



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 359 146**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/02** (2006.01)

**A61Q 5/02** (2006.01)

**A61K 8/14** (2006.01)

**A61Q 19/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05786482 .9**

96 Fecha de presentación : **19.08.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1786388**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.05.2007**

54

Título: **Reparto mejorado de aceite a partir de formulaciones tensioactivas estructuradas.**

30

Prioridad: **19.08.2004 US 603125 P**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**18.05.2011**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**18.05.2011**

73

Titular/es: **COLGATE-PALMOLIVE COMPANY**  
**300 Park Avenue**  
**New York, New York 10022-7499, US**

72

Inventor/es: **Hilliard, Peter, Jr.;**  
**Soliman, Nadia y**  
**Haugk, Peter**

74

Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 359 146 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Reparto mejorado de aceite a partir de formulaciones tensioactivas estructuradas.

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a composiciones que incluyen un componente tensioactivo, y a métodos para hacer dichas composiciones. En ciertos aspectos, la invención se dirige a una nueva aproximación para mejorar el reparto de una fase oleosa a un sustrato tal como pelo, piel o lana. Los aspectos de la invención usan la tecnología de esferulita con incorporación selectiva de la fase oleosa después de formarse las esferulitas.

**Fundamento de la invención**

10 Los productos de aseo corporal pueden ser vehículos de reparto muy ineficaces para la deposición de compuestos activos hidrófobos y cremas hidratantes en la superficie de la piel, ya que la mayoría de los compuestos activos hidrófobos se enjuagan durante el procedimiento de lavado. La mayoría de productos de aseo corporal consisten en fórmulas de micelas parecidas a barras enredadas. Las fórmulas de aseo corporal de aceite en agua actuales no forman productos estables a altas concentraciones de aceite, ya que los aceites y la base acuosa del producto tienen densidades significativamente diferentes. Ya que los aseos corporales basados en micelas pueden tener altas viscosidades, aunque no estructura de intervalo largo (esencialmente mayor que las dimensiones de las micelas tensioactivas en sí mismas), los productos que contienen altas concentraciones de aceite serán inestables y la fase se separa con el tiempo. Una solución a este problema es usar sistemas de emulsión de aceite en agua para incorporar el aceite en sistemas tensioactivos. Sin embargo, estos sistemas pueden necesitar calor para hacerse, pueden ser inestables a mayores concentraciones de aceite, y pueden dar por resultado un impedimento significativo de las propiedades de limpieza a bajas concentraciones de tensioactivo.

15 Se han descrito las fórmulas basadas en esferulitas con fases tensioactivas laminares que forman sistemas estructurados. Los ejemplos incluyen las Patentes de EE.UU. números 5.661.189; 5.965.500; y 6.174.846. Estos sistemas de esferulitas se usan en primer lugar para mejorar la estabilidad de las fórmulas de aseo corporal que contienen cantidades significativas de emolientes y aceites a través de una reducción significativa en la velocidad de difusión de gotitas de aceite en los medios tensioactivos. Así, las concentraciones aumentadas de aceites pueden incorporarse en los productos con el potencial para repartir mayores concentraciones a la superficie de la piel, cuando se compara con las formulaciones de micelas parecidas a barras.

25 El comportamiento reológico de todas las disoluciones tensioactivas, que incluyen las disoluciones líquidas de limpieza, es fuertemente dependiente de la microestructura, es decir, la forma y concentración de micelas u otras estructuras de auto-ensambladas en disolución. Cuando hay suficiente tensioactivo para formar micelas (concentraciones por encima de la concentración crítica de micelas o CMC), por ejemplo, pueden formarse micelas esféricas, cilíndricas (parecidas a barras) o discoidales. Cuando aumenta la concentración de tensioactivo, pueden formarse fases cristalinas líquidas ordenadas, tales como fase laminar, fase hexagonal o fase cúbica. La fase laminar, por ejemplo, consiste en bicapas de tensioactivo y capas de agua alternas. Estas capas no son planas generalmente sino que se doblan para formar estructuras parecidas a cebollas esféricas llamadas vesículas o liposomas. La fase hexagonal, por otro lado, consiste en largas micelas cilíndricas dispuestas en un entramado hexagonal. En general, la microestructura de la mayoría de los productos de cuidado personal consiste en o bien micelas esféricas; micelas en barra; o una dispersión laminar.

30 Como se anota arriba, las micelas pueden ser esféricas o parecidas a barras. Las formulaciones que tienen micelas esféricas tienden a tener una baja viscosidad y muestran comportamiento newtoniano frente de cizalladura (es decir, la viscosidad permanece constante como una función de la velocidad de cizalladura; así, si se desea un vertido fácil del producto, la disolución es menos viscosa y, como consecuencia, no se suspende bien). En estos sistemas, la viscosidad aumenta de forma lineal con la concentración de tensioactivo.

35 Las disoluciones micelares en barra son más viscosas porque el movimiento de las micelas más largas está restringido. A una velocidad crítica de cizalladura, las micelas se alinean y la disolución se vuelve adelgazada al corte. La adición de sales aumenta el tamaño de las micelas en barra en sí mismas, aumentando la viscosidad de cizalladura cero (es decir, la viscosidad cuando está en la botella) que ayuda a suspender las partículas aunque además aumenta la velocidad crítica de cizalladura (punto al que el producto se vuelve adelgazada al corte; mayores velocidades críticas de cizalladura significa que el producto es más difícil de verter).

40 Las dispersiones laminares difieren de las micelas tanto esféricas como en forma de barra porque pueden tener alta viscosidad de cizalladura cero (por la disposición de empaquetamiento cerrado de las bolitas laminares constituyentes), sin embargo estas disoluciones están muy adelgazadas al corte (dadas fácilmente en vertido). Esto es, las disoluciones pueden volverse más delgadas que las disoluciones de micelas en barra a velocidades de cizalladura moderadas.

