

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 485 846**

51 Int. Cl.:

**A61Q 5/02** (2006.01)

**A61Q 5/06** (2006.01)

**A61Q 5/12** (2006.01)

**A61Q 15/00** (2006.01)

**A61K 8/898** (2006.01)

**A61K 8/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.04.2004 E 04750122 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.05.2014 EP 1624851**

54 Título: **Aplicaciones para el cuidado del cabello de emulsiones que contienen silanos y siloxanos elastómeros con átomos de nitrógeno**

30 Prioridad:

**16.05.2003 US 471059 P**

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

**14.08.2014**

73 Titular/es:

**DOW CORNING CORPORATION (100.0%)  
2200 WEST SALZBURG ROAD  
MIDLAND, MI 48686-0994, US**

72 Inventor/es:

**DECAIRE, JULIE, SUE;  
JOHNSON, BETHANY;  
LAFORE, MICHAEL, RICHARD y  
LIN, ZUCHEN**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 485 846 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

Aplicaciones para el cuidado del cabello de emulsiones que contienen silanos y siloxanos elastómeros con átomos de nitrógeno

5 Esta invención se refiere a un método para tratar el cabello, aplicando al cabello unas emulsiones y microemulsiones del tipo aceite en agua (abreviadamente en lo sucesivo O/W, por la expresión inglesa *oil/water*) y emulsiones y microemulsiones del tipo agua en aceite (abreviadamente en lo sucesivo W/O) que contienen silanos o siloxanos elastómeros que tienen grupos amonio cuaternario como fase oleosa. En particular, los silanos o siloxanos elastómeros se obtienen haciendo reaccionar compuestos orgánicos de amonio cuaternario que tienen grupos epóxido o halohidrina, con silanos o siloxanos que tienen grupos amino; y la reacción se lleva a cabo en presencia de un agente de reticulación y un tensioactivo en una fase polar acuosa.

10 La solicitud de patente en tramitación de EE.UU. n° de serie 10/306.012, correspondiente a EP-A-1426389 que es técnica anterior de acuerdo con el Artículo 54(3) del Convenio de la Patente Europea (EPC), presentada el 27 de noviembre de 2002, titulada *Method of Making Emulsions Containing Quaternary Ammonium Functional Silanes and Siloxanes* (abreviadamente en lo sucesivo la solicitud '012); la solicitud de patente en tramitación de EE.UU. n° de serie 10/001.760, presentada el 24 de octubre de 2001, titulada *Silicon Based Quaternary Ammonium Functional Compositions and Methods for Making Them*, ahora patente de EE.UU. 6.482.969, expedida el 19 de noviembre de 2002 (abreviadamente en lo sucesivo la patente '969); y la solicitud de patente en tramitación de EE.UU. n° de serie 10/001.753, presentada el 24 de octubre de 2001, titulada *Silicon Based Quaternary Ammonium Functional Compositions and Their Applications* (abreviadamente en lo sucesivo la solicitud '753) ahora patente de EE.UU. 6.607.717, están todas cedidas al mismo cesionario que el de la presente solicitud.

Como se indica en la solicitud '012, la patente '969 y la solicitud '753, los silanos funcionales de amonio cuaternario y los siloxanos funcionales de amonio cuaternario tienen una variedad de aplicaciones comerciales en la industria textil y en el ámbito de la higiene personal. También se pueden utilizar como agentes anti-microbianos; en la modificación de cargas, fibras y superficies; como agentes espesantes; y como un agente acondicionador.

25 En muchas de estas aplicaciones y usos, suele ser necesario suministrar los silanos funcionales de amonio cuaternario y los siloxanos funcionales de amonio cuaternario en forma de una emulsión o microemulsión. Cuando es necesaria una emulsión, el sentido común indica que el silano funcional de amonio cuaternario o el siloxano funcional de amonio cuaternario se combinen con un agente tensioactivo y agua, y se mezclen hasta que se forme la emulsión.

30 Con frecuencia es un inconveniente para los usuarios finales de siloxanos y silanos funcionales de amonio cuaternario preparar las emulsiones y microemulsiones, de modo que sería beneficioso proporcionar un proceso nuevo y más sencillo de preparar las emulsiones.

