

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

18 ES	11 NUMERO	10 AT
21	459.946	
22	FECHA DE PRESENTACION	
	20.6.77	

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
25597/76	21.6.76	Gran Bretaña

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

64 TITULO DE LA INVENCION

MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN CHAMPU.

71 SOLICITANTE (S)

UNILEVER N.V.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Burgemeester s'Jacobplein 1, Rotterdam - Holanda.

72 INVENTOR (ES)

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

20 JUL. 1977

UNE A - 4 MOD. 3106 -

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

POOR QUALITY

1 Esta invención se refiere a una mejora en un procedi-  
miento para la preparación de un champú que contiene un  
agente acondicionador del cabello.

5 Es conocida la aplicación al cabello, después del cham-  
pú, de un producto acondicionador en forma de crema para que  
el cabello sea más manejable, por ejemplo para facilitar su  
peinado cuando está húmedo.

Más recientemente, en la patente estadounidense  
10 3.816.616, se ha propuesto, para obtener también este efecto  
acondicionador mediante un champú, incluir en el mismo la  
resina Polymer JR, que es un polímero catiónico celulósico  
cuya fórmula general, tomada de la patente estadounidense  
3.472.840, es citada en dicha patente. Estas resinas Polymer  
15 JR son productos comerciales vendidos por la Union Carbide  
Corporation. Esta compañía ha publicado diversos folletos  
en los que recomiendan los champús a base de detergentes  
aniónicos, en los que la cantidad recomendada de Polymer JR  
es del 1,5 % del peso del champú. En realidad, algunos cham-  
pús aniónicos comerciales emplean esta cantidad de Polymer  
20 JR. Estos champús en uso conducen a la deposición de Polymer  
JR sobre el cabello en cantidad suficiente para producir el  
efecto acondicionador deseado.

25 Sin embargo, el precio de coste de los champús citados  
es relativamente alto, debido al precio del polímero catióni-  
co, en comparación con los champús aniónicos convenciona-  
les.

30 Un objeto de esta invención es proporcionar un proce-  
dimiento para la preparación de un champú más barato que los  
champús acondicionadores conocidos antes citados pero con un  
grado sorprendentemente alto de eficacia como champú acondi-

1 cionador.

5 La invención se basa en nuestro descubrimiento de que, en un procedimiento para la preparación de champús a base de un detergente aniónico de alquil-éter-sulfato que contiene la resina Polymer JR puede obtenerse un espectacular aumento del grado de deposición de dicha resina, durante el empleo del champú, mediante la adición de S % en peso de una sal sencilla, tal que la expresión  $(S/PM) \times N$ , donde PM es el peso molecular de la sal y N es el número de iones producidos por la sal en solución acuosa, está comprendida entre 0,03 y 0,21. Este efecto no sería obtenido utilizando otros detergentes aniónicos.

10 De acuerdo con esta invención, se proporciona una mejora en un procedimiento para la preparación de un champú que contiene un agente acondicionador del cabello, cuya mejora se caracteriza porque incluye las siguientes etapas:

15 a) disolver en parte del agua del champú una cantidad de 0,2 a 0,8% calculado en el peso total del champú de una resina Polymer JR.

20 b) formar en por lo menos parte del resto del agua, una solución conteniendo de 5 a 25% en peso calculado sobre el peso total del champú de un detergente a base de alquil-éter-sulfato;

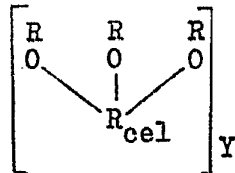
25 c) combinar las soluciones producidas en las etapas a) y b) y

30 d) agregar con agitación a la mezcla producida en la etapa c), conjuntamente con cualquier resto de agua S% en peso de una sal sencilla, tal que  $(S/PM) \times N$ , donde PM es el peso molecular de la sal y N es el número de iones producidos por la sal en solución acuosa, está comprendido entre -

