú líquido muy

1 viscosa, transparente, que comprende como componentes críticos, (A) de aproximadamente 1 a aproximadamente 10% en peso, preferiblemente de 3 a 6% en peso, de un polioxietilenaalquil-
éter que tiene la fórmula (I):



10 donde R_1 es alquilo que tiene de 8 a 14 átomos de carbono, R_2 es hidrógeno o alquilo que tiene de 1 a 7 átomos de carbono, y n indica el número de moles de las unidades de óxido de etileno añadidas y su distribución es como sigue:

$n = \text{cero a uno} : \text{hasta } 10\%, \text{ sobre el peso total de componente A,}$

15 $n = 2 \text{ a } 4 : \text{al menos } 90\%, \text{ con la condición de que al menos un } 50\% \text{ del peso total del componente A consiste en compuestos en que } n \text{ es } 3,$

$n \geq 5 : \text{hasta } 10\%, \text{ sobre el peso total del componente A,}$

20 y (B) desde aproximadamente 5 a aproximadamente 40% en peso, preferiblemente de 8 a 25% en peso, de una sal de alquilolamina de alquilsulfato en la que el número de átomos de carbono del alquilo está en el intervalo de 11 a 15 y el número de átomos de carbono de la alquilolamina es 2 ó 3.

25 Si se desea, la composición de champú de la presente invención puede contener además otros ingredientes convencionales de las composiciones de champú para el cabello empleados en cantidades convencionales, tales como una alquilclamida de ácido graso superior (1 a 5 por ciento en
30

1 peso), urea (3 a 6 por ciento en peso), un poliol (1 a 10
por ciento en peso) tal como propilenglicol o glicerina, un
antioxidante, un absorbedor de ultravioleta, un preservan-
te, un agente de quelación, un perfume y un colorante. Ade-
5 más se puede incorporar a la composición de champú de la
presente invención con objeto de potenciar la actividad de
lavado, además de alquilsulfato de alquilolamina, otros sur-
factantes, por ejemplo, una sal de sodio o una sal de alqui-
lolamina de un polioxietilenaalquiléter, alquilsulfato de so-
10 dio o alquiloiltaurina sódica.

La presente invención se describe a continua-
ción con más detalles con referencia a los siguientes expe-
rimentos y ejemplos ilustrativos.

Experimento 1

15 Se examina la influencia de la adición de polio-
xietilenaalquiléteres, que tienen diferentes números de moles
de unidades de óxido de etileno añadidas, sobre la viscosi-
dad, estabilidad a baja temperatura y capacidad de formación
de espuma de una solución acuosa al 16% en peso de lauril-
20 sulfato de trietanolamina.

Se rectifica un polioxietilenaaurileter que tie-
ne como media 5 moles de unidades de óxido de etileno añadi-
do (abreviado como "EO") para obtener fracciones que tengan
cero, uno, 2, 3, 4 y 5 moles de EO, respectivamente, como se
25 indica en la Tabla 1. El alcohol de partida se ensaya en si
como la fracción en que EO = cero. Se analiza cada fracción
por cromatografía de gases para determinar su pureza. La
distribución del número de átomos de carbono en el alcohol
es como sigue:

30 C₁₀ : 2,1 % en peso

1

C₁₂ : 95,2 % en peso
C₁₄ : 2,7 % en peso

Tabla 1

5

<u>Fracción Nº</u>	<u>Número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas</u>	<u>Contenido (% en peso) de compuestos que tie- nen el número de moles especificado de unida- des de óxido de etile- no añadidas</u>
1	cero	100 %
2	uno	98,2 %
3	2	96,7
4	3	95,4
5	4	96,1
6	5	95,2

10

15

Los resultados de los ensayos se presentan en la
Tabla 2.

