

CONCERNIA	ES	458870	A3
		FECHA DE PRESENTACION 17.5.77	



ESPAÑA

27 ENE. 1978

PATENTE DE INTRODUCCION

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL A61K 37/12; A61K 7/04, 7/06
------------------------	---

64 TITULO DE LA INVENCIÓN UN METODO DE OBTENCION DE ESCLEROPROTEINAS MODIFICADAS PARA APLICACIONES COSMETICAS.

59 PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION Patente inglesa nº 1.111.934 de la Firma Eurocosmesi, S.p.A.
--

71 SOLICITANTE (S) D. ANTONIO ONGARO ARAGONE de nacionalidad italiana
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Cristobal Bordiu, 35 - Oficina 514 MADRID
--

72 INVENTOR (ES)

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU
--

Se refiere esta invención a métodos para obtener productos mejorados a partir de escleroproteínas hidrolizadas, los productos así obtenidos y las fórmulas que comprenden tales productos.

5 Como es bien sabido, se obtienen soluciones acuosas de los aminoácidos presentes en las escleroproteínas tratando estas últimas con un álcali. Tales soluciones de aminoácidos (apropiadamente neutralizadas), o sus residuos secos, flúidos o en forma de pasta, se utilizan en el campo de la cosmética como medios de formación de película, o en general como componentes de diferentes productos cosméticos, mediante los cuales se ejerce una acción esencialmente protectora sobre la piel.

10 Un inconveniente que presentan los ya conocidos lisatos escleroproteicos estriba en su alto contenido en sales, como por ejemplo cloruros, sulfatos, fosfatos y similares, en cantidades comprendidas entre un 20 y un 50 %.

15 Como consecuencia de tan alto contenido en sales, los productos obtenidos presentan cierto número de efectos adversos, tecnológicos y de aplicación. Los más notables de estos inconvenientes son la descomposición o corte de las emulsiones, en las formas emulsionadas; la hipertonicidad de las soluciones con respecto a los tejidos y a los líquidos biológicos; el debilitamiento de las películas escleroproteicas en los cosméticos formadores de película; y la opacidad de las mismas películas cuando se aplican sobre las partes córneas del cuerpo humano (por ejemplo, las uñas, el cabello).

20 Conforme a uno de los aspectos de la presente invención, se aporta un método para obtener productos destinados a aplicaciones cosméticas a partir de las escleroproteínas, método en el cual primeramente se hidrolizan y racemizan las

25

30

escleroproteínas, y a continuación se decationizan.

De hecho, por el método conforme a la invención, pueden obtenerse productos de un contenido muy bajo de sales, con el resultado de que se impiden los referidos efectos adversos que sólo son causados por la salinidad.

5

De preferencia, se somete el producto decationizado a una fase de concentración al vacío.

Se ilustra la invención en la siguiente descripción y ejemplos.

10

El método según la invención es aplicable a todas las escleroproteínas, que, como es bien sabido, pertenecen o pueden asignarse a las siguientes clases de productos: colágenos, tales como oseína y elastinas; fibrinas, como por ejemplo las de seda, bisos, o similares; queratinas, como las de cuernos, cabellos, uñas, plumas, escamas, etc. Los productos de hidrólisis de las escleroproteínas pueden utilizarse también, como por ejemplo la gelatina, que se obtiene de la hidrólisis de los colágenos.

15

La hidrólisis y racemización se llevan a efecto por la acción de álcali diluído, y en particular de hidróxidos sódico y potásico. Sometiendo las escleroproteínas a las acciones de tal álcali diluído, se obtienen ácidos ópticamente inactivos o racemizados, que no sufren una desnaturalización demasiado profunda, siempre que se lleve a cabo la reacción bajo las condiciones más indicadas para cada materia escleroproteica particular; tales condiciones se determinan fácilmente por vía experimental.