Aunque la solicitud '753 describe un método de realizar emulsiones que contienen silanos funcionales de amonio cuaternario y siloxanos funcionales de amonio cuaternario, el proceso implica la aplicación del sentido común, es decir, el silano o siloxano funcional de amonio cuaternario se combina con un agente tensioactivo y agua, y se mezcla hasta que se forme una emulsión.

40 Sin embargo, el proceso de preparación de emulsiones y microemulsiones de acuerdo con la presente solicitud difiere significativamente del proceso utilizado en la solicitud '753, porque los silanos o los siloxanos funcionales de amonio cuaternario se sintetizan realmente en una emulsión y utilizan monómeros como materiales de partida que se hacen reaccionar conjuntamente para formar el silano o siloxano funcional de amonio cuaternario, en lugar de utilizar silanos o siloxanos funcionales de amonio cuaternario. Además, los silanos o siloxanos funcionales de amonio cuaternario presentes en las emulsiones según la presente invención son elastómeros en contraste con los fluidos que se forman en la emulsión de la solicitud '753.

45 La patente de EE.UU. 2002/0086935 describe composiciones elastómeras de silicona en forma de geles y/o estructuras organizadas. Las composiciones elastómeras de silicona se producen haciendo reaccionar un siloxano que tiene un primer grupo reactivo con un agente reticulante que tiene un segundo grupo reactivo en un diluyente. Un grupo reactivo se selecciona de grupos epoxi-funcionales o grupos clorohidrina-funcionales mientras que el otro grupo reactivo es un grupo funcional que reacciona con los grupos epoxi-funcionales o los grupos clorohidrina-funcionales, tal como amina o hidroxilo. Las composiciones elastómeras de silicona son particularmente útiles en los productos de higiene personal, textiles, productos para el cuidado del automóvil y productos para el lavado de ropa y para la distribución de ingredientes activos.

55 En el mercado actual del cuidado del cabello, continúa existiendo la necesidad de obtener ventajas de estilización flexibles en las composiciones para el cuidado del cabello. Por ejemplo, cuando se usan resinas orgánicas para estilizar el cabello, este tiende a volverse rígido o quebradizo. Además, las resinas orgánicas no proporcionan típicamente propiedades de acondicionamiento del cabello. Sin embargo, esta invención demuestra que se pueden obtener ventajas de estilización flexible, así como obtener propiedades de acondicionamiento para el cabello.

Esta invención se refiere a un método para tratar el cabello aplicándole emulsiones y microemulsiones del tipo aceite en agua (O/W) o agua en aceite (W/O) que contienen composiciones de organosilicio como fase oleosa. En particular, estas emulsiones y microemulsiones contienen silanos o siloxanos elastómeros que preferiblemente tienen grupos amonio cuaternarios en sus moléculas como fase oleosa, teniendo los silanos o siloxanos elastómeros grupos amonio cuaternario que se han obtenido haciendo reaccionar (i) un compuesto orgánico de amonio cuaternario que tiene grupos epóxido o grupos halohidrina en su molécula, con (ii) un silano o un siloxano que tiene grupos amino en su molécula, en presencia de (iii) un agente de reticulación, (iv) un tensioactivo, dispersado en (v) una fase polar acuosa.

Representativo de compuestos de amonio cuaternario adecuados que tienen grupos epóxido y grupos halohidrina están cloruro de glicidil-trimetilamonio y cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil)trimetilamonio, respectivamente. La fase polar acuosa puede ser agua, o una mezcla de agua y compuesto orgánico polar, tal como 1,2-hexanodiol. Estas emulsiones y microemulsiones son útiles particularmente como agentes de tratamiento para el cabello, así como para la aplicación a la piel y las zonas de las axilas del cuerpo humano.

En particular, las emulsiones demostraron tener propiedades de retención del rizamiento determinadas por los protocolos de ensayos estándares, cuando se realizaron ensayos en las emulsiones como aplicaciones diluidas sin aclarado, así como un componente de formulaciones acuosas de espuma. Se observó que los mechones de cabello tenían una característica *de recuperación del rizamiento* después de que los mechones se extendieran en toda su longitud. Se demostró que las emulsiones que contienen los silanos o siloxanos elastómeros dieron como resultado una reducción significativa tanto en las fuerzas de peinado tanto en seco como en húmedo en las formulaciones acondicionadoras para aclarado. Los mechones de cabello también tienen un tacto suave tanto en el estado seco como en el húmedo. También se observó una disminución en las fuerzas de peinado cuando se añadieron las emulsiones como componentes en una formulación de champú.

