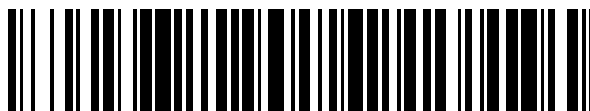


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 385 263**

51 Int. Cl.:

A61K 8/19 (2006.01)

A61K 8/28 (2006.01)

A61K 8/29 (2006.01)

A61K 8/73 (2006.01)

A61Q 5/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07839917 .7**

96 Fecha de presentación: **02.11.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **2088987**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.08.2009**

54 Título: **Polímeros dispersables de poligalactomanano tratados con quelato o sal de metal sin borato para uso en aplicaciones de cuidado personal y cuidado del hogar**

30 Prioridad:
03.11.2006 US 856486 P

73 Titular/es:
**HERCULES INCORPORATED
HERCULES PLAZA 1313 N. MARKET STREET
WILMINGTON, DE 19894-0001, US**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
20.07.2012

72 Inventor/es:
**ERAZO-MAJEWICZ, Paquita;
KROON, Gijsbert y
MAJEWICZ, Thomas G.**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
20.07.2012

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

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).

ES 2 385 263 T3

DESCRIPCIÓN

Polímeros dispersables de poligalactomanano tratados con quelato o sal de metal sin borato para uso en aplicaciones de cuidado personal y cuidado del hogar.

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere al uso de una goma guar catiónica que está reticulada con un agente quelante orgánico de titanato o circonato sin borato para formar partículas discretas de guar que son capaces de dispersarse fácilmente en agua, lo que permite procesamiento posterior del guar tal como por lavado. El guar y sus derivados se usan para cuidado personal y cuidado del hogar.

Antecedentes de la invención

- 10 Los poligalactomananos y sus derivados se usan en diversas aplicaciones tales como recuperación de aceite, productos de cuidado personal, aplicaciones textiles, aplicaciones de papel, aplicaciones de revestimiento, aplicaciones alimentarias, etc.

- 15 Los poligalactomananos y sus derivados son difíciles de dispersar en disoluciones acuosas, puesto que tienden a formar partículas pegajosas que forman coágulos y se aglomeran, haciendo difícil la disolución. Para mejorar la disolución de los polímeros se usan agentes de reticulación, tales como bórax, para facilitar el lavado con agua del poligalactomanano después de la reacción y para mejorar la dispersabilidad del poligalactomanano en agua.

Se han descrito agentes de reticulación a base de sales de borato, sales de aluminio, sales de cobre, hierro, plomo, calcio, y sodio. Se han mencionado otros agentes de reticulación tales como sales metálicas a base de titanio y circonio, sin definición clara del método o procedimiento para su uso.

- 20 Existe preocupación sobre los peligros del boro en algunos productos de consumo, y existe necesidad de agentes de reticulación alternativos para uso en la purificación y manejo de polímeros de poligalactomanano y sus derivados.

- En aplicaciones de cuidado personal, tales como cuidado del cabello y cuidado de la piel, y en aplicaciones para el hogar, tales como aplicaciones para el cuidado de materiales textiles, hay deseo de que se deposite en el sustrato un revestimiento exento de boro, lo que reduce la energía que se necesita para pasar un peine por el cabello en estado seco o mojado, o proporciona un tacto sedoso, suave a la piel o al material textil. Este revestimiento también puede actuar para mejorar el brillo y la retención de humedad del cabello y la piel, así como su flexibilidad y tacto.
- 25

Resumen de la invención

- La presente invención se dirige al uso de guar que contiene sustituyentes catiónicos reticulado con quelato de titanio o circonio sin borato para cuidado personal o cuidado del hogar. Este guar con bajo contenido en impurezas es de utilidad en diversas aplicaciones tales como producto para cuidado personal y cuidado del hogar. El guar con bajo contenido en impurezas es de utilidad particular en aplicaciones en las que se ha de reducir o eliminar el uso de compuestos que contienen boro.
- 30

Descripción detallada de la invención

- En la presente invención, se ha encontrado que el tratamiento de la mezcla de reacción de guar catiónico con sales de titanio a una relación entre aproximadamente 0,001-0,025 de peso de titanio/peso de polímero de guar conduce a un guar dispersable en agua que permanece como material en partículas discretas que no se aglomera en gel. Se espera que otros quelatos, tales como las sales de circonio, den un resultado similar al de las sales de titanio. La partícula de guar reticulado resultante se lava fácilmente en agua y es fácilmente dispersable en agua.
- 35

- El contenido de esta solicitud es de utilidad como adyuvante de procesamiento para galactomananos. Los poligalactomananos son polisacáridos compuestos principalmente de unidades de galactosa y manosa y se encuentran habitualmente en el endospermo de semillas de leguminosas tales como guar, haba de algarrobo, acacia de tres espinas, flamboyano, y similares. Los poligalactomananos se pueden usar indistintamente en su forma natural o se pueden sustituir con uno o más grupos funcionales (por ejemplo, grupo carboximetilo). El poligalactomanano que se usa más comúnmente es el guar. El guar que se usa en la presente invención es guar derivatizado, concretamente guar catiónico.
- 40
- 45

