

4 ABR. 1978

ES

NUMERO

454.457

A I

FECHA DE PRESENTACION

21-12-1976



**CONCEDIDA**

**PATENTE DE INVENCION**

P.- 64.804

Case T-540

Order Letter 2 38

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
643.305	22-12-75	E.U.A.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL A61K	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION

"UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE CHAMBU ACUOSA"

71 SOLICITANTE (S)

THE GILLETTE COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Prudential Tower Building, Boston, Massachusetts, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)

Andrew Witold Finkstein y Marie Elizabeth Ardita

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ

**CADUCADO**

**POOR  
QUALITY**

Esta invención se relaciona con composiciones de champú acuosas que consisten de mezclas de surfactantes aniónicos, no iónicos anfotéricos especificados y que tienen niveles deseablemente elevados de limpieza y formación de espuma mientras que al mismo tiempo exhiben bajos niveles de irritación de los ojos.

Desde hace mucho tiempo la mira de aquellos dedicados al desarrollo y formulación de productos de champú para usarse en el cabello humano ha sido lograr el equilibrio mejor posible de los criterios percibidos y usados por el consumidor como medidas de satisfacción del producto.

Uno de estos criterios es la capacidad de un champú para limpiar el cabello y el cuero cabelludo hasta el grado apropiado, no dejando las fibras del cabello revestidas con residuo de sebo detectable como resultado de una detergencia insuficiente y dejándolas completamente lavadas y semejantes a paja como resultado de una remoción demasiado completa de los aceites naturales.

Otro de los criterios que usa el consumidor como una me-

dida de satisfacción para la evaluación de un producto de champú es sus características de formación de espuma. Es deseable que una cantidad relativamente pequeña de champú, cuando se coloca en el cabello húmedo, genere rápidamente un gran volumen de espuma densa, cremosa y lubricante que sea estable a través del procedimiento de lavado con champú.

Son también importantes las consideraciones estéticas en la formulación de los productos de champú. No solamente debe una formulación retener su integridad de composición para evitar cualquier necesidad de agitarse antes de usarse sino que es también deseable poder ofrecer al consumidor un producto que es cristalino como el agua y que puede colorearse atractivamente para empacarse en envases transparentes.

Otro requisito muy importante para el desarrollo de los productos tales como champú de cabello que se destinan a usarse cerca de los ojos es que el potencial para picazón o irritación como resultado de la infiltración accidental durante el uso, se reduzca al mínimo.

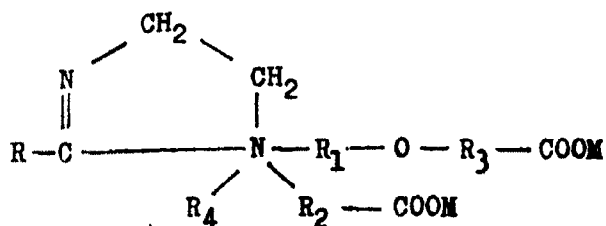
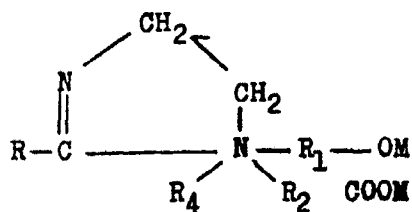
Aún cuando varios tipos de surfactantes que se han empleado en la formulación de champús exhiben propiedades satisfactorias en una o más de las áreas anteriormente citadas, ningún sólo tipo ha proporcionado una combinación completamente satisfactoria de todas las propiedades. Es debido a esta razón que se continuo dedicando gran cantidad de esfuerzo a la búsqueda de mezclas de agentes tensioactivos que posean todos los atributos deseables en

un champú ideal.

Una clase de surfactante de interés específico en la formulación de composición de champú que tienen un potencial de irritación de los ojos reducido es los amfolitos especialmente varios compuestos de amonio cuaternario derivados de las imidazolinas 2-alquil-substituidas. Gran esfuerzo se ha dedicado al desarrollo de mezclas de estos derivados de imidazolina con una variedad de otros surfactantes para mejorar su detergencia, propiedades formadores de espuma y facilidad de formulación sin afectar su suavidad inherente. Véanse por ejemplo, las Patentes Norteamericanas Números 3,156,656; 3,341,460; y 3,723,360.