45 50 En la formulación de composiciones líquidas de limpieza, por lo tanto, existe la posibilidad de usar disoluciones micelares en barra (cuya viscosidad de cizalladura cero, por ejemplo, capacidad de suspensión, no es muy buena y/o no están muy adelgazadas al corte).

Para formar dichas composiciones laminares, sin embargo, tienen que hacerse algunos compromisos. Primero, cantidades generalmente más altas de tensioactivo se necesitan para formar la fase laminar. Así, se necesita a menudo añadir tensioactivos auxiliares y/o sales que no son deseables ni necesarias. Segundo, solo ciertos tensioactivos formarán esta fase y, por lo tanto, la elección de tensioactivos está restringida.

- 5 En pocas palabras, las composiciones laminares son generalmente más deseables (especialmente para suspender el emoliente y para proporcionar estéticas de consumo), aunque más caras ya que generalmente necesitan más tensioactivo y están más restringidas en el intervalo de tensioactivos que pueden usarse.

10 Cuando se usan disoluciones micelares en barra, a menudo necesitan también el uso de agentes estructurantes externos para mejorar la viscosidad y para suspender partículas (de nuevo, porque tienen menor viscosidad de cizalladura cero que las disoluciones en fase laminar). Para esto, se usan a menudo carbómeros y arcillas. A mayores velocidades de cizalladura (como en el dispensado de producto, la aplicación del producto al cuerpo, o el frotado con las manos), como las disoluciones micelares en barra están menos adelgazadas al corte, la viscosidad de la disolución permanece alta y el producto puede ser fibroso y espeso. Los productos basados en dispersión laminar, que tienen mayor viscosidad de cizalladura cero, pueden suspender más fácilmente emolientes y son típicamente más cremosos. De nuevo, sin embargo, son generalmente más caros de hacer (por ejemplo, están restringidos en que 15 tensioactivos pueden usarse y a menudo necesitan mayor concentración de tensioactivos).

En general, las composiciones en fase laminar son fáciles de identificar por su forma cónica focal característica y textura de estría oleosa mientras que la fase hexagonal muestra textura angular en forma de abanico. En contraste, las fases micelares son ópticamente isotrópicas.

- 20 Tiene que entenderse que las fases laminares pueden estar formadas en una amplia variedad de sistemas tensioactivos usando una amplia variedad de "inductores" de fase laminar como se describe, por ejemplo, en la publicación PCT, WO 97/05857. Generalmente, la transición de micela a fase laminar son funciones de área promedio eficaz del grupo polar del tensioactivo, la longitud de la cola extendida, y el volumen de la cola. El uso de tensioactivos ramificados o tensioactivos con grupos polares más pequeños o colas voluminosas, son todas formas eficaces para inducir transiciones de barra micelar a laminar. 25

La Patente de Estados Unidos número 5.661.189 dirigida a una composición detergente, enseña una composición de limpieza y humectación líquida acuosa que comprende un agente de superficie activa seleccionado de agentes de superficie activa aniónicos, no iónicos, zwitteriónicos y catiónicos y mezclas de los mismos; un agente aditivo que tiene un tamaño de partícula promedio en peso en el intervalo de 50 a 500 micras; y un agente espesante. El agente espesante se añade al agente aditivo en una cantidad de 1 a 50% en peso, en base al agente aditivo. 30

La Patente de Estados Unidos número 5.965.500 para una composición líquida estable que comprende altos niveles de emolientes, enseña el uso de composiciones líquidas acuosas altamente espumantes con niveles de aceite/emoliente igual a o en exceso de nivel de tensioactivo. Los buenos niveles de espuma pueden mantenerse a dichos altos niveles de emoliente. Además del tensioactivo y el emoliente, las composiciones también comprenden preferiblemente ácido graso C12-24 y/o polímero catiónico. 35

La Patente de Estados Unidos número 6.174.846 para una composición líquida con estabilidad a baja temperatura mejorada, enseña el uso de composiciones líquidas de limpieza en una fase laminar. El uso de cantidades mínimas de emulsionantes hidrófilos poliméricos definidos en combinación con un agente estructurante que induce la fase laminar, se ha encontrado que mejora tanto la viscosidad inicial como la viscosidad/estabilidad de deshielo libre (baja temperatura). 40

Se describe la Solicitud de Patente de Estados Unidos con Número de Publicación 2003/010246 para unas composiciones tensioactivas estables para suspender componentes, que enseña una composición tensioactiva de flujo libre que comprende al menos un agente de superficie activa aniónico, una alcanolamida, un electrolito, y agua. En particular, la composición es una composición tensioactiva que tiene propiedades de adelgazamiento al corte no Newtoniano de flujo libre y la capacidad de suspender componentes y es estable bajo al menos un ciclo de congelación/deshielo. 45

Tiene que notarse, sin embargo, que los productos de esferulita actuales necesitan una mejora en el reparto oleoso a sustratos tales como piel, pelo o lana. Así, permanece una necesidad de proporcionar un reparto mejorado de una fase oleosa a un sustrato tal como piel, pelo o lana incorporando el aceite en la fórmula de esferulita a una etapa tardía en el procedimiento de fabricación, y protegiendo el aceite de la emulsificación excesiva. 50

También hay una necesidad para mejorar el reparto de la fase oleosa a la piel incorporando el aceite en la fórmula de esferulita a una etapa tardía en el procedimiento de fabricación, en conjunto con concentraciones aumentadas de sal.

Los documentos WO-A-2004/050055 y US-A-2004/0092415 describen composiciones líquidas de aseo personal rayadas que contienen una fase de limpieza y una fase aditiva separada con estabilidad mejorada. En la composición, una primera raya comprende una fase de limpieza que comprende un tensioactivo, agua y opcionalmente ingredientes de aseo personal convencionales adicionales. 55

Los documentos WO-A-2004/026276 y US-A-2004/0057920 describen además composiciones líquidas de aseo personal rayadas que contienen una fase de limpieza y una fase aditiva separada.

El documento WO 00/59454 describe composiciones de limpieza laminares no Newtonianas que contienen como tensioactivo aniónico trideceth-sulfato de sodio, tensioactivos anfóteros, un ácido graso y una goma guar catiónica.