- Una ventaja del uso de quelatos de titanio sobre sales de borato es que las sales de borato se disocian en agua a pH más alto que los quelatos de titanio. Esto da como resultado la formación de partículas de gel hinchadas o una masa de gel a un pH más alto. Al permitir que el poligalactomanano permanezca como partícula discreta a valores pH más bajos, se puede realizar el lavado de poligalactomanano en un intervalo de pH más amplio, permitiendo con ello la eliminación de impurezas que no se eliminarían a los intervalos de pH más altos, tales como las especies alcalinas. Estas impurezas pueden reducir la transparencia de disoluciones acuosas del poligalactomanano o pueden ser peligrosas si se permite que queden con el galactomanano en ciertas aplicaciones de uso final, tales como las de cuidado personal.
- 50

Además, se ha encontrado que guares catiónicos tratados con quelato de titanio funcionan bien como agentes acondicionadores y agentes espesantes en composiciones de cuidado personal.

En conformidad con la presente invención, el guar catiónico tiene un límite inferior del grado de sustitución (DS) del sustituyente de 0,001 y un límite superior de 3,0. Preferiblemente, el límite inferior del DS catiónico es 0,01, y más preferiblemente 0,05. El límite superior del DS catiónico es 3,0, preferiblemente 1,0 y más preferiblemente 0,25. El guar catiónico de la presente invención generalmente tiene un peso molecular medio en peso (Mw) con un límite inferior de aproximadamente 50.000 y un límite superior de aproximadamente 5.000.000, preferiblemente el límite inferior del peso molecular es 300.000, y más preferiblemente 400.000. Preferiblemente, el límite superior del peso molecular es 1.500.000, más preferiblemente 1.000.000.

La funcionalidad catiónica del guar o guar derivatizado se puede añadir a la columna vertebral mediante métodos conocidos. Por ejemplo, se puede hacer que el material de guar reaccione durante tiempo suficiente y a suficiente temperatura con reactivos alquilantes de amino terciario o amonio cuaternario, tales como cloruro de 2-dialquilaminoetilo y compuestos de amonio cuaternario tales como cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiltrimetilamonio, y cloruro de 2,3-epoxi-propiltrimetilamonio. Ejemplos preferidos incluyen sales de glicidiltrialquilamonio y sales de 3-halo-2-hidroxiopropiltrialquilamonio tales como cloruro de glicidiltrimetilamonio, cloruro de glicidiltriethylamonio, cloruro de glicidiltripropilamonio, cloruro de glicidiletildimetilamonio, cloruro de glicidildietilmetilamonio, y sus correspondientes bromuros y yoduros; cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiltrimetilamonio, cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiltriethylamonio, cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiltripropilamonio, cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiletildimetilamonio, y sus correspondientes bromuros y yoduros; y compuestos de amonio cuaternario tales como haluros de compuestos que contienen anillo imidazolina.

El guar catiónico también puede contener otros grupos sustituyentes tales como sustituyentes no iónicos, es decir, hidroxialquilo en el que el alquilo representa un resto hidrocarburo lineal o ramificado que tiene 1 a 30 átomos de carbono (por ejemplo hidroxietilo, hidroxipropilo, hidroxibutilo), o son opcionales sustituyentes aniónicos, tales como grupos carboximetilo. Estos sustituyentes opcionales se unen al polímero de guar mediante reacción con reactivos tales como (1) óxidos de alquileo (por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno) para obtener grupos hidroxietilo, grupos hidroxipropilo, o grupos hidroxibutilo, o con (2) ácido clorometilacético para obtener un grupo carboximetilo. El proceso para preparar guar derivatizado es muy conocido en la técnica. El guar catiónico también puede contener mezcla de otro u otros grupos sustituyentes tales como sustituyentes no iónicos, aniónicos y catiónicos.

Los polímeros catiónicos de guar o sus derivados, útiles en la invención, se pueden tratar con varios reactivos conocidos, tales como (1) reactivo cáustico, (2) ácidos, (3) oxidantes bioquímicos, tales como galactosa oxidasa, (4) oxidantes químicos, tales como peróxido de hidrógeno, (5) un método físico que usa máquinas de cizalladura y agitación de alta velocidad, (6) métodos térmicos, (7) reactivos enzimáticos, y (8) mezclas de estos reactivos y métodos. También se pueden incluir opcionalmente reactivos tales como metabisulfito de sodio o sales inorgánicas de bisulfito.

El uso final de los polímeros catiónicos de poligalactomanano tratados con quelato orgánico de metal es como componente en composiciones de cuidado personal y composiciones de cuidado del hogar, en las que la composición de cuidado personal comprende guar catiónico tratado con quelato orgánico de titanio y un ingrediente de cuidado personal. El ingrediente de cuidado personal incluye, pero sin limitación, ingredientes activos, tales como por ejemplo, analgésicos, anestésicos, agentes antibióticos, agentes antifúngicos, agentes antisépticos, agentes anticaspa, agentes antibacterianos, vitaminas, hormonas, agentes antidiarreicos, corticosteroides, agentes antiinflamatorios, vasodilatadores, agentes queratolíticos, composiciones para los ojos secos, agentes cicatrizantes de heridas, agentes antiinfección, así como disolventes, diluyentes, adyuvantes y otros ingredientes tales como agua, alcohol etílico, alcohol isopropílico, propilenglicol, alcoholes superiores, glicerina, sorbitol, aceite mineral, conservantes, tensioactivos, propelentes, fragancias, aceites esenciales, y agentes para modificación de viscosidad.