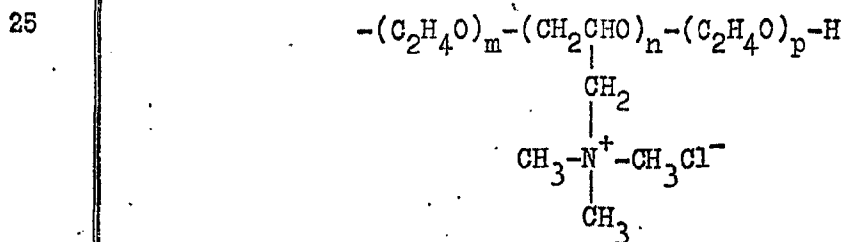
1 0,03 y 0,21.

Los alquil-éter-sulfatos constituyen una clase conocida de detergentes para champús. Responden a la fórmula general  $R(OCH_2CH_2)_nOSO_3M$ , donde R es un grupo alquilo de 12 a 18 átomos de carbono, M es un catión formador de sal y el valor medio de n es de 2 a 3. Es especialmente preferido el lauril-éter-sulfato sódico pero también pueden utilizarse otras sales como las de potasio y amonio. La cantidad del alquil-éter-sulfato es preferiblemente de 10 a 20% del peso de la composición, ya que las cantidades mayores de detergente generalmente requieren utilizar mayores proporciones de Polymer JR y/o mayores proporciones de sal para obtener un grado comparable de deposición del polímero sobre el cabello durante la operación de lavado.

15 Las resinas Polymer JR son polímeros catiónicos celulósicos de la siguiente fórmula estructural:



donde  $R_{cel}$  representa el resto de una unidad anhidroglucosa, Y es un número entero de 50 a 20.000 y cada grupo R representa individualmente un grupo sustituyente de la siguiente fórmula general:



30 donde m es un número entero de 0 a 10, n es un número de 0 a 3, y p es un número entero de 0 a 10. Los valores medios por

1 unidad anhidroglucosa son: n de 0,35 a 0,45 y la suma de  
m + p es de 1 a 2. Los polímeros tienen un peso molecular  
comprendido aproximadamente entre 100.000 y 3.000.000. La  
5 viscosidad de los éteres celulósicos catiónicos preferidos  
es de 50 a 35.000 cps, medido por el método ASTM D 2364-65  
a 25°C, en una solución acuosa al 2 % en peso (viscosímetro  
Brookfield LVF, 30 rpm, husillo nº 2). Son especialmente ade-  
cuados los derivados celulósicos catiónicos vendidos por la  
10 Union Carbide Corporation bajo los nombres comerciales de  
JR 125, JR 400 y JR 30M, que significan un polímero del tipo  
descrito con viscosidades de 125 cps, 400 cps y 30.000 cps,  
respectivamente.

15 Utilizando el método de esta invención, pueden formu-  
larse champús con propiedades satisfactorias de acondiciona-  
miento del cabello, con la cantidad relativamente pequeña de  
0,2 a 0,8 % de Polymer JR. Preferiblemente esta cantidad es  
alrededor de 0,4 a 0,6 %, obteniéndose así un equilibrio es-  
pecialmente bueno entre la eficacia y el precio de coste de  
20 las materias primas del champú.

25 El tercer ingrediente esencial del champú de la in-  
vención es la cantidad S % en peso de una sal sencilla, tal  
que  $(S/PM) \times N$ , donde PM es el peso molecular de la sal y  
N es el número de iones producidos por la sal en solución  
acuosa, está comprendido entre 0,03 y 0,21. Por sal senci-  
lla se entiende una sal que se disuelve en el agua y se  
ioniza pero cuyos iones no se agregan en solución como hacen  
por ejemplo, los iones de un agente tensoactivo que se agre-  
gan para formar micelas. Las sales adecuadas son las sales  
30 solubles en agua de metales alcalinos, metales alcalino-  
térreos y amonio (incluidas las sales de amonio sustituido)

1 de ácidos inorgánicos y de ácidos orgánicos que contienen  
una cadena con no más de unos 6 átomos de carbono. Las sales  
inorgánicas preferidas son los cloruros, nitratos y sulfatos  
5 y entre las sales adecuadas de ácidos orgánicos se encuentran  
los acetatos y los citratos. El peso molecular de la sal  
es habitualmente inferior a 600. Son ejemplos específicos  
de sales adecuadas el cloruro sódico, nitrato sódico, sulfa-  
to sódico, cloruro potásico, cloruro amónico, cloruro cálcico  
10 cloruro magnésico, acetato sódico y citrato sódico.