- 5 El documento US-A-5.683.683 describe una composición de aseo corporal para impartir propiedades acondicionantes a la piel. La composición de aseo corporal incluye tensioactivo aniónico, compuesto acondicionante catiónico polimérico, éster de fosfato cuaternario y un canier acuoso.

#### Breve resumen de la invención

- 10 La presente invención proporciona un método para hacer una composición según la reivindicación 1 y además proporciona una composición según la reivindicación 12. La presente invención está dirigida particularmente, en parte, a nuevas composiciones que contienen esferulitas y métodos para hacer lo mismo.

#### Breve descripción de los dibujos

- 15 La FIGURA 1 representa el efecto de la estructura de la fase de tensioactivo en la deposición de aceite de girasol: esferulitas frente a aceite emulsionado. A una concentración de aceite constante de 10% en peso y una concentración de tensioactivo total constante de 10,8%, la fórmula de esferulita reparte aproximadamente 4,5 veces más aceite a un sustrato de lana cuando se compara con una emulsión de aceite en agua,  $p \leq 0,05$ . Las composiciones se resumen en la Tabla 1.

- 20 La FIGURA 2 muestra que la viscosidad de las composiciones de esferulita que contienen aceite de girasol pueden modificarse mediante la incorporación de una goma guar tal como Jaguar S (Rhodia). El aumento de la concentración de la goma guar Jaguar S aumenta significativamente la viscosidad de la fórmula cuando se mide con un Viscosímetro Brookfield. Las composiciones se resumen en la Tabla 6.

#### Descripción detallada de la invención

- 25 Las realizaciones preferidas de la invención están dirigidas a una nueva aproximación para mejorar el reparto de una fase oleosa a un sustrato tal como pelo, piel o lana. Las realizaciones preferidas de la invención usan tecnología de esferulitas con la incorporación selectiva de la fase oleosa después de formarse las esferulitas. El material de esferulita puede formarse en presencia de sal con cizalladura y pH ligeramente ácido. Esta aproximación se aprovecha de la reducción significativa en la difusión de partículas en las fórmulas de aseo corporal estructuradas en esferulitas.

Según una realización de la invención, se hace una composición de esferulitas combinando un componente tensioactivo, sal y una fase oleosa en donde:

- 30 (I) el componente tensioactivo comprende (en base a la fórmula final de la composición de esferulita):
- (a) de 6 a 10% en peso de trideceth-sulfato de sodio;
  - (b) de 1,8 a 3,0% en peso de unos agentes estructurantes seleccionados de lauro-anfoacetato o cocoamido-propilbetaina
  - (c) de 1,1 a 3,0% en peso de reforzante de espuma;
  - 35 (d) agua; y
  - (e) 0,2 a 0,8% en peso de una goma guar catiónica;

(II) el componente de sal es preferiblemente NaCl; y

- 40 (III) la fase oleosa comprende preferiblemente hasta el 15% en peso de la composición total. Preferiblemente, la fase oleosa comprende uno o más aceites seleccionados del grupo que consiste en aceites vegetales, aceites minerales, y aceites de silicona.

La composición de esferulita está hecha usando etapas secuenciales que comprenden:

- (a1) premezclar la goma guar catiónica en agua, para hidratar y dispersar dicha goma;
- (b1) añadir el componente tensioactivo al componente (a1);
- (c1) ajustar el pH del componente (b1) para estar en un intervalo de  $5,5 \pm 1$ ;
- 45 (d1) añadir de 1 a 3% en peso de la sal del componente (c1) mientras se mantiene el nivel de sal a o por debajo de 6% en peso;

(e1) aplicar cizalladura al componente (d1) para formar la composición de esferulita a una velocidad de cizalladura que no excede los 20  $\text{seg}^{-1}$ ;

(f1) añadir la fase oleosa al componente (e1) con mezcla.

5 Las cantidades se basan en el peso de la composición total. Preferiblemente, el contenido total en agua de la composición de esferulita está en el intervalo de aproximadamente 55 a aproximadamente 80% en peso. En ciertas realizaciones, las etapas (c1) y (d1) pueden revertirse.

Partes de la composición de tensioactivo pueden encontrarse premezcladas. Por ejemplo, los ingredientes (a)-(c) de la composición de tensioactivo están disponibles como la mezcla de tensioactivo MIRACARE SLB-365 de Rhodia.

10 Pueden incluirse ingredientes opcionales en el sistema de esferulita para controlar y/o aumentar la viscosidad del producto final. Por ejemplo, un caso, una goma guar no catiónica (por ejemplo, hasta 1% en peso de Jaguar S de Rhodia) puede incorporarse en la fórmula para aumentar la viscosidad. (Notar que la Figura 2 muestra que como la cantidad total de materiales Jaguar S y Jaguar C-17 en la fórmula está aumentada, entonces la viscosidad de la fórmula puede aumentarse significativamente de aproximadamente 5.000 a aproximadamente 13.500 cps, usando un Viscosímetro Brookfield (huso n° 5 a 20 rpm)).

15 Una realización particular de la invención puede describirse como una composición de esferulita que comprende: una pre-mezcla de tensioactivo que contiene menos que o igual a 36% en peso de trideceth-sulfato de sodio, menos que o igual a 10% en peso de lauroanfoacetato, y menos que o igual a 6 a 11% en peso de cocomoetanolamida en agua. Esta premezcla de tensioactivo puede obtenerse de Rhodia, y es similar a un material comercial disponible como MIRACARE SLB-365. Las concentraciones exactas de los componentes individuales del tensioactivo pueden modificarse para alterar las concentraciones de tensioactivo en el producto final.