20

25

30

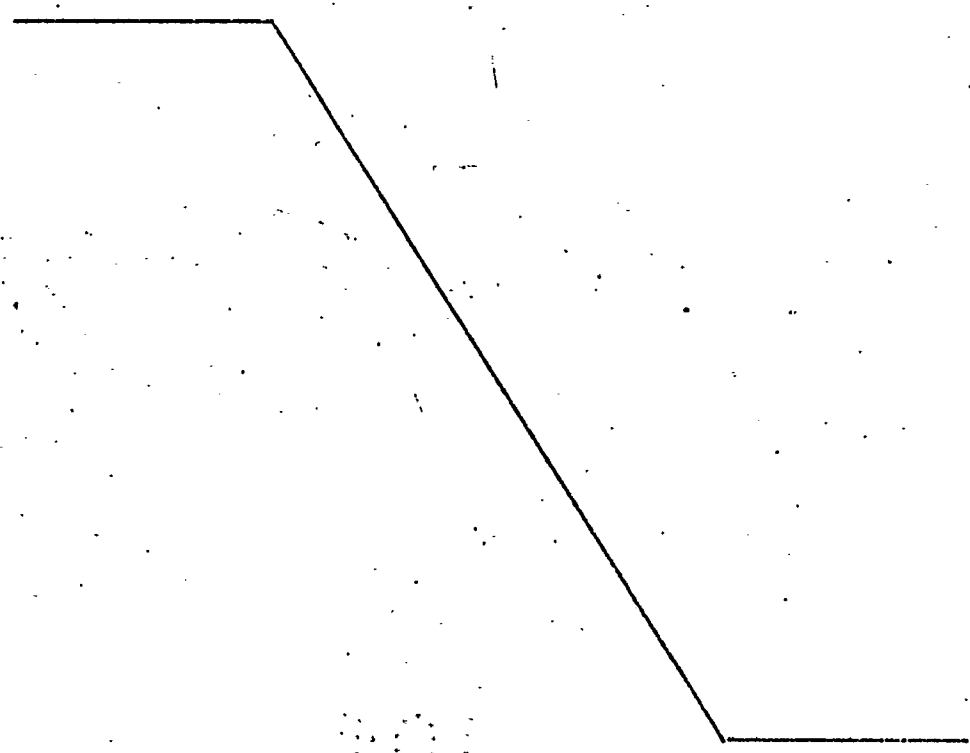


Tabla 2

Aditivo	Cantidad añadida (% en peso)	Viscosidad (cps)	Estabilidad a baja temperatura (-5°C/1 mes) ^x	Capacidad de formación de espuma
Laurildietanolamida	2	4,7	0	0
	4	7,5	0	0
	6	39,5	0	0
	8	440	0	0
Laurilalcohol (Fracción 1)	2	-	X	0
	4	no disuelto	X	-
Laurilglicoleter (Fracción 2)	2	6,4	X	0
	4	281	X	0
	6	908	X	0
	8	no disuelto	X	-
Laurildietilenglicoleter (Fracción 3)	2	5,3	0	0
	4	33,6	0	0
	6	6780	X	0
	8	4400	X	0
Lauriltrienglicoleter (Fracción 4)	2	4,8	0	0
	4	8,5	0	0
	6	66,9	0	0
	8	1058	0	0
Lauriltetraetilenglicol eter (Fracción 5)	2	4,6	0	0
	4	6,0	0	0 - Δ
	6	13,5	0	0 - Δ
	8	61,8	0	0 - Δ

1

5

10

15

20

25

30

1

Tabla 2

	<u>Aditivo</u>	<u>Cantidad añadida (% en peso)</u>	<u>Viscosi (cps)</u>
5	Lauroildietanolamida	2	4,7
		4	7,5
		6	39,5
		8	440
	Laurilalcohol (Fracción 1)	2	-
10		4	no disuel
	Laurilglicoleter (Fracción 2)	2	6,4
		4	281
		6	908
		8	no disuel
15	Laurildietilenglicoleter (Fracción 3)	2	5,3
		4	33,6
		6	6780
		8	4400
	Lauriltriethylenglicoleter (Fracción 4)	2	4,8
20		4	8,5
		6	66,9
		8	1058
	Lauriltetraethylenglicol eter (Fracción 5)	2	4,6
		4	6,0
25		6	13,5
		8	61,8