10 La cantidad de sal a que nos hemos referido anterior-  
mente es adicional a cualquier cantidad que pudiera haber  
presente en el detergente alquil-éter-sulfato.

15 El champú producido por el procedimiento de esta in-  
vención puede contener uno o más ingredientes opcionales ta-  
les como aumentadores de la espuma, preservativos, agentes  
colorantes, perfumes y agentes opacificadores. Sin embargo,  
hemos encontrado que el Polymer JR aumenta el poder espuman-  
te del champú hasta tal punto que no es necesario incluir  
20 un aumentador convencional de la espuma, tal como una amida  
de un ácido graso. El pH del champú es preferiblemente de 5  
a 7,5.

25 La invención será ilustrada ahora mediante los experi-  
mentos realizados con diversos ejemplos de champús prepara-  
dos de acuerdo con el procedimiento de esta invención y otros  
diversos champús incluidos con fines comparativos. Todos los  
porcentajes se dan en peso.

EJEMPLO 1

30 Se formula un champú acuoso para el cabello, mezclando  
entre sí los siguientes ingredientes:

1

	<u>%</u>
Lauril-éter-sulfato sódico	11,5
Polymer JR 400	0,5
Cloruro sódico	3,0
Agua y preservativo hasta	100,0
pH de 6 a 7	

5

10

15

En el procedimiento para la producción de este champú, se preparan tres soluciones acuosas. El Polymer JR 400 se disuelve en parte del agua, el lauril-éter-sulfato sódico se disuelve también en parte del agua, y el cloruro sódico se disuelve en el resto del agua. Las primeras dos soluciones se combinan conjuntamente y posteriormente la solución del cloruro de sodio se agrega también con agitación. La adición del Polymer JR 400 en forma de una solución acuosa evita la gelación prematura en la formación del polímero.

20

El laurilsulfato sódico contiene por término medio 3 unidades de óxido de etileno por molécula y está esencialmente exento de sal.

25

Utilizando un método de absorción de colorante para indicar la cantidad de polímero depositada sobre el cabello cuando se lava con el champú que contiene el Polymer JR, se demuestra que con el champú anterior se deposita prácticamente la misma cantidad de Polymer JR que con un champú similar que contiene la misma cantidad de detergente y la cantidad habitual de Polymer JR 400, es decir 1,5 %, pero no contiene cloruro sódico adicional.

30

Esta comparación se realizó lavando primero con champú y enjuagando unos mechones de cabello rubio virgen tomados del mismo lote de cabello con el champú conteniendo 0,5 % de

1 Polymer JR y cloruro sódico y con el champú conteniendo  
2 1,5 % de Polymer JR y nada de cloruro sódico, respectivamente.  
3 Después se tifieron ambos grupos de mechones con una solución  
4 acusa de Pyrazole Fast Bordeaux 2BL y se determinaron los  
5 valores L de los mechones teñidos. El valor L constituye una  
6 medida de la intensidad de color y por lo tanto del grado de  
7 deposición sobre el cabello del Polymer JR. Cuanto menor es  
8 el valor L, mayor es el grado de deposición. También se de-  
9 terminó el valor L del cabello original no tratado. Los re-  
10 sultados se encuentran en la Tabla I.