25

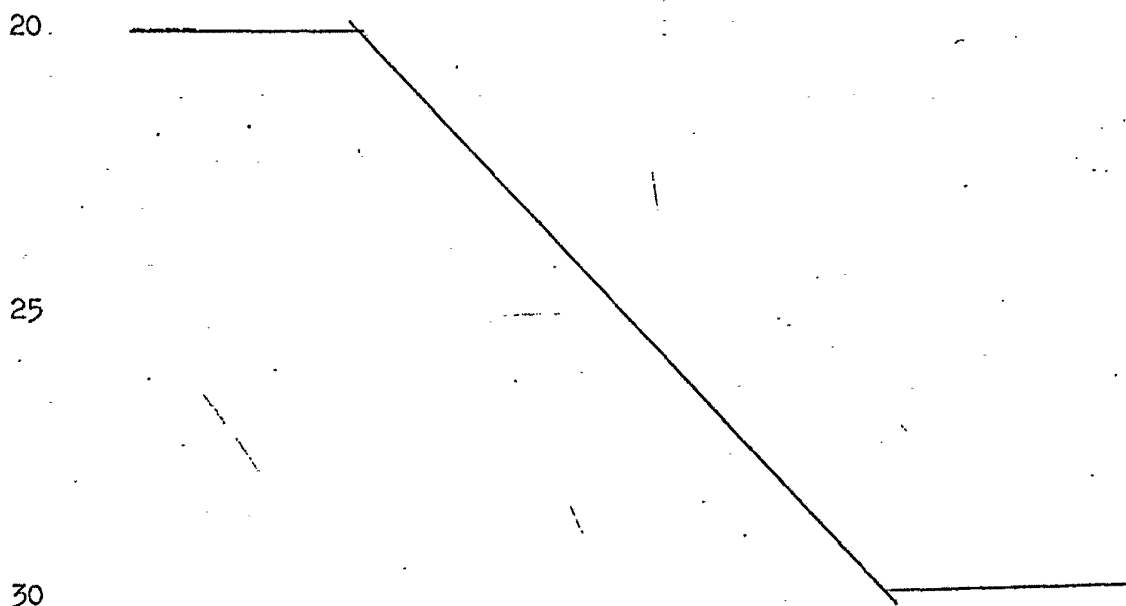
Así por ejemplo, las condiciones óptimas de hidrólisis y racemización para algunas de las escleroproteínas más corrientes son las expresadas en la siguiente tabla:

30

EJEMPLOS 1 A 7

Proporciones de reactivos

5	Denominación de la esclero-proteína	(% en peso)			Temperatura de reacción	Tiempo de reacción (horas)
		Esclero-proteína	NaOH	Agua		
	1. Queratina técnica de cuerno y uñas	12 %	7 %	81 %	45°C	48
10	2. Queratina técnica de plumas	9,5 %	6 %	84,5%	42°C	42
	3. Cabellos humanos	10 %	6,8%	84,2%	54°C	25
	4. Crines de caballo	10 %	8 %	82 %	50°C	22
15	5. Lana desengrasada	5 %	4 %	91 %	55°C	24
	6. Seda virgen	4,6 %	3,7%	91,7%	68°C	25
	7. Gelatina purificada	15 %	3,6%	81,4%	40°C	28



La racemización puede considerarse completa, a los fines de aplicaciones cosméticas, cuando la cromatografía por papel correspondiente al producto de reacción permite reconocer grupos claramente definidos de aminoácidos racemizados, junto con por lo menos un 50 % de los aminoácidos individuales que comprenden la textura del producto de hidrólisis.

La reacción de racemización va seguida, en el método conforme a la invención, de una fase de decationización de los productos así obtenidos, fase que se lleva a efecto en una solución acuosa. La solución acuosa, de una alcalinidad conocida, según se obtiene de la precedente racemización, pasa, tras haber sido adecuadamente filtrada, a una resina ácida *cambiadora* trocadora de cationes, que tiene una matriz consistente en un copolímero de estireno-divinilbenceno, con sulfo-grupos directamente ligados a los núcleos aromáticos de dicha matriz.

La cantidad necesaria de resina se calcula sobre la base de su capacidad de trueque en el ciclo del hidrógeno. Según sean las resinas elegidas, de débil o de fuerte acidez, se pueden utilizar capacidades de intercambio de entre 35 y 60 g de hidróxido sódico por litro, con niveles regeneradores iguales al 300 % del valor estequiométrico teórico.

El régimen de flujo será tal que, al final de la operación, se disolverá totalmente toda floculación de la solución decationizada, mediante ajuste del valor pH de la reacción a un valor medio de 7.

Finalmente, la solución decationizada neutra, según se obtiene de la fase decationizadora, se concentra al vacío bajo una presión de 0,10 kg/cm² (grado de vacío = 90 %) de tal modo que no se sobrepase una temperatura de 45-46°C en la

masa que se concentra. Se podrán obtener a voluntad diferentes extractos, esto es, extractos flúidos, o en forma de pasta, o secos, según sean las diferentes aplicaciones cosméticas para las cuales se haya concebido el producto.