30

Tabla 2

	<u>Cantidad añadida</u> <u>(% en peso)</u>	<u>Viscosidad</u> <u>(cps)</u>	<u>Estabilidad a</u> <u>baja temperatura</u> <u>(-5°C/1 mes)^{II}</u>	<u>Capacidad de</u> <u>formación de</u> <u>espuma ^{III}</u>
	2	4,7	0	0
	4	7,5	0	0
	6	39,5	0	0
	8	440	0	0
1)	2	-	X	0
	4	no disuelto	X	-
ión 2)	2	6,4	X	0
	4	281	X	0
	6	908	X	0
	8	no disuelto	X	-
	2	5,3	0	0
	4	33,6	0	0
	6	6780	X	0
	8	4400	X	0
ar	2	4,8	0	0
	4	8,5	0	0
	6	66,9	0	0
	8	1058	0	0
	2	4,6	0	0
	4	6,0	0	0 - Δ
	6	13,5	0	0 - Δ
	8	61,8	0	0 - Δ

1

Notas

■ : Estabilidad a baja temperatura

0 : transparente

X : opaco

5

■ : Capacidad de formación de espuma

10

Se echan en un vaso de precipitados con pico, que tiene un diámetro de 5 cm y una altura de 130 cm, 400 cc de una solución de muestra, una pieza de tela contaminada (muselina de lana contaminada con 46 - 63 mg de alcohol de lanolina) y 20 bolas de goma, con un peso cada una de 1,6 g. Se agita el contenido del vaso a 42 rpm durante 15 minutos. Diez minutos después de la terminación de la agitación, se mide la altura de la espuma y se determina la capacidad de formación de espuma según la siguiente escala:

15

θ : altura de espuma de más de 90 mm

0 : altura de espuma de 80 - 90 mm

Δ : altura de espuma de 50 - 80 mm

X : altura de espuma de menos de 50 mm

20

De los resultados mostrados en la Tabla 2, se puede deducir que en el caso de productos simples, la viscosidad puede incrementarse, mientras que se mantiene la transparencia, cuando el número de moles de unidades de óxido de etileno añadidas es 3 ó más en el polioxietilenaquíter; el aducto de 2-moles puede añadirse en una cantidad hasta 4%; y que el efecto de aumento de la viscosidad en el aducto de 4 moles es bajo y se degrada la capacidad de formación de espuma en alguna extensión.

