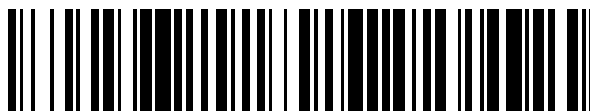


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 439 245**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/02** (2006.01)

**A61Q 19/00** (2006.01)

**C11D 3/22** (2006.01)

**C11D 17/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.12.2007 E 07865575 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2013 EP 2091500**

54 Título: **Sistemas densificados por un tensioactivo que comprenden celulosa microfibrosa y métodos para preparar los mismos**

30 Prioridad:

**15.12.2006 US 611492**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**22.01.2014**

73 Titular/es:

**CP KELCO U.S., INC. (100.0%)  
3100 Cumberland Boulevard, Suite 600  
Atlanta, GA 30339, US**

72 Inventor/es:

**SWAZEY, JOHN M.**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 439 245 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

Sistemas densificados por un tensioactivo que comprenden celulosa microfibrosa y métodos para preparar los mismos

5

**Antecedentes de la invención**

10

Frecuentemente productos basados en tensioactivos, como jabones corporales, champúes, baño de burbujeo, jabón para fregar platos, detergentes para lavavajillas automáticos, detergentes para el lavado de ropa, detergentes para automóviles, jabón de tocador, concentrados de tensioactivos, agentes espumantes de extinción de incendios, entre otros, se densifican utilizando una alta concentración de tensioactivos, combinando tensioactivos sinérgicos de la viscosidad o combinando los tensioactivos con cantidades pequeñas de sales, como sales de sodio. Estas formulaciones originan productos de alta viscosidad que aparentan ser atractivos y suaves pero que están limitados porque no proporcionan suficiente viscosidad a baja cizalladura para permitir la suspensión de partículas. Estos materiales en partículas pueden incluir agentes estéticos (perlas decorativas, productos con apariencia de perlas, burbujas de aire, perlas perfumadas, etc.) o ingredientes activos [enzimas insolubles, ingredientes activos encapsulados (como humectantes), agentes exfoliantes (por ejemplo, ácidos  $\alpha$ -hidroxílicos y/o glicólico o perlas de polietileno), vitaminas (por ejemplo, vitamina E)], etc. o ambos tipos de ingredientes.

15

20

Los espesantes y adyuvantes de suspensión convencionales, como goma de xantano, carboximetilcelulosa (CMC), hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) y muchos tipos de poliacrilatos no actúan bien con niveles altos de tensioactivos o en sistemas densificados por tensioactivos y frecuentemente originan pérdida de transparencia debido a enturbiamiento, formación de gel y/o separación de fases o propiedades insuficientes de suspensión. Por ejemplo, la goma de xantano imparte excelentes propiedades de suspensión en ciertas formulaciones de lavado corporal, con poca densificación por tensioactivos, pero la goma pierde frecuentemente su capacidad de suspensión en sistemas con alta densificación por tensioactivos, originando usualmente una apariencia turbia irregular y una textura grumosa o granular. Los productos celulósicos (CMC, HEC, HPMC, etc.), otro ejemplo de espesantes convencionales, proporcionan una suspensión poco segura y tienen limitaciones importantes relacionadas con su compatibilidad con tensioactivos. Los acrilatos son sistemas comunes; sin embargo, estos sistemas no siempre consiguen un nivel suficiente de transparencia, requieren concentraciones altas de polímero y no se consideran naturales. Las sales pueden incrementar frecuentemente la viscosidad a alta cizalladura en sistemas densificados por tensioactivos pero no imparten capacidad de suspensión de larga duración.

25

30

35

Actualmente en la industria de productos de consumo hay un deseo de proporcionar sistemas transparentes densificados por tensioactivos, con materiales en partículas suspendidos, así como un adyuvante de la suspensión para sistemas ricos en tensioactivos en los que no actúan muchos espesantes alternativos.