20 En ciertas realizaciones el 0,2 a 0,8% en peso, más preferiblemente 0,2 a 0,7% en peso, y lo más preferiblemente 0,3 a 0,5% en peso de una goma guar catiónica tal como cloruro de guar-hidroxiopropiltrimonio ("HPTC") (por ejemplo, como se vende bajo el nombre Jaguar C-17 de Rhodia (Cranberry, NJ)) puede, por ejemplo, añadirse al agua en la formulación y mezclarse hasta hidratarse totalmente y dispersarse. (El agua adicional en la formulación representa, por ejemplo, 56 a 58% de la fórmula final.) La goma guar catiónica puede añadirse a la disolución acuosa a temperatura ambiente o calentando la disolución (por ejemplo, a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 40 a 50 grados C), y mezclando lentamente antes de la adición a la disolución de tensioactivo.) La premezcla de tensioactivo puede diluirse entonces en la mezcla goma guar catiónica/agua (mezcla Jaguar C-17 (HPTC)/agua) para dar una mezcla que, después de completarse la formación de la composición final, comprende:

- 30 (a) preferiblemente 16 a 9% en peso y más preferiblemente 7,35 a 8,25% en peso de trideceth-sulfato de sodio;
- (b) preferiblemente 1,8 a 3,0% en peso y más preferiblemente 2,04 a 2,29% en peso de un agente estructurante seleccionado de lauroanfoacetato o cocoamidopropilbetaina;
- 35 (c) preferiblemente 1,1 a 3,0% en peso y más preferiblemente 1,22 a 2,52% en peso de un reforzante de espuma (por ejemplo, cocomoetanolamida y más particularmente donde una parte de la cocomoetanolamida se añade a la disolución de tensioactivo calentando la disolución a aproximadamente 40 grados C, y añadiendo lentamente cocomoetanolamida fundida);
- (d) agua (por ejemplo, 52 a 54% en peso de la premezcla de tensioactivo);

en donde como etapas secuenciales:

40 (a1) después de que la pre-mezcla de tensioactivo y la goma guar catiónica que contiene agua se mezclan, el pH se ajusta para estar en el intervalo de  $5,5 \pm 1$ ;

(b1) preferiblemente 1 a 3% en peso y lo más preferiblemente 1,5 a 2,5% en peso de sal se añade a la disolución (por ejemplo, NaCl que se añade a la formulación disuelta en agua como una disolución de salmuera (por ejemplo, aproximadamente 25% en peso de salmuera).

45 (c1) se aplica cizalladura a la muestra para mezclar los diversos componentes, y para inducir la formación de esferulitas en la formulación (por ejemplo, usando una velocidad máxima de cizalladura menor que o igual a 20  $\text{seg}^{-1}$ ).

(d1) una fase oleosa que comprende uno o más miembros seleccionados del grupo que consiste en aceites vegetales (por ejemplo, Aceite de Girasol y/o Aceite de Soja) que comprende hasta

50 15% en peso de la composición de esferulita se añade a la mezcla usando mezcla sencilla. La fase oleosa puede añadirse a la formulación después de que se formen las esferulitas o antes del ajuste del pH y la adición de sal para formar una fórmula estable.

Un ingrediente opcional para controlar la viscosidad del producto final, por ejemplo, goma guar (por ejemplo Jaguar S de Rhodia) puede incorporarse en la fórmula para aumentar la viscosidad. El Jaguar S puede añadirse a la fase

acuosa según el método de arriba al mismo tiempo que el HPTC (Jaguar C-17), seguido por mezcla meticulosa hasta que los materiales Jaguar se hidraten totalmente. Se pueden añadir los materiales Jaguar S y Jaguar C-17 a la disolución acuosa calentando la disolución a aproximadamente 40 a aproximadamente 50 grados C, y mezclando lentamente antes de la adición a la disolución de tensioactivo para mejorar la disolución e hidratación. La incorporación de una mezcla de materiales tanto Jaguar C-17 como Jaguar S, puede usarse para aumentar significativamente la viscosidad de la fórmula. La Figura 2 muestra que cuando la cantidad total de materiales Jaguar S y Jaguar C-17 en la fórmula se aumenta, la viscosidad de la fórmula puede aumentarse significativamente de aproximadamente 5.000 a aproximadamente 13.500 cps, (medidas hechas usando un Viscosímetro Brookfield (huso nº 5 a 20 rpm)).

Otros ingredientes opcionales que pueden incorporarse en las composiciones de esferulita de la invención incluyen fragancias, agentes antibacterianos tales como triclosan y TCC, agentes anticasca tales como climbazol y piritiona de zinc, y otros materiales particulados o hidrófobos.

La formulación de arriba puede hacerse a temperatura ambiente, si toda la cocomonoeanolamida se incorpora en la pre-mezcla de tensioactivo, o a aproximadamente 40 a aproximadamente 50 grados C si una parte de la cocomonoeanolamida se añade a la fase acuosa. Si la formulación se hace a aproximadamente 40 a aproximadamente 50 grados C, la carga se enfría a temperatura ambiente después de la adición de los materiales Jaguar C-17 y/o Jaguar S para facilitar la adición de otros componentes.

En ciertas realizaciones, para maximizar el potencial para el reparto de aceite a un sustrato de la fórmula, la fase oleosa puede añadirse después de formarse las esferulitas, aprovechándose de la significativa reducción en la difusión de partículas en las fórmulas de aseo corporal estructuradas en esferulitas. La Tabla 4 muestra que la adición de cantidades mayores de NaCl al sistema tensioactivo de esferulitas donde se añade el aceite después de la formación de las esferulitas lleva a un aumento sustancial de la deposición de la fase oleosa en un sustrato durante el lavado. Esto no se observa si el aceite se añade a la fórmula antes de formarse las esferulitas.

### Ejemplos

Los siguientes ejemplos se ofrecen como ilustrativos de la invención y no se han construido como limitaciones de la misma. En los Ejemplos y en otro lugar en la descripción de la invención, los símbolos químicos y la terminología tienen sus significados normales y habituales. La Tabla 7 es una lista de componentes de la fórmula y nombres comerciales usados en los ejemplos actuales. En los Ejemplos como en otro lugar en esta aplicación, los valores para n, m, etc. en las fórmulas, pesos moleculares y grado de etoxilación o propoxilación, son promedios. Las temperaturas están en grados C a menos que se indique otra cosa. Las cantidades de los componentes están en porcentajes en peso en base al patrón descrito; si no se describe otro patrón, entonces el peso total de la composición se va a deducir. Diversos nombres de componentes químicos incluyen los enumerados en el Diccionario de Ingredientes Cosméticos Internacional CTFA (Cosmetics, Toiletory and Fragrance Association, Inc., 7ª ed. 1997).