En conformidad con la presente invención, el ingrediente de cuidado personal tiene que proporcionar algún beneficio al cuerpo del usuario. Las composiciones de cuidado personal incluyen, composiciones de cuidado del cabello, cuidado de la piel, cuidado frente al sol, y cuidado oral. Ejemplos de sustancias que se pueden incluir convenientemente, pero sin limitación, en los productos de cuidado personal según la presente invención son como sigue:

1) Perfumes, que dan lugar a una respuesta olfatoria en forma de fragancia y perfumes desodorantes que además de proporcionar una respuesta de fragancia también pueden reducir el mal olor corporal;

2) Refrescantes de la piel, tales como mentol, acetato de mentilo, carboxilato de mentil pirrolidona, N-etil-p-mentano-3-carboxamida y otros derivados de mentol que dan lugar a una respuesta táctil en forma de sensación refrescante sobre la piel;

3) Emolientes, tales como miristato de isopropilo, materiales de silicona, aceites minerales y aceites vegetales que dan lugar a una respuesta táctil en forma de un aumento de la lubricación de la piel;

4) Desodorantes que no son perfumes, cuya función es reducir el nivel o eliminar la microflora en la superficie

de la piel, especialmente de la responsable del desarrollo del mal olor corporal. También se pueden usar precursores de desodorantes que no son perfume;

5) Activos antitranspirantes, cuya función es reducir o eliminar la aparición de transpiración en la superficie de la piel;

5 6) Agentes hidratantes, que mantienen la piel hidratada, indistintamente añadiendo humedad o impidiendo que se evapore de la piel;

7) Agentes limpiadores, que eliminan la suciedad y la grasa de la piel;

10 8) Ingredientes activos de filtro solar, que protegen la piel y el cabello de los rayos UV y otras radiaciones luminosas peligrosas del sol. En conformidad con esta invención, una cantidad terapéuticamente eficaz será normalmente de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente 0,1 a 5% en peso de la composición;

15 9) Agentes de tratamiento del cabello, que acondicionan el cabello, limpian el cabello, desenredan el cabello, actúan como agentes para peluquería creativa, agentes voluminizantes y de brillo, agente de retención del color, agente anticaspa, promotores de crecimiento del cabello, tintes y pigmentos del cabello, relajante del cabello, agente de decoloración del cabello, hidratante del cabello, agente de tratamiento del cabello graso, y agente antirrizado;

10) Agentes de cuidado oral, tales como dentífricos y enjuagues bucales, que limpian, blanquean, desodorizan y protegen los dientes y las encías;

11) Adhesivos para dentaduras postizas que proporcionan propiedades de adhesión para las dentaduras postizas;

20 12) Productos para el afeitado, tales como cremas, geles y lociones y tiras lubricantes de hojas de afeitar;

13) Productos de toallitas de papel, tales como toallitas hidratantes o limpiadoras;

14) Productos de belleza, tales como maquillajes de base, lápices de labios, y productos para cuidado de los ojos;

15) Productos textiles, tales como toallitas hidratantes o limpiadoras; y

25 16) Pigmentos o tintes que confieren color al cabello, la piel, o el sustrato textil.

En conformidad con la presente invención, el ingrediente de cuidado del hogar tiene que proporcionar algún beneficio al usuario. Ejemplos de sustancias que se pueden incluir convenientemente, pero sin limitación, según la presente invención son como sigue:

30 1) Perfumes, que dan lugar a una respuesta olfatoria en forma de fragancia y perfumes desodorantes que además de proporcionar una respuesta de fragancia también pueden reducir el olor;

2) Agente repelente de insectos cuya función es ahuyentar a los insectos de un área en particular o del ataque a la piel;

3) Agente generador de burbujas, tal como un tensioactivo que genera espuma;

35 4) Desodorante para animales de compañía o insecticidas tales como piretrinas para que se reduzca el olor del animal de compañía;

5) Agentes y activos de champú para animales de compañía, cuya función es eliminar suciedad, materias extrañas y gérmenes de la piel y las superficies con pelo;

6) Activos para barras de calidad industrial, geles de ducha y jabón líquido que eliminan gérmenes, suciedad, grasa y aceite de la piel, higienizan la piel, y acondicionan la piel;

40 7) Agentes limpiadores para todos los usos, que eliminan suciedad, aceite y grasa, gérmenes de la superficie en áreas tales como cocina, baño, e instalaciones públicas;

8) Ingredientes desinfectantes que matan los gérmenes o impiden su crecimiento en una casa o instalación pública;