25

30

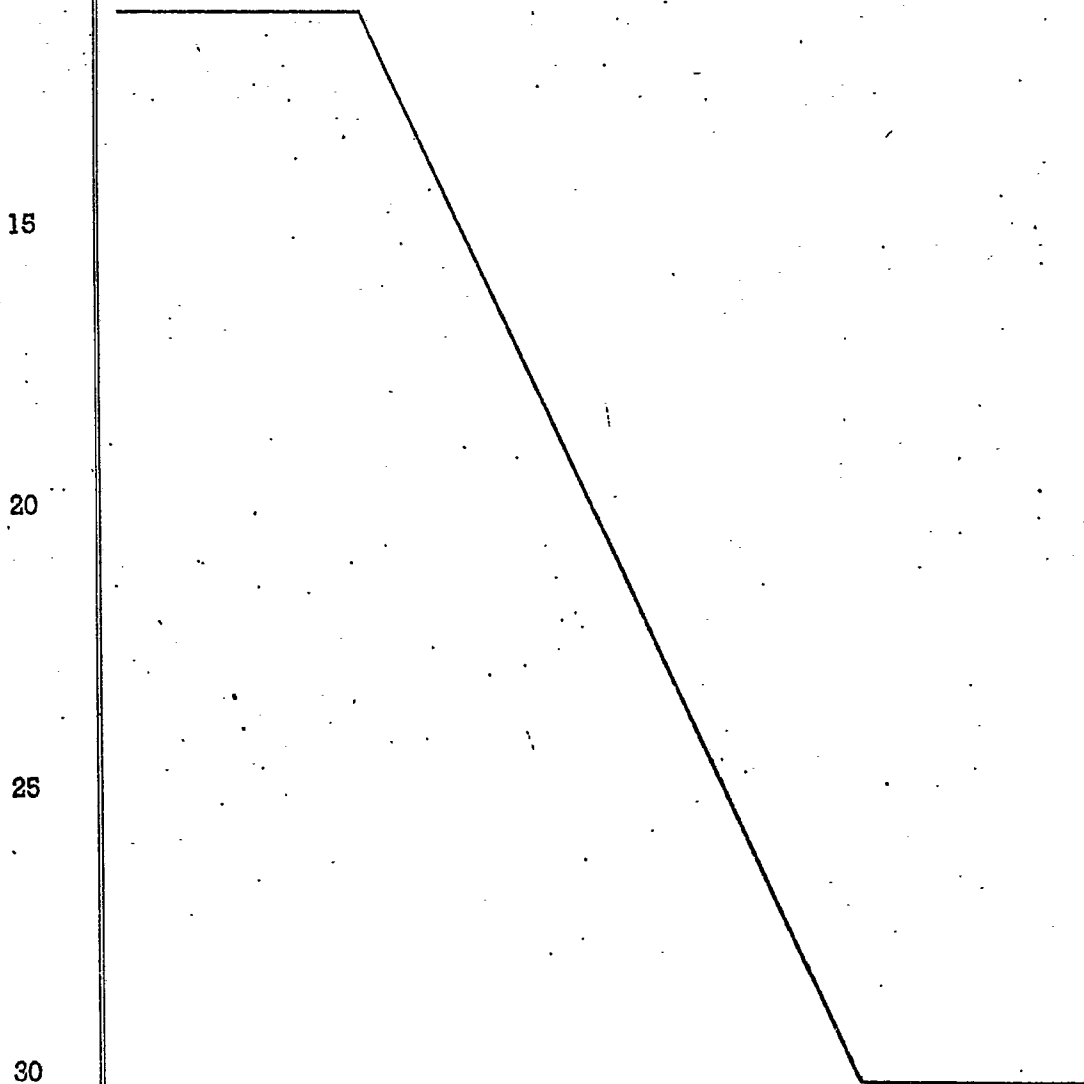
Se prefiere más el aducto de 3-moles porque tiene un efecto de aumento de viscosidad elevada y proporciona

1 excelente estabilidad a baja temperatura y capacidad de formación de espuma.

Experimento 2

5 En el Experimento 1 se confirma que el aducto de EO = 3 es el preferido como agente de elevación de viscosidad para el laurilsulfato de trietanolamina. En este Experimento, se examina el efecto de la pureza del aducto de 3-moles. Estos ensayos se llevan a cabo sobre soluciones acuosas al 16% en peso de laurilsulfato de trietanolamina. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

10



15

20

25

30

Tabla 3

	Relación en peso de polioxietileno lauriléter			Cantidad total añadida (% en peso)	Viscosidad	Estabilidad a baja temperatura	Capacidad de espuma
	EO=2	EO=3	EO=4				
1	100	0	-	4	33,6	0	0
5	50	50	-	4	14,2	0	0
	0	100	-	4	8,5	0	0
10	100	0	-	6	6780	X	0
	50	50	-	6	425	0	0
	0	100	-	6	66,9	0	0
15	100	0	-	8	4400	X	0
	50	50	-	8	2100	0	0
	0	100	-	8	1058	0	0
	-	100	0	4	8,5	0	0
	-	50	50	4	7,3	0	0
	-	0	100	4	6,0	0	0-Δ
20	-	100	0	6	66,9	0	0
	-	50	50	6	27,2	0	0
	-	0	100	6	13,5	0	0-Δ
25	-	100	0	8	1058	0	0
	-	50	50	8	292	0	0
	-	0	100	8	61,8	0	0-Δ

Tabla 3

	<u>Relación en peso de polioxietilenlaurileter</u>			<u>Cantidad total añadida (% en peso)</u>	<u>Viscosidad</u>
	<u>EO=2</u>	<u>EO=3</u>	<u>EO=4</u>		
1					
5	100	0	-	4	33,6
	50	50	-	4	14,2
	0	100	-	4	8,5
	100	0	-	6	6780
10	50	50	-	6	425
	0	100	-	6	66,9
	100	0	-	8	4400
	50	50	-	8	2100
	0	100	-	8	1058
15	-	100	0	4	8,5
	-	50	50	4	7,3
	-	0	100	4	6,0
	-	100	0	6	66,9
	-	50	50	6	27,2
20	-	0	100	6	13,5
	-	100	0	8	1058
	-	50	50	8	292
	-	0	100	8	61,8
25					
30					