Una lista de componentes de fórmula y nombres comerciales usada en los ejemplos actuales se muestra en la tabla 7. Todos los ejemplos se hicieron usando los métodos descritos arriba. Al se refiere a nivel activo.

#### Ejemplo 1A y 1B

Los experimentos preliminares usando un ensayo patrón de unión a lana se llevaron a cabo para determinar si el cambio de la estructura de la fase tensioactiva de una emulsión de aceite en agua a una estructura de fase esferulítica mejoró el reparto de aceite a la superficie de la piel durante el aseo (Figura 1 y Tabla 1). Los experimentos iniciales mostraron que a la misma concentración de aceite de 10% y concentración total de tensioactivo de 10,8%, un sistema tensioactivo esferulítico repartía aproximadamente 4,5 veces más aceite al sustrato de lana en comparación con la fórmula de emulsión de aceite en agua ( $p \leq 0,05$ , Figura 1).

#### Ejemplo 1A

Un método particular para hacer la invención es como sigue. Notar que el cloruro de guar-hidroxiopropiltrimonio ("HPTC") (por ejemplo, como se vende bajo el nombre Jaguar C-17 de Rhodia (Cranberry, NJ)) se forma como una premezcla con agua y se mezcla hasta que se hidrata totalmente y se dispersa. El agua adicional en la formulación representa el 62,7% en peso de la fórmula final. Se selecciona la pre-mezcla de tensioactivo que contiene menos que o igual a 36% en peso de trideceth-sulfato de sodio, menos que o igual a 10% en peso de lauroanfoacetato, y menos que o igual a 6 a 11% en peso de cocomonoeanolamida en agua. Esta premezcla de tensioactivo puede obtenerse de Rhodia, y es similar a un material comercial MIRACARE SLB-365. Las concentraciones exactas de los componentes individuales del tensioactivo pueden modificarse para alterar las concentraciones del tensioactivo en el producto final. La premezcla del tensioactivo se mezcla con la disolución de Jaguar C-17 para dar una concentración final de los componentes del tensioactivo como se enumera en la Tabla 1. Los tipos y cantidades de ingredientes se enumeran en la Tabla 1. Después de que la pre-mezcla de tensioactivo y el HPTC que contiene agua se mezclan, la temperatura se aumenta a 50 grados C, y se añade la cocomonoeanolamida como un fundido. La muestra se agita hasta que toda la cocomonoeanolamida está completamente dispersa. El aceite de girasol se añade entonces, seguido por mezcla, y la fórmula se enfría a 40 grados C, en cuyo momento se añade el conservante. La fórmula se enfría entonces a temperatura ambiente.

Etapas secuenciales adicionales son

(a1) el pH se ajusta para ser 5,2 añadiendo ácido cítrico;

(b1) 1% en peso de NaCl se añade a la formulación disuelta en agua como una disolución de salmuera;

5 (c1) se aplica cizalladura a la muestra para mezclar los diversos componentes, manteniendo una velocidad máxima de cizalladura menor que o igual a  $20 \text{ seg}^{-1}$ ; y

10 Notar que para Ejemplos posteriores, se usa un ingrediente opcional para controlar y aumentar la viscosidad del producto final (una goma guar no catiónica, Jaguar S de Rhodia). El Jaguar S se añade a la fase acuosa según el método de arriba al mismo tiempo que el HPTC (material Jaguar C-17), seguido por la mezcla meticulosa hasta que los materiales Jaguar están totalmente hidratados y dispersos. Los materiales Jaguar S y Jaguar C-17 se añaden a la disolución acuosa calentando la disolución a entre 40 a 50 grados C (lo que se hizo en los Ejemplos aunque no se necesita necesariamente), y mezclando lentamente antes a la adición a la disolución tensioactiva para mejorar la disolución e hidratación. (Por ejemplo, la formulación puede hacerse o bien a temperatura ambiente, si toda la co-

15 comonoetanolamida se incorpora en la pre-mezcla de tensioactivo, o entre 40 y 50 grados C si una parte de la comonoetanolamida se añade a la fase acuosa.) Si la formulación se hace entre 40 y 50 grados C, la carga se enfría a temperatura ambiente después de la adición de los materiales Jaguar C-17 y/o Jaguar S para facilitar la adición de otros componentes.

20 En el Ejemplo 1A, el aceite se añadió antes de que se formaran las esferulitas. El resto de los Ejemplos tiene el orden de adición anotado en las Tablas. La fase oleosa se añadiría después de formarse las esferulitas, aprovechándose de la significativa reducción en la difusión de partícula en las fórmulas de aseo corporal estructuradas en esferulitas.

#### Ejemplo 1B

25 Un método particular para hacer una emulsión de aceite en agua es como sigue. Una fase primaria de agua se calienta a 80 grados C, y se añade la hidroxipropilmetilcelulosa (disponible de Dow Chemical como METHOCEL® E4Ma) y se mezcla hasta que se disperse totalmente. El decil-glucósido se añade entonces y se mezcla completamente. Una segunda fase se forma calentando el aceite de girasol a entre 60 y 65 C, a la que se añade polímero reticulado de acrilato (disponible como PEMULEN® TR1 de Noveon), seguido por dispersión con mezclado vigoroso. La segunda fase se enfría entonces a 60 grados C, y se añade el ácido láurico. La segunda fase se agita entonces durante 30 minutos. El SLES se añade entonces a la segunda fase con mezcla, después todos los ingredientes adicionales para la emulsión de aceite en agua enumerados en la Tabla 1 se añaden en el orden presentado en la

30 Tabla 1. Cada ingrediente se mezcla completamente en la fórmula antes de añadirse el siguiente ingrediente. La muestra se enfría después por debajo de 40 C, y se añade el conservante DMDMH.