45 9) Activos limpiadores de alfombras y tapicería que levantan y eliminan la suciedad y partículas extrañas de las superficies y también proporcionan suavizado y perfumado;

10) Un activo suavizante para la colada, que reduce la electricidad estática y hace más suave el tacto del material textil;

- 11) Ingredientes de detergentes para la colada que eliminan suciedad, aceite, grasa, manchas y matan gérmenes;
- 12) Ingredientes de colada o detergente o suavizante de material textil que reducen la pérdida de color durante el ciclo de lavado, enjuagado, y secado del cuidado de materiales textiles;
- 5 13) Detergentes de lavavajillas que eliminan manchas, alimentos, gérmenes;
- 14) Agentes de limpieza de la taza del inodoro, que eliminan manchas, matan gérmenes, y desodorizan;
- 15) Activos de pretratamiento de manchas para la colada que ayudan a eliminar manchas de las telas;
- 16) Agente de apresto de material textil que mejora el aspecto del material textil;
- 17) Activos limpiadores de vehículos que eliminan suciedad, grasa, etc. de vehículos y equipos;
- 10 18) Agente lubricante que reduce la fricción entre piezas; y
- 19) Productos textiles, tales como toallitas para el polvo o desinfectantes.

Los ingredientes activos de la lista anterior de cuidado personal y de cuidado del hogar son solo ejemplos y la lista de los ingredientes activos que se pueden usar no es completa. Otros ingredientes que se usan en estos tipos de productos son muy conocidos en la industria. Además de los ingredientes anteriores que se usan convencionalmente, la composición según la presente invención también puede incluir opcionalmente, pero sin limitación, ingredientes tales como colorante, conservante, antioxidante, suplementos nutritivos, hidroxíácido alfa o beta, potenciador de actividad, emulgentes, polímeros funcionales, agentes de modificación de viscosidad (tales como sales, es decir, NaCl, NH₄Cl y KCl, polímeros solubles en agua, por ejemplo hidroxietilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, y alcoholes grasos, por ejemplo alcohol cetílico), alcoholes que tienen 1-6 carbonos, grasas o compuestos grasos, compuesto antimicrobiano, cinpiritione, material de silicona, polímero de hidrocarburo, emolientes, aceites, tensioactivos, medicamentos, sabores, fragancias, agentes de suspensión, y mezclas de los mismos.

En conformidad con la presente invención, ejemplos de polímeros funcionales que se pueden usar en combinaciones con guar catiónico o derivados del mismo tratados con quelato orgánico de metal que se usan en esta invención incluyen polímeros solubles en agua tales como homopolímeros de ácido acrílico tales como el producto Carbopol® y copolímeros de ácido acrílico aniónicos y anfóteros, homopolímeros de vinilpirrolidona y copolímeros catiónicos de vinilpirrolidona; polímeros celulósicos no iónicos, catiónicos, aniónicos, y anfóteros tales como hidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilcelulosa catiónica, carboximetilhidroxietilcelulosa catiónica, e hidroxipropilcelulosa catiónica; homopolímeros de acrilamida y copolímeros de acrilamida catiónicos, anfóteros, e hidrófobos, polímeros y copolímeros de polietilenglicol, poliéteres hidrófobos, poliéteracetales hidrófobos, polieteruretanos modificados de modo hidrófobo y otros polímeros que se denominan polímeros asociativos, polímeros celulósicos hidrófobos, copolímeros de polióxido de etileno-óxido de propileno, y polisacáridos no iónicos, aniónicos, hidrófobos, anfóteros, y catiónicos, tales como xantano, quitosano, alginatos y goma arábica.

Los materiales de silicona que se pueden usar, en conformidad con la invención, son poliorganosiloxanos que pueden estar en forma de polímeros, oligómeros, aceites, ceras, resinas, o gomas o copolios de poliéter de poliorganosiloxano, amodimeticonas, materiales de polidimetilsiloxano catiónico y cualquier otro material de silicona que se use en composiciones de cuidado personal o cuidado del hogar.

En una realización, la composición de cuidado del cabello o cuidado de la piel es un sistema acuoso que comprende agua y el polímero de la invención. En una realización la composición de cuidado del cabello o cuidado de la piel contiene uno o más compuestos tensioactivos, que incluyen tensioactivos anfóteros, tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos, tensioactivos de ión conjugado, y combinaciones de los mismos.

Se ha encontrado que se pueden depositar guares catiónicos tratados con quelato orgánico de titanio sobre cabello/piel con alta eficacia y pueden conferir grandes beneficios de acondicionado a los sustratos de queratina que se consideran.

Los polímeros de este tipo confieren otros beneficios en los productos para peluquería creativa, lociones corporales, y filtros solares debido a la formación de una película hidrófoba sobre los sustratos de queratina que actúa como barrera entre estas superficies y la atmósfera circundante.