Se ha descubierto que los champús que tienen un potencial de irritación de los ojos muy bajo junto con excelentes características de formación de espuma y de limpieza se pueden preparar combinando en proporciones especificadas (1) un surfactante amfolítico que consiste de una imidazolina 2-alquil-substituida, (2) un surfactante no iónico que consiste de un copolímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno y (3) un surfactante aniónico que consiste de un sulfato de éter de alcohol.

Los compuestos de imidazolina que se ha encontrado que son útiles para lograr los objetos anteriormente citados incluyen aquellos que tienen las siguientes estructuras:



en donde

R es un grupo de hidrocarburo que tiene de 4 a 18 átomos de carbono.

R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> se seleccionan del grupo que consiste de

- (a) grupos de hidrocarburo alifático de 1 a 4 átomos de carbono,
- (b) grupos de hidrocarburo alifático substituido con hidroxí de 1 a 4 átomos de carbono;
- (c) grupos de hidrocarburo alifático que tienen un sólo enlace de éter y de 2 a 4 átomos de carbono;
- (d) grupos de hidrocarburo alifático substituido con hidroxí que tienen un sólo enlace de éter y de 2 a 4 átomos de carbono;
- (e) grupos de ceto alifático que contienen únicamente un sólo enlace de ceto y siendo por lo demás hidrocarburos de 2 a 4 átomos de carbono;

(f) grupos de ceto alifático que contienen únicamente un sólo enlace de ceto y siendo por lo demás un hidrocarburo sustituido con hidroxilo de 2 a 4 átomos de carbono;

4 se selecciona del grupo que consiste de

(a) un grupo hidroxilo y

(b) el grupo  $-\text{OSO}_3(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{R}_5$  en donde  $\text{R}_5$  es un grupo de hidrocarburo que contiene de 8 a 18 átomos de carbono y  $n$  es un número entero de 0 a 4 inclusive y

$\text{L}$  es un metal alcalino.

Los derivados de imidazolina de este tipo son bien conocidos y los métodos para su preparación se describen en varias Patentes Norteamericanas expedidas a favor de Hans S. Mannheimer y son vendidos por Miranol Chemical Company bajo la marca registrada MIRANOL.

El surfaciante anfófilico que comprende a la imidazolina 2-alkil-sustituída puede considerarse como una estructura cíclica o como una estructura de cadena.

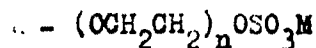
Los surfactantes no iónicos que se pueden usar en nuestra invención para proporcionar capacidades de limpieza mejoradas sin impartir problemas de irritación de los ojos son los copolímeros de bloque solubles en agua de propileno y polipropileno que se seleccionan del grupo que consiste de:

(a) los productos de condensación de óxido de etileno con bases que se forman condensando el óxido de propileno con propilenglicol y que tienen un peso molecular de 1,000 a 15,000;

(b) los productos de condensación del óxido de propileno con bases formadas condensando el óxido de etileno con etilenglicol y que tienen un peso molecular de 1,000 a 10,000; y

(c) los productos de condensación de óxido de etileno con bases formadas condensando óxido de etileno con etilendiamina y que tienen un peso molecular de 1,000 a 30,000.

Los surfactantes de este tipo se describen en las Patentes Norteamericanas Número 2,674,619; Número 3,036,118 y Número 2,979,528 y se venden por la BASF Wyandotte Corporation bajo las marcas PLURONIC<sup>®</sup>, PLURONIC<sup>®</sup><sub>R</sub> y TETRONIC<sup>®</sup>. Los surfactantes aniónicos que se usan en nuestra invención para asegurar el desarrollo de una espuma rica y copiosa y para activar la claridad cuando se formulan las composiciones a niveles de pH en el lado ácido son los sulfatos de los alcoholes grasos etoxilados que tienen la fórmula