40

Se ha descubierto que se puede usar celulosa microfibrosa (MFC), obtenida por medio de bacterias o de cualquier otro modo, para suspender materiales en partículas en sistemas densificados por tensioactivos así como en formulaciones con concentraciones altas de tensioactivos. También se ha descubierto que para este fin se puede usar MFC con o sin otros agentes. Cuando se utiliza celulosa microfibrosa obtenida por medio de bacterias, se pueden eliminar residuos celulares, lo cual origina soluciones transparentes a los niveles típicos de uso.

45

La celulosa microfibrosa parece no ser afectada por el desarrollo de micelas de tensioactivos y mantiene buena suspensión en estos sistemas. La celulosa microfibrosa es excepcional por su capacidad de actuar en estos sistemas en gran parte porque está dispersa en vez de solubilizada con lo que se consigue las propiedades de suspensión deseadas en formulaciones que, de lo contrario, producirían el enturbiamiento y/o precipitación que se ve frecuentemente cuando se usan polímeros solubilizados alternativos.

50

**Breve resumen de la invención**

55

Se describen sistemas de tensioactivos que comprenden celulosa microfibrosa. Los "sistemas de tensioactivos" incluyen, pero sin carácter limitativo, sistemas densificados por tensioactivos y sistemas ricos en tensioactivos. La celulosa microfibrosa (MFC) incluye MFC preparada por fermentación microbiana o MFC preparada rompiendo/alterando mecánicamente fibras de cereales, madera o de celulosa basada en algodón. Cuando se utiliza celulosa microfibrosa obtenida bacterianamente, se pueden eliminar residuos celulares, lo cual origina soluciones transparentes a los niveles típicos de uso. La presente invención utiliza tensioactivos para conseguir un sistema muy denso (muy viscoso) a índices de cizalladura altos con materiales en partículas suspendidos usando celulosa microfibrosa.

60

65

Los concentrados industriales de tensioactivos (para su posterior dilución por el fabricante o el consumidor) pueden tener niveles de tensioactivos próximos al 100% en el caso de tensioactivos no iónicos y a veces superiores al 50% en el caso de tensioactivos aniónicos. Estos concentrados se pueden usar en la fabricación de productos de consumo, como jabones de baño y champúes, o en aplicaciones como espumas de extinción de incendios en las que el tensioactivo se diluye cuando se usa. La MFC se puede añadir a estos concentrados para proporcionar tensión de fluencia al concentrado o al sistema diluido. La MFC está presente a concentraciones de

aproximadamente 0,05% a aproximadamente 1,0%, aunque la concentración dependerá del producto deseado. Por ejemplo, aunque se prefiere una concentración de MFC de aproximadamente 0,06% [peso/peso (p/p)] para suspender pequeñas burbujas de aire en un sistema con 80% de tensioactivo, se prefiere aproximadamente una concentración de 0,078% para suspender burbujas de aire en un sistema con 99% de tensioactivo. Además, la concentración de MFC se puede ajustar como convenga si se desea un sistema muy transparente.

Los materiales en partículas a suspender pueden incluir agentes estéticos (perlas decorativas, productos con apariencia de perlas, burbujas de aire, perlas perfumadas, etc.) o ingredientes activos [enzimas insolubles, ingredientes activos (como humectantes), zeolitas, agentes exfoliantes (por ejemplo, ácidos  $\alpha$ -hidroxílicos y/o glicólico o perlas de polietileno), vitaminas (por ejemplo, vitamina E), etc.] o ambos tipos de ingredientes. Otros materiales adecuados en partículas serán evidentes a los expertos en la técnica.