Los polímeros que se usan en esta invención pueden ser útiles como agentes acondicionadores en champús 2 en 1, lociones corporales, filtros solares, antirrizado y productos de peluquería creativa. Los polímeros de esta invención también se pueden usar para mejorar el volumen, flexibilidad del cabello, reparación capilar, o retención del color, hidratación y retención de la humedad de la piel, retención de fragancia, longevidad del filtro solar sobre el cabello, la piel y los materiales textiles, potenciado de sabor y rendimiento antimicrobiano en aplicaciones de cuidado oral, y mejorar la resistencia a la abrasión y estabilidad del color de los materiales textiles en las aplicaciones de cuidado

del hogar.

Mediciones de facilidad de peinado de cabello mojado y seco son métodos de ensayo típicos que se usan para medir el rendimiento del acondicionado en aplicaciones de champú y acondicionador. En aplicaciones de cuidado de la piel, lubricación o fricción reducida de la piel o tacto más suave de la piel, transmisión de vapor de agua reducida y elasticidad de la piel mejorada son métodos de ensayo que se usan para medir el acondicionado de la piel. En formulaciones de productos limpiadores del hogar basados en tensioactivos, en los que se desea rendimiento de acondicionado, tales como detergentes para vajillas, suavizantes de materiales textiles, y productos antiestáticos, el acondicionado se refiere a conferir un tacto más suave al material textil y a eliminar los efectos estáticos, a eliminar la rotura de la fibra de material textil o la deformación conocida como formación de bolitas. También es importante, y se puede medir, que se confieran propiedades de retención de color a los materiales textiles.

Los siguientes ejemplos demuestran la reticulación de guar catiónico con quelatos orgánicos de titanio (titanatos orgánicos Tyzor® LA, suministrados por E.I. Du Pont de Nemours and Company) y su uso en composiciones de cuidado personal. Además, se ha encontrado que los guares catiónicos tratados con quelato orgánico de titanio funcionan bien como agentes acondicionadores y agentes espesantes en composiciones de cuidado personal.

Los ejemplos se exponen meramente para fines ilustrativos estando todas las partes y los porcentajes en peso, salvo que se indique otra cosa. Se ha de entender que se pueden hacer otras modificaciones de la presente invención por los profesionales expertos en la correspondiente industria sin apartarse del espíritu y alcance de la invención.

Ejemplos 1-6

Preparación de guar catiónico

Se preparó guar catiónico mediante procedimientos conocidos, sin el uso de agente de reticulación.

Se mezclaron granzas de guar (750 g), y agua (450 g) en un reactor agitado bajo nitrógeno. Se presurizó el reactor con nitrógeno y se ventiló para eliminar el oxígeno. La reacción se desarrolló a una temperatura entre 30-50°C, tras adición de cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiltrimetilamonio (288 g), al que siguieron 250 gramos de hidróxido de sodio al 25%. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente. El producto de la reacción se muestra en el Ejemplo 1, y se usó para los experimentos de reticulación en los Ejemplos 3-7 en la Tabla 1.

Una reacción similar se desarrolló con adición de borato de sodio tetrahidrato para reticular el guar catiónico. Este producto de reacción se muestra en el Ejemplo 2.

Reticulación con titanio

El producto de reacción de guar catiónico sin purificar se colocó en un recipiente y se añadió a las granzas la cantidad especificada de titanatos orgánicos Tyzor® LA, diluidos con agua en los Ejemplos 3, 4, 5, 6 mezclando al mismo tiempo con un mezclador de soporte manual durante dos minutos. La reacción se desarrolló a temperatura ambiente. Para los Ejemplos 4 y 6, se añadió a las granzas una disolución diluida de ácido acético glacial usando el mismo procedimiento de mezclado, antes de la adición de los titanatos orgánicos de Tyzor® LA a la disolución.

Para el Ejemplo 7, el producto de reacción de guar catiónico se colocó en un mezclador ABBE, con la consigna de velocidad de rotación en 2 (85 rpm). El sistema se evacuó a 34 kPa y se presurizó con nitrógeno a 170 kPa, a lo que siguió una estabilización de 2 minutos. Este procedimiento se repitió 5 veces. Tras la ventilación, se añadieron 31,9 gramos de Tyzor® LA (50% de activo, E.I. Du Pont de Nemours, Wilmington, DE) en 369 gramos de agua a los sólidos de guar catiónico (pH 11,5) a lo largo de 30 minutos, evacuando y presurizando con nitrógeno después de cada adición de 50 ml. La temperatura se mantuvo a 18-22°C. Tras la adición final se Tyzor, la mezcla se mantuvo a 22°C y se mezcló durante 30 minutos, bajo presión de nitrógeno de 170 kPa. Se detuvo la agitación y se recuperó el producto.

Procedimiento de lavado

Se colocó una cantidad pesada del polímero reticulado o no reticulado en un tarro de 227 gramos y se añadió agua destilada según se especifica para el lavado 1 en la Tabla 1. Después de 30-40 minutos, se decantó la capa superior de agua de las granzas y se midió. Se realizó un segundo lavado usando la cantidad de agua especificada en la Tabla 1, y se dejó la suspensión a temperatura ambiente durante 24 hrs.