Tabla 3

<u>Cantidad total añada (% en peso)</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Estabilidad a baja temperatura ^m</u>	<u>Capacidad de espuma ^{ax}</u>
4	33,6	0	0
4	14,2	0	0
4	8,5	0	0
6	6780	X	0
6	425	0	0
6	66,9	0	0
8	4400	X	0
8	2100	0	0
8	1058	0	0
4	8,5	0	0
4	7,3	0	0
4	6,0	0	0 - Δ
6	66,9	0	0
6	27,2	0	0
6	13,5	0	0 - Δ
8	1058	0	0
8	292	0	0
8	61,8	0	0 - Δ

1

Notas

■ : Evaluado como se describe en el Experimento 1.

■ ■ : Evaluado como se describe en el Experimento 1.

5

Experimento 3

En este Experimento, se examinan los contenidos permisibles de aductos de EO = 1 y EO = 5 en el polioxietileno lauriléter por el mismo procedimiento descrito en el Experimento 1. Los resultados se presentan en la Tabla 4.

10

	<u>Muestra (A)</u>	<u>Muestra (B)</u>
EO = 2	50 %	-
EO = 3	50 %	50 %
EO = 4	-	50 %

15

20

25

30

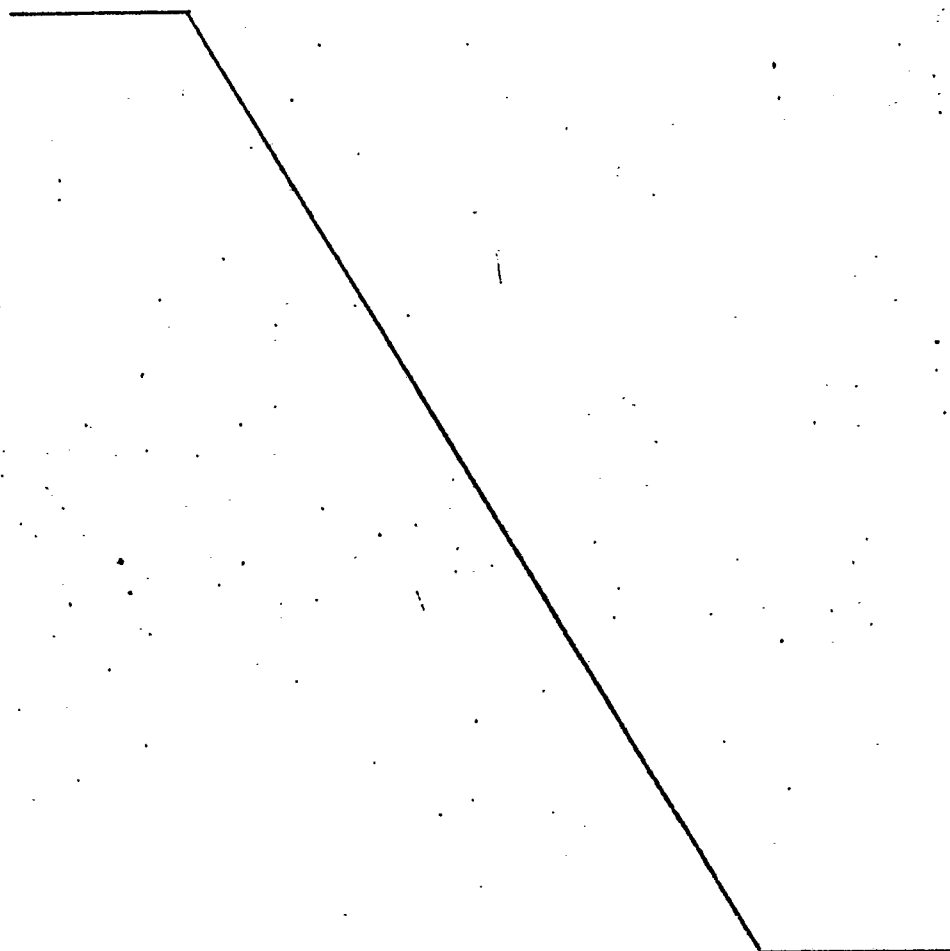


Tabla 4

Cantidad total añadida (%)	0			1			5			A			B			Estabilidad a baja temperatura	Capacidad de for- mación de espuma
	0	1	5	0	1	5	0	1	5	0	1	5	0	1	5		
4	10	-	-	-	-	-	90	-	-	-	-	-	-	-	X	0	
4	-	10	-	-	-	-	90	-	-	-	-	-	-	-	0	0	
4	5	10	-	-	-	-	85	-	-	-	-	-	-	-	X	0	
6	10	-	-	-	-	-	90	-	-	-	-	-	-	-	X	0	
6	-	10	-	-	-	-	90	-	-	-	-	-	-	-	0	0	
6	5	10	-	-	-	-	85	-	-	-	-	-	-	-	X	0	
6	-	15	-	-	-	-	85	-	-	-	-	-	-	-	0-Δ	0	
8	10	-	-	-	-	-	90	-	-	-	-	-	-	-	X	0	
8	-	10	-	-	-	-	90	-	-	-	-	-	-	-	0	0	
8	5	10	-	-	-	-	85	-	-	-	-	-	-	-	X	0	
8	-	15	-	-	-	-	85	-	-	-	-	-	-	-	0-Δ	0	
6	-	-	10	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	0	0	
6	-	-	-	15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0	0-Δ	
6	-	-	-	-	20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0	0-Δ	

1

5

10

15

20

25

30

0.4.4.4