Tabla 1

Composiciones para la adición de aceite de girasol a una fórmula que es una fórmula o bien de esferulita o de emulsión de aceite en agua identificada en la Figura 1.		
Ingrediente	Esferulita	Emulsión A/A
DI H <sub>2</sub> O	62,68	45,16
Jaguar C17	0,70	-
MIRACARE SLB-365 (48% Al)	20,42	-
Alcamida C212	1,00	-
Aceite de Girasol	10,00	10,00
Ácido Cítrico (disolución al 50%)	1,00	-
Cloruro Sódico (disolución al 25%)	4,00	-
METHOCEL® E4M	-	0,50
Decilglucósido	-	1,20
PEMULEN® TR1	-	0,50
Ácido Láurico	-	1,00

SLES (36% AI)	-	30,00
CAP Betaina	-	8,50
Trietanolamina	-	0,30
MERQUAT® Plus 3330	-	1,37
MERQUAT® 150	-	0,88
Hampene 100	-	0,20
Glydant DMDMH	0,20	0,40

Ejemplo 2

5 Los experimentos se llevaron a cabo entonces para determinar si la adición de aceite antes o después de la formación de las esferulitas modificaría la deposición de aceite en un sustrato (Tablas 2 y 3). El método descrito en el Ejemplo 1 se repitió con los tipos y cantidades de ingredientes descritos en las Tablas 2 y 3. De forma interesante, la adición del aceite después de la formación de las esferulitas llevó a un aumento significativo en la deposición de aceite. Los datos en la Tabla 2 sugieren que la deposición aumentada con adición posterior de aceite puede ser mayor a concentración reducida de tensioactivo de 10,8% en comparación a aproximadamente 15,6%.

Tabla 2:

Efecto de la concentración de tensioactivo y el orden de adición de aceite de girasol a una fórmula o bien antes o después de la formación de esferulitas. Las composiciones de la fórmula se resumen en la Tabla 3.		
% de tensioactivo	Deposición de aceite pre-mezcla µg/cm <sup>2</sup>	Deposición de aceite post-mezcla µg/cm <sup>2</sup>
10,8	227 ± 16	282 ± 20
15,6	241 ± 8	288 ± 61
P≤	0,222	0,864

10

Tabla 3

Composiciones para la adición de aceite de girasol a una fórmula o bien antes o después de la formación de esferulitas identificadas en la Tabla 2.				
Ingrediente	10,8% de tensioactivo- aceite pre-mezcla	10,8% de tensioactivo- aceite post-mezcla	15,6% de tensioactivo- aceite pre-mezcla	15,6% de tensioactivo- aceite post-mezcla
DI H <sub>2</sub> O	57,7	57,69	47,91	47,5
Versene 100	0,21	0,2	0,5	0,2
Jaguar C 17	0,71	0,71	0,7	0,69
MIRACARE SLB-365 (48% AI)	20,45	20,48	29,82	31,01
Alcamida C212	0,99	1	0,87	0,87
Aceite de Girasol	10,05	10,2	9,98	9,78
Glydant DMDMH	0,2	0,21	0,4	0,4
Ácido Cítrico (disolu- ción al 50%)	0,81	0,82	0,99	0,9
Cloruro Sódico (disolu- ción al 25%)	8,01	8,03	7,96	7,85
Fragancia	0,8	0,85	0,79	0,79

## Ejemplo 4

5 Experimentos adicionales han mostrado que la estructura y estabilidad de los sistemas basados en esferulitas es dependiente de la fortaleza iónica de la fase acuosa. El método descrito en el Ejemplo 1 se repitió con los tipos y cantidades de ingredientes enumerados en las Tablas 4 y 5. La estructura y viscosidad aumenta con el aumento de la concentración de NaCl entre el 0% y el 3% de sal añadida evaluada. Los experimentos se llevaron a cabo para determinar si el cambio en la concentración de sal tendría un impacto en la deposición de aceite en un sustrato. Las Tablas 4 y 5 muestran que la adición de NaCl aumenta la deposición de aceite solo cuando el aceite se añade a las fórmulas después de formarse las esferulitas. Un claro, y significativo ( $p \leq 0,02$ ), aumento dependiente de la dosis en la deposición de aceite se observa entre 1,58 y 2,42% en peso de NaCl añadido. Estos resultados fueron inesperados, y sugieren que la eficacia del reparto de aceite puede mejorarse adicionalmente controlando la concentración de sal en la formulación.

Tabla 4

Efecto de la concentración de NaCl y el orden de adición de aceite de girasol a una fórmula o bien antes o después de la formación de esferulitas. Las composiciones de la fórmula se resumen en la Tabla 5.		
% en peso de NaCl añadido	Deposición antes de añadir aceite $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Deposición después de añadir aceite $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
1,58	228 $\pm$ 42	238 $\pm$ 23
2,00	257 $\pm$ 7	232 $\pm$ 19
2,42	241 $\pm$ 11	300 $\pm$ 25
$P \leq$	0,54	0,02

Tabla 5

Composiciones para la adición de aceite de girasol a una fórmula o bien antes o después de la formación de esferulitas identificadas en la Tabla 4.						
Ingrediente	1,58% NaCl- Aceite pre- mezcla	2,00% NaCl- aceite pre- mezcla	2,48% NaCl- aceite pre- mezcla	1,58% NaCl- aceite post- mezcla	2,00% NaCl- aceite post- mezcla	2,48% NaCl- aceite post- mezcla
DI H <sub>2</sub> O	58,9	57,25	55,61	58,99	57,35	55,7
Versene 100	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Jaguar C17	0,7	0,7	0,7	0,71	0,71	0,71
MIRACARE SLB-365 (48% Al)	20,77	20,77	20,77	20,8	20,8	20,8
Alcamida C212	1,03	1,03	1,03	1,01	1,01	1,01
Aceite de Girasol	10,2	10,2	10,2	10,07	10,07	10,07
Glydant DMDMH	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Ácido Cítrico (disolución al 50%)	0,67	0,67	0,67	0,68	0,68	0,68
Cloruro Sódico (disolución al 25%)	6,31	7,96	9,6	6,32	7,97	9,62
Fragancia	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81
Al= nivel activo						

Ejemplo 6

5 Se llevaron a cabo experimentos adicionales para determinar si la Viscosidad de Brookfield (medida con un huso n° 5 a 20 rpm) podría modificarse usando un guar en vez de cambiando significativamente la concentración de sal. Las fórmulas se hicieron añadiendo la adición de Jaguar C-17 y Jaguar S a la disolución acuosa a 40 C antes de la adición de la pre-mezcla de tensioactivo.