Si había capa superior de agua, se decantaba y se medía como recuperado de Lavado 3. Nótese que hay una cantidad significativa de agua decantada del segundo lavado de Ejemplos 2 (control de reticulación con borato), Ejemplos 5 y 6 (reticulación con titanato). La forma del polímero en los Ejemplos 2, 5, y 6 fue de material en partículas discretas después del Lavado 2, indicando que se había producido suficiente reticulación para impedir el hinchamiento del polímero durante la etapa de lavado. El polímero en el Ejemplo 1 (control sin reticulador) formó un tapón de gel continuo después del Lavado 2, porque no había presente reticulador, y el polímero se estaba disolviendo en el agua de lavado. En los Ejemplos 3 y 4, el polímero estaba presente como hinchado, pero en

partículas de gel discretas después del Lavado 2, indicando que se había producido algo de reticulación, aunque una cantidad insuficiente para impedir el hinchamiento del polímero durante la etapa de lavado.

5 La resuspensión de las fases de polímero en los Ejemplos 1-6 en una tercera etapa de lavado demuestra que se produjo reticulación en los Ejemplos 2-6, con recuperación de una fase de agua decantada y aislamiento de fase de polímero en partículas. El Ejemplo 1 (control sin reticulador) produjo un gel hinchado que continuó hinchándose con adición posterior de agua.

10 Para el Ejemplo 7, se mezcló el producto (660 partes en peso) con 3300 pep de agua durante 30-40 minutos usando un agitador mecánico. El producto se sedimentó a continuación en el fondo del vaso, y la fase líquida se decantó. El producto sólido se secó 72 horas en una campana, con corriente de aire, hasta un contenido en sólidos de 87%. El producto se enfrió con hielo seco, a continuación se tamizó por un tamiz de 0,5 mm y luego de 0,2 mm en un secador de lecho fluidizado. Este producto se usó a continuación para preparar el champú acondicionador del Ejemplo 8 y el lavado corporal del Ejemplo 10, en las Tablas 2 y 3 respectivamente.

Estos ejemplos demuestran la preparación de un poligalactomanano dispersable en agua tras el tratamiento con cantidades suficientes de reticuladores de titanio.

Tabla 1. Reticulación de guar catiónico							
EJEMPLO	1	2	3	4	5	6	7
	Control sin reticulador	Control de borato					
Guar cat (DS 0,13 XA1232-62)			47,08	25	25	25	399,08
Guar catiónico (DS 0,13; 56% agua)			107	56,8181818	56,81818182	56,81818182	907
Tyzor LA (50%) activo			0,4708	0,25	3,75	3,75	15,9632
peso boro/guar	0	0,003					
peso titanio/peso guar	0	0	0,001598639	0,00159864	0,023979592	0,023979592	0,006394558
gramos disolución Tyzor 50%			0,9416	0,5	7,5	7,5	31,9284
gramos agua para diluir Tyzor			50	27			400
gramos ácido acético glacial				0,87		0,07	31,9264
gramos agua para diluir ácido				23		23	368,0736
rxn Temp./C		34C	20C	20C	20C	20C	20C
pH			11,9	10,1	11,9	9,5	11,5
moles Tyzor/moles guar							
pH después de rxn			11,2	9,57			
Etapas de lavado							
gramos polímero	17,2	9,3	12,3	9	13,4	14,4	
lavado 1	100 ml	100 ml	100 ml	100 ml	100 ml	100 ml	
lavado 1 recuperado (30 minutos)	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	
lavado 2 (24 hr)	70	70	60	70	90 ml	90 ml	
lavado 2 recuperado (24 hr)	0 (gel hinchado)	70 ml (partículas compactas)	0 (partículas hinchadas)	1 (partículas hinchadas)	70 ml (partículas compactas)	70 ml (partículas compactas)	
lavado 3 (1 hr)	70 ml	70 ml	70 ml	70 ml	70 ml	70 ml	
lavado 3 recuperado (1 hr)	0	70 ml	50 ml	50 ml	70 ml	70 ml	
pH lavado 2	11,9	12	11,9	9,6			

Ejemplo 8 y Ejemplos Comparativos 9-10**Demostración del rendimiento de acondicionado de los productos de la invención**

El uso de los materiales de poligalactomanano catiónico de la invención del Ejemplo 7 en una formulación de champú acondicionador se demuestra en el Ejemplo 8, Tabla 2, y se contrasta con un champú de control comparativo que contiene un guar catiónico reticulado con borato (Ejemplo 9) y un champú que no contiene guar catiónico (Ejemplo 10).

Preparación de champú

Se prepararon las formulaciones de champú acondicionador en la Tabla 2 combinando 77 partes en peso (pep) de la composición de premezcla de tensioactivo que se muestra en la Tabla 3 con 19 pep de agua desionizada, y 0,3 pep del polímero de la invención usando un agitador mecánico superior Caframo con hélice de dispersión, que agita a 600 rpm, y que facilita que la composición se mezcle durante 45 minutos a temperatura ambiente. En este momento, se añadieron a la formulación 3 pep de emulsión de silicona (Dow Corning 1784), y se continuó el mezclado durante 15 minutos adicionales. Las composiciones de champú se mantuvieron a temperatura ambiente durante toda la noche, y se midió la viscosidad de cada champú usando un viscosímetro Brookfield LVT con un adaptador para muestras pequeñas, aguja 31, a la velocidad de rotación especificada.