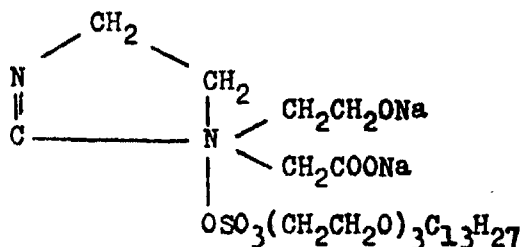
en donde  $n$  es igual a un radical de hidrocarburo de 4 a 18 átomos de carbono, de preferencia de 12 a 14

$n$  es igual a un número entero de 5 a 30 inclusive, de preferencia de 8 a 14;

$M$  es igual a un metal alcalino, amonio o una mono- di- o tri-alcanolamina inferior en donde los grupos alquilo contienen de uno a cuatro átomos de carbono, de preferencia de sodio o amonio.

Como se ha mencionado en lo que antecede, las imidazolinias 2-alquil substituidas de esta invención son bien conocidas como detergentes para usarse en la formulación de productos de champú para el cuidado personal. Aún cuando estos materiales mismos especial-

mente el compuesto que tiene la estructura



poseen una combinación inusualmente buena de propiedades formadoras de espuma, de limpieza y de irritación se ha descubierto que limitando la cantidad de la imidazolina usada y combinándola con por lo menos una cantidad igual de una mezcla de los surfactantes no iónicos y aniónicos descritos en la presente, se produce una composición que muestra mejora en todas las tres áreas, es decir en el potencial formador de espuma, de limpieza y de irritación.

Se ha encontrado que las composiciones de champú acuosas útiles pueden basarse en soluciones de imidazolininas 2-alkil-sustituidas que contienen de 6.0 a 15.0 por ciento en peso de imidazolina. Las composiciones que contienen menos de esta cantidad se encontrará que proporcionan espuma insuficiente mientras que aquellas que contienen más del 15 por ciento pueden ocasionar irritación de los ojos la cual no puede reducirse efectivamente mediante la incorporación de las mezclas de detergentes no iónico y aniónico que se describen en la presente. Se prefiere usar una cantidad de 8 a 10 por ciento de imidazolina.

Las mezclas de detergentes no iónicos y aniónicos que no

solamente reducen el potencial de irritación de los ojos de las imidazolininas sino que también mejoran sus propiedades formadoras de espuma y de limpieza que consisten de uno o más de cada uno de los detergentes no iónicos y aniónicos especificados que se describen en la presente en donde la relación en peso de los componentes no iónico a aniónico puede variar de 0.5:1 a 10:1. Cuando se trata de formular las composiciones de esta invención a un pH de menos de 7.5, es importante que la relación de los componentes no iónico a aniónico no exceda de 4:1 para asegurarse de que las composiciones permanezcan homogéneas, transparentes y no irritantes. Una de las formas preferidas de esta invención consiste de formulaciones no alcalinas que tienen un pH de 2.0 a 6.0, que son capaces de limpiar el cabello sin alterar significativamente el equilibrio del pH natural.

Es necesario que la proporción de la mezcla de detergentes no iónicos y aniónicos total con respecto a la imidazolina de 2-alquil-sustituida sea por lo menos de 1 a 1 para asegurar una mejora significativa en las propiedades del champú. Aún cuando pueden emplearse proporciones tan elevadas así como de 5 a 1, se prefiere usar proporciones que varíen de 2 a 1 y de 3 a 1 para asegurar baja irritación y buena formación de espuma a niveles de pH menores de 7.5.

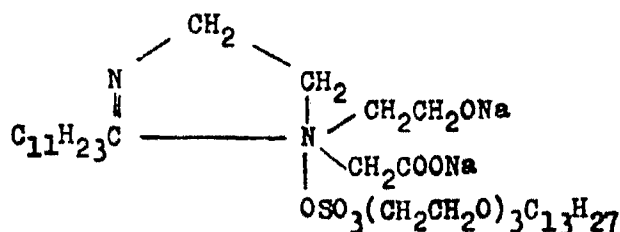
Pueden también incluirse en las composiciones, si se desea, cualesquiera de los aditivos usuales tales como agentes opacificadores, perfumes, agentes colorantes, estabilizadores, agentes de

conservación, espesadores tales como diestearatos de polietilenglicol y semejantes.