La Figura 2 muestra que la viscosidad del gel de ducha basado en esferulitas puede modificarse significativamente mediante la incorporación de pequeñas concentraciones de gomas guar tanto como materiales Jaguar S y Jaguar C17 de (Rhodia).

Tabla 6

Composiciones para la adición de goma guar Jaguar S a fórmulas de gel de ducha de esferulitas que contienen aceite de girasol identificado en la Figura 2.			
Fórmula	0,6% de Jaguar	0,8% de Jaguar	1,2% de Jaguar
DI H <sub>2</sub> O	57,28	57,08	56,68
Versene 100	0,2	0,2	0,2
Jaguar C 17	0,3	0,3	0,4
Jaguar S	0,3	0,5	0,8
MIRACARE SLB-365 (48% AI)	20,8	20,8	20,8
Alcamida C212	1,02	1,02	1,02
Aceite de Girasol	10	10	10
Glydant DMDMH	0,4	0,4	0,4
Ácido Cítrico (disolución al 50%)	0,7	0,7	0,7
Cloruro Sódico (disolución al 25%)	8,2	8,2	8,2
Fragancia	0,8	0,8	0,8

Tabla 7

Una lista de componentes de fórmula y nombres comerciales usados en los actuales ejemplos.	
Ingrediente	Nombre comercial/genérico
Ácido etilendiamin-tetraacético tetrasodio	Versene 100
Cloruro de guar-hidroxiopropiltrimonio	Jaguar C 17
Goma Guar	Jaguar S
Una mezcla de trideceth-sulfato sódico, lauroanfoacetato y cocomo-noetanolamida	MIRACARE SLB-365
Alcamida C212 (Cocomonoetanolamida)	Sistema tensioactivo
Ácido Cítrico al 50% en peso en H <sub>2</sub> O	Ácido cítrico (50% AI)
NaCl al 25% en peso en H <sub>2</sub> O	Salmuera (25% AI)
DMDMH	Glydant
Hidroxiopropilmetilcelulosa	METHOCEL® E4M
Polímero reticulado de Acrilatos/acrilato de Alquilo C10-C30	PEMULEN® TR1
Laureth-sulfato sódico (2EO)	SLES (28% AI)
Cocamidopropil-betaina	CAP betaina
Poliquaternium-39	MERQUAT® Plus 3330
Poliquaternium-7	MERQUAT® 150
Ácido Etilendiamina-tetraacético tetrasodio	Hampene 100 (39% AI)

## REIVINDICACIONES

1. Un método para hacer una composición que comprende las etapas de:
  - (a) premezclar una goma guar catiónica en agua para hidratar y dispersar la goma;
  - (b) añadir un componente tensioactivo a la premezcla de la etapa (a);
  - 5 (c) ajustar el pH de la mezcla obtenida en la etapa (b) para estar en el intervalo de 5,5 +/- 1;
  - (d) añadir 1 a 3% en peso de una sal a la mezcla obtenida en la etapa (b) mientras se mantiene el nivel de sal a o por debajo de 6% en peso;
  - (e) aplicar cizalladura a la mezcla obtenida en la etapa (d) a una velocidad de cizalladura que no excede los 20 seg<sup>-1</sup> para formar una composición de esferulita; y
  - 10 (f) mezclar una fase oleosa con la composición de esferulita,

en donde la etapa (b) comprende añadir un componente tensioactivo que comprende 6 a 10% en peso de trideceth-sulfato de sodio, 1,8 a 3,0% en peso de un agente estructurante en donde el agente estructurante se selecciona de lauroanfoacetato o cocoamidopropilbetaina y 1,1 a 3,0% en peso de un reforzante de espuma a la premezcla de la etapa (a), el % en peso estando basado en el peso total de la composición.
- 15 2. El método según la reivindicación 1, en donde el contenido total de agua de la composición es 55 a 80% en peso, en base al peso total de la composición.
3. El método según la reivindicación 1 o 2, en donde el componente tensioactivo comprende cocomoetanolamida.
4. El método según cualquier reivindicación precedente, en donde la fase oleosa comprende un aceite seleccionado de un aceite vegetal, un aceite mineral y un aceite de silicona.
- 20 5. El método según la reivindicación 4, en donde el aceite vegetal se selecciona de aceite de girasol y aceite de soja.
6. El método según cualquier reivindicación precedente, en donde la fase oleosa comprende hasta el 15% en peso, en base al peso total de la composición.
7. El método según la reivindicación 1, en donde el agua comprende 45 a 55% en peso en base al peso total de la composición.
- 25 8. El método según cualquier reivindicación precedente, en donde la goma guar catiónica está presente en la composición en una cantidad de 0,2 a 0,8% en peso, en base al peso total de la composición.
9. El método según cualquier reivindicación precedente, que comprende adicionalmente una goma guar no catiónica.
10. El método según la reivindicación 9, en donde la goma guar no catiónica está presente en la composición en una cantidad de 0,3 a 0,8% en peso, en base al peso total de la composición.
- 30 11. El método según cualquier reivindicación precedente, en donde la sal es NaCl.
12. Una composición que comprende un componente tensioactivo, una sal, y una fase oleosa, en donde la composición es una composición de esferulita y el componente tensioactivo comprende (en base al peso total de la composición):
  - 35 (a) 6 a 8,25% en peso de trideceth-sulfato de sodio;
  - (b) 1,8 a 3,0% en peso de un agente estructurante, en donde el agente estructurante se selecciona de lauroanfoacetato y cocoamidopropilbetaina;
  - (c) 1,1 a 3,0% en peso de un reforzante de espuma;
  - (d) agua; y
  - 40 (e) 0,2 a 0,8% en peso de una goma guar catiónica.
13. La composición según la reivindicación 12, en donde la composición tiene un pH en un intervalo de 5,5 +/-1.
14. La composición según la reivindicación 12 o 13, en donde el contenido total de agua de la composición es 55 a 80% en peso, en base al peso total de la composición.

15. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, en donde el reforzante de espuma es cocomo-  
noetanolamida.
16. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 15, en donde la fase oleosa comprende un aceite  
seleccionado de un aceite vegetal, un aceite mineral y un aceite de silicona.
- 5 17. La composición según la reivindicación 16, en donde el aceite vegetal se selecciona de aceite de girasol y aceite  
de soja.
18. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 17, en donde la fase oleosa comprende hasta 15%  
en peso, en base al peso total de la composición.
- 10 19. La composición según la reivindicación 12, en donde el agua comprende 45 a 55% en peso, en base al peso  
total de la composición.
20. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 18, que comprende adicionalmente una goma  
guar no catiónica.
21. La composición según la reivindicación 20, en donde la goma guar no catiónica está presente en la composición  
en una cantidad de 0,3 a 0,8% en peso, en base al peso total de la composición.
- 15 22. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 21, en donde la sal es NaCl.

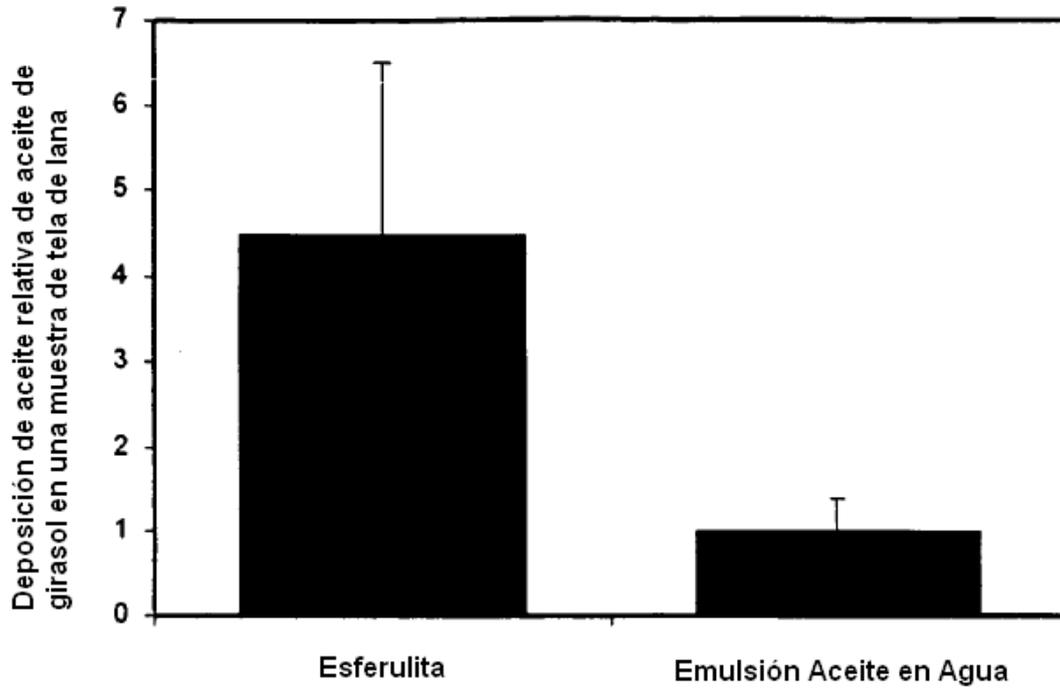


FIGURA 1

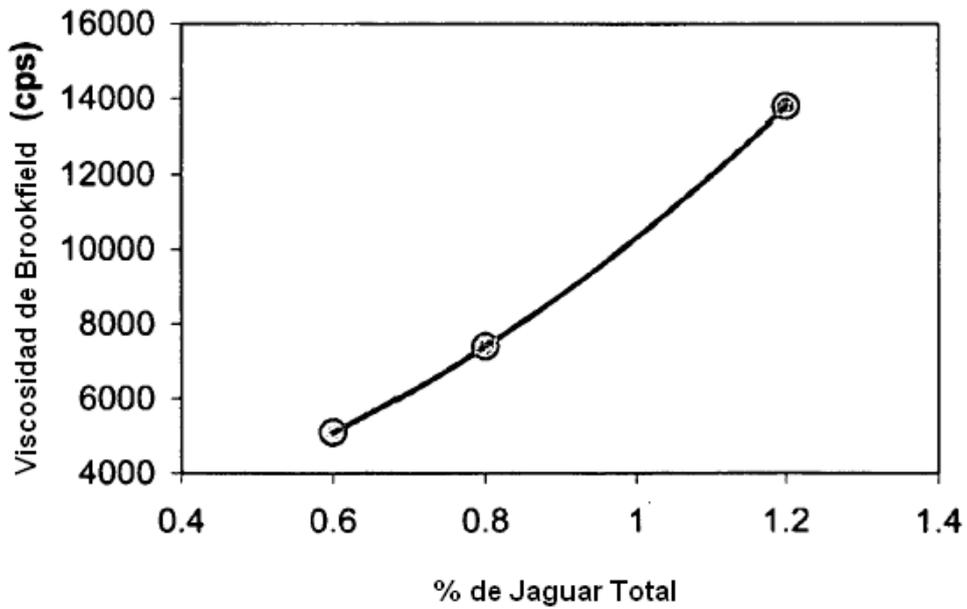


FIGURA 2