Mediciones de viscosidad de champú

La comparación de la viscosidad del champú para el Ejemplo 8, que contiene el guar catiónico reticulado con glioxal de la invención, con la del Ejemplo Comparativo 10, que no contiene polímero, demuestra el rendimiento de modificación de viscosidad de los productos de la invención. La viscosidad del champú en el Ejemplo 8 es similar a la viscosidad del champú que contiene guar catiónico reticulado con borato en el Ejemplo 9.

Se han usado ampliamente polisacáridos catiónicos y otros polímeros en cuidado personal, cuidado del hogar, productos institucionales e industriales para realizar una función en el producto final, función que abarca el uso de los polímeros como gelificantes, aglutinantes, espesantes, estabilizadores, emulgentes, adyuvantes de extensión y deposición y vehículos para potenciar la reología, eficacia, deposición, estética y suministro de ingredientes química y fisiológicamente activos en composiciones de cuidado personal, cuidado del hogar, productos institucionales e industriales. Dependiendo de la aplicación, el sustrato al que se aplica el producto puede ser la piel, el cabello, o sustratos textiles.

Se usan polisacáridos catiónicos en productos de cuidado del cabello para proporcionar acondicionado al cabello. En productos para cuidado de la piel, estos mismos polímeros pueden proporcionar efectos acondicionadores a la piel. Cuando se incorporan a formulaciones detergentes y de suavizado de material textil, estos mismos polímeros pueden proporcionar características acondicionadoras, suavizantes, antiabrasión y antiestáticas a los materiales textiles.

Las mediciones de facilidad de peinado en mojado y en seco son métodos de ensayo típicos que se usan para medir el rendimiento de acondicionado en aplicaciones de champú y acondicionador. El rendimiento de peinado de cada formulación de champú se midió dentro de las 24 horas de la preparación del champú, sobre dos coletas de pelo europeo virgen castaño medio (National Hair Importers, New Jersey) que se habían tratado previamente con una disolución de laurilsulfato de sodio (SLS), se habían enjuagado y se habían secado durante toda la noche a 23°C y humedad relativa de 50%.

Mediciones de rendimiento en el peinado

Se midió el rendimiento en el peinado aplicando la formulación de champú a una coleta mojada con agua, a una relación de 0,5 pep de champú / 1 pep de coleta de cabello. La coleta se masajeó durante 60 segundos, a continuación se enjuagó con agua a 40°C durante 30 segundos. Se repitió este proceso, a continuación se enjuagó la coleta con agua desionizada y se escurrió el exceso de agua de la coleta. Se colocó la coleta en un aparato de doble peine y se midió la fuerza de peinado en mojado 8 veces con un Instron 5542 a una velocidad de cabezal de 12,5 cm/min usando el método del doble peine, con peines de bolsillo finos de caucho duro Ace, a 23°C y humedad relativa de 50%. A continuación, se dejaron secar las coletas durante toda la noche a 23°C y humedad relativa de 50%, y se midió el rendimiento del peine en seco usando el mismo método de doble peine. Las energías de peinado normalizado en la Tabla 2 representan la energía total de peinado/peso de la coleta.

El rendimiento de acondicionado de los productos de la invención se demuestra mediante los resultados de energía de peinado en mojado y en seco significativamente reducidos para el Ejemplo 8 en comparación con las energías de peinado más altas para el champú de control sin polímero en el Ejemplo 10. Las energías de peinado para el Ejemplo 8 comparan bien con la energía de peinado para el champú que contiene guar catiónico reticulado con borato en el Ejemplo 9.

Tabla 2. Polímeros catiónicos de galactomanano reticulado con lactato de titanio**Rendimiento en champú acondicionador**

Ejemplo	7		
Tratamiento	Lactato de titanio		
DS catiónico	0,14		
% Humedad	7,8		
Viscosidad acuosa @ 1% como recibido	2650		
Ejemplos de champú de silicona con energía de peinado sobre cabello europeo virgen castaño medio			
Ejemplo	8	9 (ejemplo comparativo) ¹	10 (ejemplo comparativo sin polímero)
Viscosidad de champú acondicionador (Brookfield LVT aguja #31, adaptador de muestra pequeña, 6 rpm, pH 5,1)	3285	6010 (3 rpm; pH 5,8)	1421 (12 rpm)
Energía de peinado en mojado normalizado (gf-mm/g)	1273	963	2340
Energía de peinado en seco normalizado (gf-mm/g)	329	242	670
1. N-Hance® 3196, guar catiónico, reticulado con borato (Aqualon Division of Hercules Incorporated)			

Tabla 3. Composición de premezcla de champú

Ingrediente	Fabricante	Partes en peso (pep)
Agua desionizada		896
Stepanol AM	Stepan Company, Northfield, IL	1027
Steol CA-330	Stepan Company	310
Amphosol CA	Stepan Company	186
Glydant	Lonza Group LTD, Basilea, Suiza	16,25
Cloruro amónico (aq) 25% en peso		65