Los siguientes ejemplos específicos se destinan a ilustrar más claramente la naturaleza de la invención pero no se destinan como una limitación en el alcance de las cláusulas.

EJEMPLO I

Se preparó una solución acuosa que contiene 8.0 por ciento de la imidazolina 2-alkil-substituida vendida bajo el nombre Miranol 4HF y que tiene la estructura



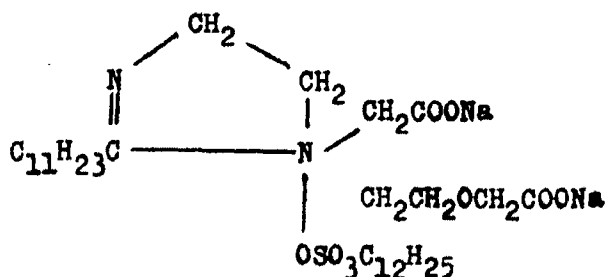
Se añadió 10 por ciento en peso de un condensado de óxido de etileno con una base formada concensando óxido de propileno con propilenglicol vendida como Pluronic F-88 (BASF Wyandotte Corporation) y 8.0 por ciento en peso de un sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) vendida como Standapol (Henkel Inc.). La composición se espesó mediante la incorporación de 2.0 por ciento de diestearato de polietilenglicol 6000.

La evaluación de la formulación de champú mostró que tenía

buenas propiedades de limpieza y formadoras de espuma en un nivel de potencial de irritación de ojos lo bastante bajo para permitir que se usará en infantes.

EJEMPLO II

Se preparó una solución acuosa que contenía 10.0 por ciento de la imidazolina 2-alkil-substituida vendida bajo el nombre Miranol 2MOAS-mod. y que tenía la estructura



Se añadió 10 por ciento en peso de un condensado de óxido de etileno con una base formada condensando óxido de propileno con propilenglicol vendida como Pluronic F-88 (BASF Wyandotte Corporation) y 8.0 por ciento en peso de un sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) vendido como Standapol (Henkel Inc.). La composición se espesó mediante la incorporación de 2.0 por ciento de diestearato de polietilenglicol 6000.

La comparación de la formulación anterior con aquella descrita en el Ejemplo I indicó que aún cuando la composición tenía propiedades de limpieza e irritación equivalentes era algo menos eficiente en la formación de espuma y jabonadura.

EJEMPLO III

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina 2-alquil-substituida del Ejemplo I (Miranol NHE, Miranol Chemical Co.)	8.0
Condensado de óxido de etileno con una base formada condensando propilenglicol (Fluronic F-87, BASF Wyandotte Corp.)	10.0
Sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel Inc.)	8.0
Diestearato de Polietilenglicol 6000	2.0
Agua para completar	100.0

EJEMPLO IV

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina 2-alquil-substituida del Ejemplo I (miranol NHE, Miranol Chemical Co.)	10.0
Condensado de óxido de etileno con una base formada condensando óxido de propileno con propilenglicol (Fluronic L-64, BASF Wyandotte Corp.)	14.0
Sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel, Inc.)	4.0
Diestearato de Polietilenglicol 6000	2.0
Agua para completar	100.0

EJEMPLO V

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina 2-alkil-substituida del Ejemplo I (Miranol AHI, Miranol Chemical Co.)	8.0
Condensado de óxido de etileno con una base formada condensando óxido de propileno con propilenglicol (Fluronic F-127, BASF Wyandotte Corp.)	10.0
Sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel Inc.)	8.0
Diestearato de polietilenglicol 6000	2.0
Agua para completar	100.0

EJEMPLO VI

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina 2-alkil-substituida del Ejemplo II (Miranol 2MCAS-mod., Miranol Chemical Co.)	8.0
Condensado de óxido de etileno con una base formada condensando óxido de propileno con propilenglicol (Fluronic F-127, BASF Wyandotte Corp.)	10.0
Sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel Inc.)	8.0
Diestearato de polietilenglicol 6000	2.0
Agua para completar	100.0