Tabla 4

	<u>Cantidad total añadida (%)</u>	<u>0</u>	<u>1</u>	<u>5</u>	<u>A</u>	<u>B</u>
1						
	4	10	-	-	90	-
5	4	-	10	-	90	-
	4	5	10	-	85	-
	6	10	-	-	90	-
	6	-	10	-	90	-
	6	5	10	-	85	-
10	6	-	15	-	85	-
	8	10	-	-	90	-
	8	-	10	-	90	-
	8	5	10	-	85	-
	8	-	15	-	85	-
15	6	-	-	10	-	90
	6	-	-	15	-	85
	6	-	-	20	-	80
20						
25						
30						

Tabla 4

<u>0</u>	<u>1</u>	<u>5</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>Estabilidad a</u> <u>baja temperatura</u> ⁸	<u>Capacidad de for-</u> <u>mación de espuma</u> ^{8/8}
0	-	-	90	--	X	0
-	10	-	90	-	0	0
5	10	-	85	-	X	0
0	-	-	90	--	X	0
-	10	-	90	--	0	0
5	10	-	85	--	X	0
-	15	-	85	--	0-Δ	0
0	-	-	90	--	X	0
-	10	-	90	--	0	0
5	10	-	85	--	X	0
-	15	-	85	--	0-Δ	0
-	-	10	-	90	0	0
-	-	15	-	85	0	0-Δ
-	-	20	-	80	0	0-Δ

1 Notas

n : Evaluado como se describe en el Experimento 1.

nn : Evaluado como se describe en el Experimento 1.

5 De los resultados mostrados en la Tabla 4, se deduce facilmente que puede incorporarse un compuesto que tenga EO = 0 a 1 ó EO = 5 sin seria desventaja en cantidades hasta 10% en peso.

Ejemplo 1

10	Laurilsulfato de trietanolamina	16,0 % en peso
	Polioxietilenlauriléter	4,0 % en peso
	(Distribución de EO:	
	n = 0 : 0% en peso	
	n = 1 : 3,0 % en peso	
	n = 2 : 24,2 % en peso	
15	n = 3 : 53,3 % en peso	
	n = 4 : 18,1 % en peso	
	n = 5 : 1,4 % en peso)	
	Urea	6,0 % en peso
	Tetraacetato de tetrasodio etilendiamina	0,3 % en peso
20	Perfume y colorante	pequeñas cantidades
	Agua desionizada	73,7 % en peso

25 Un champú que tiene la anterior composición tiene una elevada capacidad de formación de espuma y no pierde transparencia incluso a -5°C. La viscosidad del champú es de 500 cps medida a 30°C.