Ejemplo 11 y Ejemplo Comparativo 12**5 Demostración de uso en aplicación de cuidado de la piel, Lavado corporal**

En la Tabla 4 se demuestra el rendimiento de espesado de los productos de la invención en una formulación de lavado corporal. Se prepararon formulaciones de lavado corporal mediante adición de 0,3 pep de los polímeros de la invención en el Ejemplo 7 a 76 pep de la formulación de premezcla de lavado corporal en la Tabla 5, y agua (que se añade para llevar el volumen a 100). Se llevó a cabo el mezclado usando un agitador mecánico superior con hélice de dispersión, durante 1 hr. El pH del lavado corporal fue 5,6.

El Ejemplo 11 de lavado corporal contiene el polímero de la invención del Ejemplo 7. La adición del polímero de la invención a la formulación de lavado corporal conduce a que aumente la viscosidad del lavado corporal con relación al lavado corporal de control comparativo, que no contiene guar catiónico, en el Ejemplo 12.

Tabla 4. Rendimiento de productos de la invención en formulación de lavado corporal

Ejemplo	11	12
Polímero	Ej. 7	Ninguno
Viscosidad/cps ¹	3080 (6 rpm)	1864
1. Brookfield LVT, aguja 3, 12 rpm		

Tabla 5. Formulación de premezcla de lavado corporal

Ingrediente	Fabricante	Partes en peso
Stepanol AM	Stepan Company, Northfield, IL	697
Steol CA 330	Stepan Company	2500
Amphosol CA	Stepan Company	500
Agua desionizada		279
Glydant	Lonza Group LTD, Basilea, Suiza	24,5

Además del uso de sales de metal sin borato como agentes de reticulación para polímeros de guar y sus derivados, otros agentes que formen un complejo hinchable en agua o dispersable en agua con los polímeros de poligalactomanano, también pueden actuar para mejorar la dispersabilidad en agua del poligalactomanano. Estos agentes incluyen oligómeros o polímeros que contienen grupos fosfato, sulfato, sulfonato, carboxilato, o carbonato, que incluyen hexametafosfato poliestireno sulfonato de sodio, y proteínas tales como caseína o lactosuero que pueden formar un complejo dispersable en agua con polímeros catiónicos de poligalactomanano. Estos agentes también incluyen agentes tensioactivos aniónicos, catiónicos y anfóteros tales como laurilsulfato de amonio, laurilsulfato de sodio, cloruro y bromuro de cetiltrimetilamonio y cocoamidopropilbetaína.

Además, se pueden usar otros reticuladores, tales como cloroformiato, reactivos de reticulación a base de siloxano, tales como trietoxisilano, glioxal y otros materiales de dialdehído para reticular el poligalactomanano, que lo hacen dispersable en agua.

Los productos reticulados dispersables en agua anteriormente descritos se pueden usar a continuación en aplicaciones tales como productos de cuidado personal o de cuidado del hogar, en los que se pueden dispersar y disolver en fases acuosas mediante ajuste apropiado del pH de la disolución o mediante adición de sales.

Aunque se ha descrito la invención con referencia a realizaciones preferidas, se ha de entender que se pueden hacer variaciones y modificaciones en forma y detalle de las mismas sin apartarse del alcance de la invención reivindicada. Dichas variaciones y modificaciones se han de considerar dentro del ámbito y alcance de las reivindicaciones que se adjuntan a la presente.

REIVINDICACIONES

1. Uso de un guar catiónico tratado con quelato de titanio o circonio sin borato que tiene un límite inferior del grado de sustitución (DS) del sustituyente de 0,001 y un límite superior de 3,0 para cuidado personal o cuidado del hogar.
- 5 2. El uso de la reivindicación 1, en el que el guar catiónico tratado con quelato de titanio o circonio sin borato tiene un peso molecular medio en peso (Mw) con un límite inferior de 50.000 y un límite superior de 5.000.000.
3. El uso de la reivindicación 1, en el que el cuidado personal se selecciona entre el grupo que consiste en limpieza, acondicionado y peinado creativo del cabello.
- 10 4. El uso de la reivindicación 3, en el que el guar catiónico se usa en combinación con uno o más compuestos tensioactivos que se seleccionan entre tensioactivos anfóteros, tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos, tensioactivos de ión conjugado, y combinaciones de los mismos.
5. El uso de la reivindicación 4, en el que el guar catiónico se usa en combinación con uno o más ingredientes adicionales que se seleccionan entre el grupo que consiste en conservantes, espesantes, polímeros funcionales, modificadores de viscosidad, electrolitos, agentes de ajuste de pH, perfumes, colorantes, filtros UV, materiales de organosilicona, agentes anticasca, vitaminas, derivados de vitaminas.
- 15 6. El uso de la reivindicación 3, en el que el cuidado personal es cuidado del cabello.
7. El uso de la reivindicación 3, en el que el cuidado personal es cuidado de la piel.
8. El uso de la reivindicación 1, que es para cuidado del hogar.