EJEMPLO VII

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina 2-alquil-substituida del Ejemplo I (miranol MHT, Miranol Chemical Co.)	8.0
Producto de condensación de óxido de etileno con una base formada condensando óxido de propileno con etilendiamina (Tetronic 704, BASF 704, BASF Wyandotte Corp.)	10.0
Sulfato de laurilode sodio etoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel Inc.)	8.0
Diestearato de polietilenglicol 6000	2.0
Agua para completar	100.0

EJEMPLO VIII

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina de 2-alquil-substituida del Ejemplo I (Miranol MHT, Miranol Chemical Co.)	8.0
Producto de Condensación de óxido de etileno con una base formada condensando óxido de propileno con etilendiamina (Tetronic 707; BASF Wyandotte Corp.)	8.0
Sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel Inc.)	10.0

(continuación)

EJEMPLO VIII

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Diestearato de polietilenglicol 6000	2.0
Agua	hasta completar 100.0

EJEMPLO IX

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina 2-alkil-substituida del Ejemplo I (Miranol MHT, Miranol Chemical, Co.)	8.0
Producto de condensación de óxido de tileno con una base formada condensando óxido de propileno con etilendiamina (Tetronic 707; BASF Wyandotte Corp.)	8.0
Sulfato de laurilo de sodio etoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel Inc.)	10.0
Diestearato de polietilenglicol 6000	2.0
Agua	hasta completar 100.0

EJEMPLO X

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
Imidazolina 2-alkil-substituida del Ejemplo I (miranol MHT, Miranol Chemical Co.)	8.0
Producto de condensación de óxido de propileno con una base formada condensando óxido de eti-	

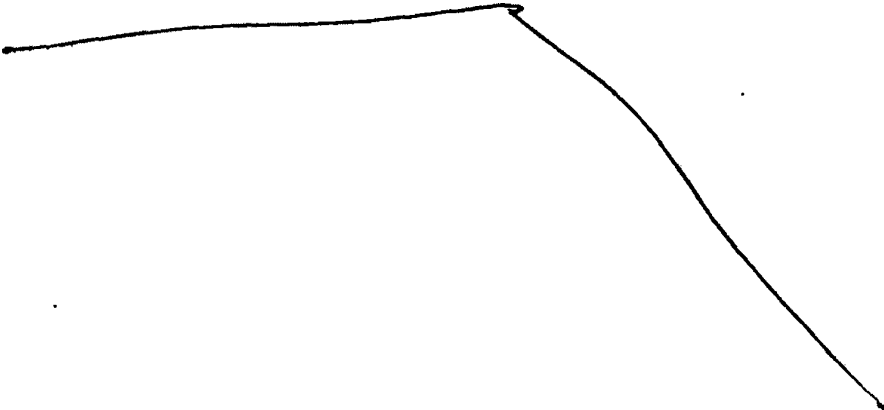
(continuación)

EJEMPLO X

<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje en Peso</u>
leno con etilenglicol (Pluronic 17 <sub>34</sub> , BASF Wyandotte Corp.)	8.0
Sulfato de laurilo de sodio estoxilado (12 moles) (Standapol, Henkel Inc.)	10.0
Diestearato de polietilenglicol	2.0
Agua para completar	100.0

Aún cuando las composiciones de los Ejemplos III a X exhiben variaciones en sus capacidades relativas de limpieza y formación de espuma todas son satisfactorias para usarse como composiciones de champú para cabello y todas exhiben propiedades de irritación de los ojos superiores a imidazolinas 2-alkil-substituidas solas.

Aún cuando la presente invención se ha descrito con referencia a modalidades específicas y ejemplo específicos será evidente para aquellas personas expertas en el ramo que pueden substituirse por las mismas variaciones y modificaciones sin desviarse de los principios y el verdadero espíritu de la invención.



1

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Un método para preparar una composición de champú acuosa que exhibe niveles reducidos de irritación de los ojos, caracterizado por las operaciones que comprenden (1) combinar agua con un surfactante amfolítico que consiste de una imidazolina 2-alkil-substituida, un surfactante no iónico que consiste de un copolímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno y un surfactante aniónico que consiste de un sulfato de éter de alcohol, empleando proporciones de componentes tales que la proporción del total de dicho surfactante no iónico y dicho surfactante aniónico a dicho surfactante amfolítico sea de 1:1 a 5:1 y la relación de dicho surfactante no iónico a dicho surfactante aniónico sea de 0,5:1 a 4:1; y (2) ajustar el pH a un valor en el intervalo de 2,0 a 6,0.