TABLA I

<u>Polymer JR (%)</u>	<u>Cloruro sódico (%)</u>	<u>L</u>
0,5	3,0	59,6
1,5	0	61,6
cabello no tratado		74,6

15 En otros diversos experimentos se ha demostrado que la-  
16 vando sencillamente los mechones de cabello con el champú de-  
17 que se ha omitido el Polymer JR o el Polymer JR y el cloruro  
18 sódico antes de aplicar la solución tintórea al cabello, se  
19 obtienen prácticamente los mismos valores L que para el cabe-  
20 llo original no tratado.

25 Debe explicarse que la intensidad de la coloración pro-  
26 ducida por el colorante se mide en función del valor coordi-  
27 nado L (reflectancia) del sistema de valores cromáticos  
28 Adams adaptado por R.S. Hunter. L, un parámetro de reflectan-  
29 cia, está relacionado con Y, la conocida coordenada de cro-  
30 maticidad, mediante la expresión:  $L = 100\sqrt{Y}$ . Y está defini-  
do en la obra "Colour in Business, Science and Industry" por  
Judd and Wyszecki, publicada por J. Wiley & Sons (1963). Las

1 curvas de la reflectancia espectral se miden en un espectró-  
metro de ultravioleta Bausch and Lomb Spectronic 505 sobre  
cabello cortado (para limitar los componentes especulares).  
5 El subpatrón de reflectancia blanco utilizado es una super-  
ficie limpia de dióxido de titanio. Los valores Hunterlab  
se calculan utilizando el observador CIE 10° y el CIE Stan-  
dard Illuminant C. La obtención de las notaciones "Hunterlab"  
está descrita con todo detalle en las normas ASTM Parte 21  
10 (1965) publicadas por la American Society for Testing and  
Materials en las páginas 270-273.

En otra serie de experimentos empleando mechones de  
cabello del mismo lote pero de un lote distinto al utilizado  
en los experimentos anteriores que utilizaban el champú del  
Ejemplo 1, se preparó una serie de champús de acuerdo con la  
15 siguiente fórmula:

	<u>%</u>
Lauril-éter-sulfato sódico (como en el Ejemplo 1)	11,5
Polymer JR 400	0,2 ó 0,8
Cloruro sódico	0,1 ó 6
20 Agua y preservativo hasta pH 6 a 7	100,0

De nuevo se comparó el grado de deposición del  
Polymer JR sobre el cabello durante el lavado con champú de  
los mechones por tratamiento del cabello con la solución tin-  
25 tórea citada en el Ejemplo 1 y determinación de los valores I  
para los diversos mechones teñidos. Los resultados se en-  
cuentran en la Tabla II.

30

POOR  
QUALITY

1

TABLA II

<u>Polymer JR (%)</u>	<u>Cloruro sódico (%)</u>	<u>L</u>
0,2	0	64,2
0,2	1	61,5
0,2	6	60,9
0,8	0	61,5
0,8	1	57,1
0,8	6	57,0

5

10

Para una proporción del 1 al 6 % de cloruro sódico, los valores de  $(S/PM) \times N$ , donde S, PM y N tienen el significado dado anteriormente, son de 0,03 y 0,21 respectivamente.

15

Estos resultados indican que la inclusión de 1 % a 6 % de cloruro sódico en los champús que contienen de 0,2 a 0,8 % de Polymer JR aumenta sustancialmente el grado de deposición del polímero sobre el cabello en la operación de lavado.

20

Se formularon otros champús como en el Ejemplo 1 a excepción de que el cloruro sódico se sustituyó por otra sal en una proporción comprendida entre 3 y 5 % del peso de la composición. Las otras sales empleadas fueron nitrato sódico, sulfato sódico, citrato sódico, acetato sódico, cloruro potásico, cloruro amónico, cloruro cálcico y cloruro magnésico. Para cada sal agregada, el valor respectivo de  $(S/PM) \times N$  estaba comprendido entre 0,03 y 0,21. Como en el caso anterior, los mechones lavados se trataron con la solución tintórea para colorear el Polymer JR depositado sobre el cabello. El grado de absorción del tinte para cada uno de estos champús fue comparado visualmente con el de los correspondientes champús que no contenían sal. En cada caso se demostró que el depósito de Polymer JR era aumentado por la adición de la sal y era similar al producido por el champú del Ejemplo 1.