La invención también se refiere al uso de otros agentes y/o agentes de procesamiento conjunto, como CMC, goma de xantano y/o goma guar, con la celulosa microfibrosa en los sistemas de tensioactivos descritos en la presente memoria. Las mezclas de celulosa microfibrosa son productos de celulosa microfibrosa que contienen otros agentes. Se describen dos mezclas: MFC-goma de xantano-CMC en una proporción de 6:3:1 y MFC-goma guar-CMC en una proporción de 3:1:1. Estas mezclas permiten preparar MFC en forma de producto seco que puede ser "activado" mezclando con alta cizalladura o con mucho aumento de volumen en agua o en otras soluciones acuosas. La "activación" se produce cuando las mezclas de MFC se añaden a agua y se hidratan los otros agentes/agentes de procesamiento conjunto. Después de la hidratación de los otros agentes/agentes de procesamiento conjunto, en general es necesario cizalladura alta para dispersar eficazmente las fibras de celulosa microfibrosa y producir una red funcional tridimensional que exhibe un punto real de fluencia. Inesperadamente, los otros agentes y/o agentes de procesamiento conjunto (CMC, goma de xantano y/o goma guar) presentes en estas mezclas de celulosa microfibrosa permanecen solubilizados (después de la activación en agua) en muchas formulaciones ricas en tensioactivos a pesar de su falta general de compatibilidad en los sistemas ricos en tensioactivos, lo más probablemente debido al bajo nivel de uso de estos polímeros en estas formulaciones con MFC.

La invención se refiere también a métodos de preparar los sistemas descritos de tensioactivos, con o sin otros agentes y/o agentes de procesamiento conjunto.

Las reivindicaciones 2 a 9 y 11 a 15 especifican realizaciones preferidas de la invención.

#### **Descripción de las diversas vistas de los dibujos**

El resumen anterior será mejor entendido cuando se lea conjuntamente con la descripción detallada de la invención.

#### **Descripción detallada de la invención**

Se prepararon soluciones que contenían niveles altos de tensioactivo usando celulosa microfibrosa, con y sin otros agentes. El pH de los sistemas descritos en la presente memoria varía de aproximadamente 2 a aproximadamente 12.

#### **Ejemplo 1**

Se preparó una solución densificada que contenía 80% de tensioactivo no iónico con 0,1% de una mezcla de celulosa microfibrosa (mezcla de MFC-goma de xantano-CMC 6:3:1). Se preparó primero un concentrado que contenía 0,5% de la mezcla de celulosa microfibrosa (mezcla de MFC-goma de xantano-CMC 6:3:1) en agua desionizada. Se introdujo 40 g de esta solución en un vaso de 250 ml y después se añadió lentamente 160 g de Triton<sup>®</sup> X-100 sin diluir (100% del ingrediente activo Octoxynol-9, de Union Carbide), mezclando a 600 rpm usando una paleta mezcladora instantánea. La solución resultante exhibía buena transparencia por inspección visual y tenía la capacidad de suspender perlas de polietileno, gelatina encapsulada, perlas de goma de gelano y burbujas de aire. El límite elástico era 0,33 Pa (medido con un viscosímetro Brookfield<sup>®</sup>) a un pH de 5,3.

#### **Ejemplo 2**

Se preparó una solución densificada que contenía 80% de tensioactivo no iónico con 0,1% de una mezcla de celulosa microfibrosa (mezcla de MFC-goma de xantano-CMC 6:3:1). Se preparó primero un concentrado que contenía 0,5% de la mezcla de celulosa microfibrosa (mezcla de MFC-goma de xantano-CMC 6:3:1) en agua desionizada. Se introdujo 40 g de esta solución en un vaso de 250 ml y después se añadió lentamente 160 g de Tween<sup>®</sup> 20 sin diluir (100% del ingrediente activo Polysorbate 20, de Union Carbide), mezclando a 600 rpm usando una paleta mezcladora instantánea. La solución resultante exhibía buena transparencia por inspección visual y tenía la capacidad de suspender perlas de polietileno, gelatina encapsulada, goma arábica encapsulada y burbujas de aire. El límite elástico era 0,11 Pa (medido con un viscosímetro Brookfield<sup>®</sup>) a un pH de 6,0.