Ejemplo 2

30	Laurilsulfato de trietanolamina	9,0 % en peso
	Polioxietilenlauriletersulfato de trietanolamina	9,0 % en peso
	Dietanolamida del ácido graso de coco	1,0 % en peso

1	Polioxietilenlaurileter	3,0 % en peso
	(Distribución de EO:	
	n = 0 : 0 % en peso	
	n = 1 : 5,0 % en peso	
5	n = 2 : 12,5 % en peso	
	n = 3 : 81,4 % en peso	
	n = 4 : 4,6 % en peso	
	n = 5 : 1,0 % en peso)	
	Benzoato de sodio	0,5 % en peso
10	Tetraacetato de tetrasodioetilendiamina	0,3 % en peso
	Perfume y colorante	pequeñas cantidades
	Agua desionizada	77,2 % en peso

15 Un champú que tiene la anterior composición posee una alta capacidad de formación de espuma y no pierde transparencia incluso a -5°C. La viscosidad del champú es de 430 cps medida a 30°C.

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

20 REIVINDICACIONES

1.- Un procedimiento para la preparación de una composición de champú líquida, muy viscosa y transparente, que consiste en:

25 a) disolver aproximadamente de 5 a 40% en peso de la composición de (B) una sal de alquilolamina de alquil sulfato en agua de 60 a 65°C.

30 b) adicionar aproximadamente de 1 a 10% en peso de la composición de (A) un polioxietilen alquil éter, manteniendo la solución obtenida a 60-65°C.

1 c) después, combinar la solución resultante con
aditivos opcionales tales como alquilolamidas de ácidos
grasos superiores, urea, propilenglicol, glicerina, fungi-
cidas y adsorbentes ultravioleta y,

5 d) después, enfriar la solución resultante a
40-45°C y combinarla con un perfume o pigmento.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde la cantidad de componente A es de 3 a 6 por ciento
en peso, y la cantidad de componente B es de 8 a 25 por
10 ciento.

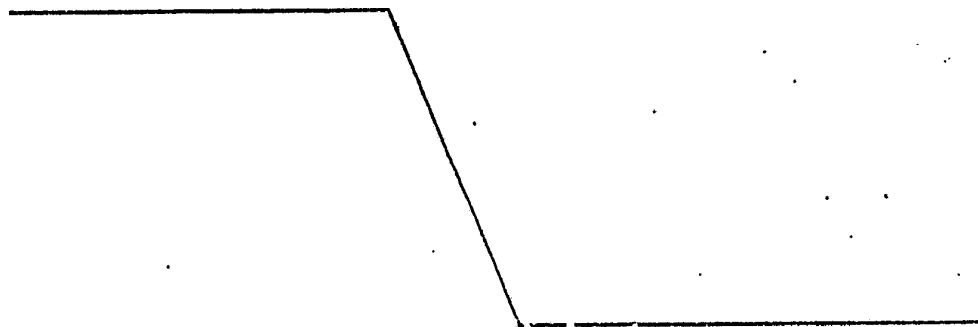
3.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde las proporciones de aditivos opcionales en la etapa
c) son: de 1 a 5 por ciento en peso de una alquilolamida
de un ácido graso superior, ó de 3 a 6 por ciento en peso
15 de urea, ó de 1 a 10 por ciento en peso de propilenglicol
o glicerina, o combinaciones de los mismos.

4.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde el componente A es polioxietilenlauriléter y el com-
ponente B es laurilsulfato de trietanolamina.

20 5.- Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se soli-
cita: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSI-
CION DE CHAMPU LIQUIDA; MUY VISCOSA Y TRANSPARENTE.

25

30



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

Madrid, 15 septiembre 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.P.



5

10

15

20

25

30