25

30

1

En los ensayos realizados por consumidores, la opinión general fue que el producto del Ejemplo 1 y un producto comparativo que contenía 1,5 % de Polymer JR pero ninguna sal adicional producían esencialmente los mismos efectos de acondicionamiento del cabello y en general era preferido el producto de la invención.

5

Por lo tanto, el producto combinado de champú y crema obtenido por el procedimiento de esta invención, que utiliza menos Polymer JR que un champú convencional sin pérdida de funcionalidad, es un producto más barato. Además, el uso de menos Polymer JR puede simplificar la manufactura comercial del champú.

10

15

En los ensayos utilizando fórmulas similares a las del Ejemplo 1, se ha demostrado que el uso de otros detergentes aniónicos produce resultados poco satisfactorios. Entre los otros agentes aniónicos ensayados se encuentran alquilsulfatos, succinatos y alquibencenosulfonatos. En estos productos, la sal añadida no produce ningún aumento de la deposición del Polymer JR o bien produce su precipitación.

20

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

25

30

---

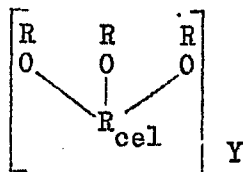
---

---

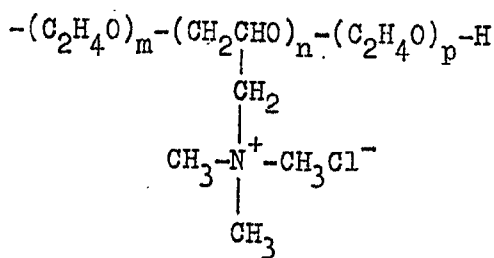
REIVINDICACIONES

1. Mejoras introducidas en un procedimiento para la preparación de un champú acuoso que contiene un agente acondicionador del cabello, caracterizadas porque incluye las siguientes etapas:

a) disolver en parte del agua del champú una cantidad de 0,2 a 0,8% calculado sobre el total del peso del champú de una resina celulósica catiónica de fórmula general:



donde  $R_{cel}$  representa el resto de una unidad anhidroglucosa, Y es un número entero de 50 a 20.000 y cada R representa individualmente un grupo sustituyente de la siguiente fórmula general:



donde m es un número entero de 0 a 10, n es un número entero de 0 a 3 y p es un número entero de 0 a 10;

b) formar en por lo menos parte del resto del agua una solución conteniendo de 5 a 25% en peso calculado sobre el peso total del champú de un detergente a base de alquil-éter-sulfato;

30

1 c) combinar las soluciones producidas en las etapas  
a) y b) y

5 d) agregar con agitación, a la mezcla producida en -  
la etapa c), conjuntamente con cualquier resto de agua, -  
5% en peso de una sal sencilla tal que  $(S/PM) \times N$ , donde -  
PM es el peso molecular de la sal y N es el número de iones  
producidos por la sal en solución acuosa, está comprendido  
entre 0,03 y 0,24.

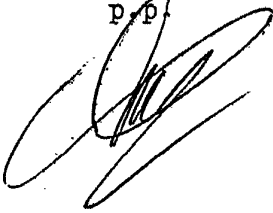
10 2. Mejoras para la preparación de un champú acondi-  
cionador según la Reivindicación 1, caracterizado porque -  
la cantidad de resina celulósica catiónica es de 0,4 a 0,6%  
en peso.

15 3. Mejoras para la preparación de un champú acondicio-  
nador según las Reivindicaciones 1 ó 2, caracterizadas por  
que la sal es una sal de metal alcalino, metal alcalino-té-  
rreo o amonio de un ácido inorgánico o de un ácido orgáni-  
co con una cadena de no más de 6 átomos de carbono.

20 4. Se reivindica por último como objeto sobre el que  
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: MEJO-  
RAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION -  
DE UN CHAMPU.

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

Madrid, 20 Junio 1.977  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.



30 