**Ejemplo 3**

5 Se preparó una solución densificada que contenía 99% de tensioactivo no iónico usando una versión de pastilla húmeda de celulosa microfibrosa. Se añadió 0,78% de la pastilla húmeda a Triton® X-100 sin diluir y se mezcló en mezclador Oster® durante 5 minutos a la “velocidad de licuación” (velocidad máxima). La actividad (porcentaje de sólidos) de esta forma de pastilla húmeda de MFC fue aproximadamente 16% por lo que el nivel de MFC activa fue 0,125% en el tensioactivo. La solución resultante exhibía buena transparencia por inspección visual y tenía la capacidad de suspender perlas de polietileno, gelatina encapsulada, goma arábica encapsulada y burbujas de aire. 10 La solución fue desaireada bajo vacío y se determinó el límite elástico. Por inspección visual, la solución resultante exhibía buena transparencia con un ligero enturbiamiento y tenía un límite elástico de 14,6 Pa.

**Ejemplo 4**

15 Se preparó una solución densificada que contenía 99% de tensioactivo no iónico usando la versión de pastilla húmeda de celulosa microfibrosa. Se añadió 0,78% de la pastilla húmeda a Tween® 20 sin diluir y se mezcló en mezclador Oster® durante 5 minutos a la “velocidad de licuación” (velocidad máxima). La actividad (porcentaje de sólidos) de esta forma de pastilla húmeda de MFC fue 16% originando un nivel de MFC activa de 0,125% en el tensioactivo. La solución resultante exhibía buena transparencia por inspección visual y tenía la capacidad de suspender perlas de polietileno, gelatina encapsulada, goma arábica encapsulada y burbujas de aire. La solución 20 fue desaireada bajo vacío y se determinó el límite elástico. Por inspección visual, la solución resultante exhibía buena transparencia con un ligero enturbiamiento y tenía un límite elástico de 17,8 Pa.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un sistema de tensioactivo que comprende celulosa microfibrosa a una concentración de aproximadamente 0,05% a aproximadamente 1,0% (p/p), tensioactivo a una concentración de aproximadamente 51% a aproximadamente 99% (p/p de tensioactivo activo) y un material en partículas suspendido.
2. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la celulosa microfibrosa está presente a una concentración de aproximadamente 0,06%.
- 10 3. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la celulosa microfibrosa está presente a una concentración de aproximadamente 0,075%.
4. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la celulosa microfibrosa está presente a una concentración de aproximadamente 0,125%.
- 15 5. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el tensioactivo está presente a una concentración de aproximadamente 80% (p/p de tensioactivo activo).
- 20 6. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el material en partículas comprende burbujas de aire.
7. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el tensioactivo está presente a una concentración de aproximadamente 99% (p/p de tensioactivo activo).
- 25 8. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el pH es de aproximadamente 3 a aproximadamente 11.
9. El sistema de tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el pH es de aproximadamente 3 a aproximadamente 11.
- 30 10. Método de preparar un sistema de tensioactivo, que comprende:
- combinar celulosa microfibrosa con agua y mezclar,
  - 35 – añadir tensioactivo y mezclar después, y
  - añadir material en partículas seguido de mezclado,
- 40 en el que el sistema resultante es transparente y el material en partículas está suspendido en aquél y en el que la celulosa microfibrosa está presente a una concentración de aproximadamente 0,05% a aproximadamente 1,0% (p/p) y el tensioactivo está presente a una concentración de aproximadamente 51% a aproximadamente 99% (p/p de tensioactivo activo).
- 45 11. El método de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la celulosa microfibrosa está presente a una concentración de aproximadamente 0,06%.
12. El método de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la celulosa microfibrosa está presente a una concentración de aproximadamente 0,075%.
- 50 13. El método de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el tensioactivo está presente a una concentración de aproximadamente 80% (p/p de tensioactivo activo).
14. El método de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el tensioactivo está presente a una concentración de aproximadamente 99% (p/p de tensioactivo activo).
- 55 15. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 a 14, en el que la celulosa microfibrosa se prepara en forma de producto seco que comprende otro agente.