15

20

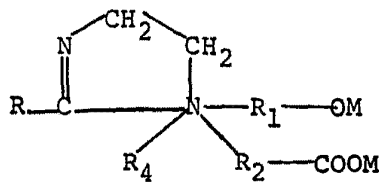
25

2ª.- Un método de conformidad con la reivindicación 1ª, caracterizado por utilizar como dicho surfactante amfolítico uno que incluye un miembro de la clase que consiste de los compuestos que tienen las estructuras

30

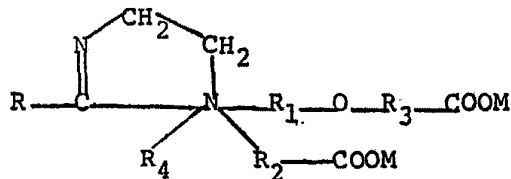
300178

1



5

y



10

en donde: R es un grupo de hidrocarburo que tiene de 4 a 18 átomos de carbono;  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  se seleccionan del grupo que consiste de (a) grupos de hidrocarburo alifático de 1 a 4 átomos de carbono; (b) grupos de hidrocarburo alifático hidroxil-substituidos de 1 a 4 átomos de carbono; (c) grupos de hidrocarburo alifático que tienen un sólo enlace de éter y de 2 a 4 átomos de carbono; (d) grupos de hidrocarburo alifático hidroxil-substituido que tienen un sólo enlace de éter y de 2 a 4 átomos de carbono; (e) grupos de ceto alifático que contienen únicamente un sólo enlace de ceto y por lo demás son un hidrocarburo de 2 a 4 átomos de carbono; (f) grupos de ceto alifático que contienen únicamente un sólo enlace de ceto y que son por lo demás hidrocarburos hidroxil-substituidos de 2 a 4 átomos de carbono;  $R_4$  se selecciona del grupo que consiste de (a) un grupo hidroxilo, y (b) el grupo  $-\text{OSO}_3(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{R}_5$  en donde  $R_5$  es un grupo de hidrocarburo que contiene de 8 a 18 átomos de carbono y n es un número entero de 0 a 4 inclusive; y M es un metal alcalino.

15

20

25

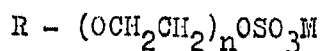
30

300178

3ª.- Un método de conformidad con la reivindicación 1ª ó 2ª, caracterizado por utilizar como dicho sur-

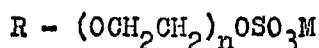


1 de la clase que tiene la fórmula



5 en donde R es igual a un radical de hidrocarburo de 4 a 18 átomos de carbono; n es igual a un número entero de 5 a 30 inclusive; y M es igual a un metal alcalino, amonio o una mono- di- o tri-alcanolamina inferior en donde los grupos alquilo contienen de 1 a 4 átomos de carbono.

10 7a.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones que anteceden, caracterizado por utilizar como dicho surfactante aniónico uno que es un miembro de la clase que tiene la fórmula



15 en donde R es igual a un radical de hidrocarburo de 12 a 14 átomos de carbono; n es igual a un número entero de 8 a 14 inclusive; y M es igual a amonio o sodio.

20 8a.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones que anteceden, caracterizado en que los componentes se combinan de tal manera que la proporción del total del surfactante no iónico y el surfactante aniónico con respecto al surfactante anfotérico es de preferencia de 2:1 a 3:1.

25 9a.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones que anteceden, caracterizado en que los componentes se combinan de tal manera que el surfactante anfotérico constituye de 6,0 a 15,0 por ciento en peso y de preferencia de 8 a 10 por ciento en peso.

30 10a.- UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE CHAMPU ACUOSA.

1

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

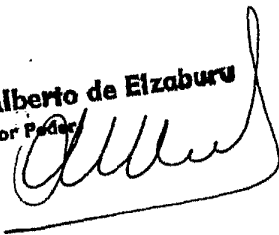
Esta Memoria consta de VEINTE hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 01 FEB. 1978

P.A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder



10

15

20

25



30

300178

VAL.