5 He aquí las propiedades medias generales de los productos obtenidos en su estado seco:

- Solubilidad: en agua y alcohol etílico, de 1 a 80°C.
- Residuos: menos del 20 %
- Valor medio del pH de la reacción (solución acuosa 1 %) =
10 6,5 - 7,5.
- La cromatografía en papel de la solución acuosa al 1 % permite reconocer la composición cualitativa de los aminoácidos, como componentes peculiares de las escleroproteínas originales.

15 Los productos obtenidos por el método conforme a esta invención son totalmente compatibles con:

- polivinil-pirrolidona, polivinilpirrolidonavinilacetato, goma laca y otros agentes naturales o sintéticos formadores de película, que se utilizan usualmente en las lacas para
20 el cabello,
- agentes emulsionantes aniónicos y no iónicos,
- grasas de emulsiones lácteas y cremosas,
- preservadores ordinarios (ésteres del ácido p-hidroxioxibenzoico, ácido sórbico y similares).

25

EJEMPLO 8

Loción para el cabello

- a) El producto obtenido, seco, según indicado más arriba, a partir de la hidrólisis de las escleroproteínas de las crines de caballo 0,5-3 g
- 30 b) Polivinilpirrolidona 1,0-5 g

- c) Acido sórbico 0,1-0,15 g.
- d) Alcohol etílico a 95°C 22,0 cc.
- e) Agua destilada, hasta completar 100 cc.

5 El componente a) se disuelve en una cantidad suficiente de agua destilada, añadiéndose a continuación el ácido sórbico; se neutraliza después la solución a un valor pH de 7 por medio de una solución al 5 % de hidróxido sódico, tras de lo cual se añade el alcohol etílico, la polivinilpirrolidona y el agua hasta completar los 100 cc. Se filtra en un filtro compacto la solución homogénea así obtenida.

EJEMPLO 9

Crema para uñas

Se prepara la solución siguiente a la temperatura de 60°C:

- 15 a) El producto seco obtenido según queda descrito, a partir de la hidrólisis de las escleroproteínas de plumas 5 g
- b) Agua destilada 45 cc

20 Se homogeniza perfectamente la solución, tras de lo cual se añade la siguiente solución, calentada a 65°C, al tiempo que se agita:

- c) Ester terc. del ácido o-fosfórico, y éter ceril-tetraglicólico 15 g
- d) Alcohol cetílico 4,5 g
- e) Miristato de isopropilo 25 g

25 Se enfría la solución resultante hasta los 35°C, sin dejar de agitar, y se añade a continuación a la misma la solución siguiente:

- f) Metil p-hidroxibenzoato 0,3 g
- g) Perfume 0,2 g
- 30 h) Alcohol etílico a 95°C 5 cc

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

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método de obtención de escleroproteínas modificadas para aplicaciones cosméticas, que consiste en:
- 1) someter las escleroproteínas a la acción de un alcali diluido para producir su hidrólisis y racemización;
 - 2) pasar la solución obtenida en la etapa anterior - por una resina cambiadora de cationes para descationizar las escleroproteínas hidrolizadas y racemizadas;
 - 10 3) opcionalmente concentrar a vacío.
2. Un método según la reivindicación 1, en el que la descationización va seguida de una fase de concentración al vacío.
- 15 3. Un método según las reivindicaciones 1 o 2, en el que las escleroproteínas de partida son: queratina técnica de cuerno o uña. o queratina técnica obtenida de plumas, cabello humano, orín de caballo, lana desengrasada, o seda virgen.
- 20 4. Un método según las reivindicaciones 1 o 2 en el que el material inicial es gelatina purificada.
5. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que se produce la decationización por medio de una resina cambiadora de iones, consistente en un copolímero de estireno-divinilbenceno, que posee grupos-sulfo sulfo-grupos directamente ligados a núcleos aromáticos de la matriz.
- 25 6. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, en el que se lleva a efecto la concentración al vacío bajo una presión de $0,10 \text{ kg/cm}^2$, al tiempo que se mantiene la temperatura por debajo de un límite de $45-46^\circ\text{C}$.
- 30 7. Se reivindica por último como objeto sobre el que

ha de recaer la Patente de Introducción que se solicita: UN METODO DE OBTENCION DE ESCLEROPROTEINAS MODIFICADAS PARA APLICACIONES COSMETICAS.

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

Madrid, 17 Mayo de 1977

BERNARDO UNGRIA
P.P.



10

15

20

25

30