Estas y otras características de la invención resultarán evidentes a partir de la consideración de la descripción detallada.

## Descripción

Las emulsiones y microemulsiones de los tipos aceite en agua (O/W) y agua en aceite (W/O) contienen silanos o siloxanos elastómeros, como se ha indicado anteriormente, que tienen grupos amonio cuaternario en sus moléculas como fase oleosa. Los silanos o siloxanos elastómeros que tienen grupos amonio cuaternario se obtienen haciendo reaccionar (i) un compuesto orgánico de amonio cuaternario que tiene grupos epóxido o grupos halohidrina en su molécula, con (ii) un silano o siloxano que tiene grupos amino en su molécula. La reacción de los componentes (i) y (ii) se lleva a cabo en presencia de (iii) un agente de reticulación, (iv) un tensioactivo, disperso en (v) una fase polar acuosa.

### *Silanos y siloxanos que contienen grupos amonio cuaternario*

Estos materiales son esencialmente el producto de reacción obtenido combinando los componentes (i) y (ii). Una muestra detallada de su composición en términos de su estructura se puede encontrar en detalle en las solicitudes '753 y '760.

Por lo general, estos materiales se pueden describir, para los propósitos de la presente memoria, como silanos o siloxanos que tienen en su molécula al menos una unidad que contenga un grupo tal como -R-Z-Q unido a silicio, en el que:

R es un grupo hidrocarbonado divalente tal como etileno;

Z es un grupo tal como -N(Q1)-; y

Q es un grupo tal como -CH(R)CH(OH)YN<sup>+</sup>(R<sup>1</sup>)(R<sup>2</sup>)(R<sup>3</sup>)X<sup>-</sup>;

en donde:

Q1 es un grupo hidrocarbonado monovalente tal como metilo;

Y es un grupo hidrocarbonado divalente tal como etileno;

X es un contraión tal como cloruro Cl<sup>-</sup>;

y R<sup>1</sup>-R<sup>3</sup> son grupos hidrocarbonados monovalentes tal como metilo.

Por lo tanto, un ejemplo representativo de al menos un grupo -R-Z-Q particularmente preferido es CH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>N<sup>+</sup>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(CH<sub>3</sub>)Cl<sup>-</sup>.

*Compuesto orgánico de amonio cuaternario con grupos epóxido*

Se puede hacer referencia a las solicitudes '753 y '760 para una muestra detallada de las fórmulas genéricas de los compuestos de este tipo. Basta decir que para los propósitos de la presente memoria, algunos ejemplos específicos de compuestos útiles de este tipo son cloruro de glicidil-trimetilamonio y bromuro de glicidil-trimetilamonio. Aunque también es posible utilizar epóxidos no terminales, generalmente es preferible utilizar epóxidos terminales tales como los compuestos descritos. También se pueden utilizar combinaciones de epóxidos, así como combinaciones de epóxidos y las halohidrinan que se indican a continuación.

*Compuesto orgánico de amonio cuaternario con grupos halohidrina*

De nuevo, se puede hacer referencia a las solicitudes '753 y '760 para una muestra detallada de las fórmulas genéricas de los compuestos de este tipo. Basta decir que para los propósitos de la presente memoria, algunos ejemplos específicos de composiciones útiles de este tipo son

cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)trimetilamonio  $\text{ClCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}$ ,

cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetildodecilamonio,

cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetiloctadecilamonio,

bromuro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)trimetilamonio,

15 bromuro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetildodecilamonio, y

bromuro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetiloctadecilamonio.

Aunque es posible utilizar halohidrinan no terminales, generalmente es preferible utilizar halohidrinan terminales tales como los compuestos descritos. También se pueden utilizar combinaciones de halohidrinan, así como combinaciones de halohidrinan y los epóxidos indicados anteriormente.

20 *Silanos y siloxanos con grupos amino*

Los silanos que contienen grupos amino para su uso en la presente invención comprenden generalmente monómeros de organosilicio del tipo  $\text{R}_3\text{SiR}$ , en donde los grupos R en la molécula pueden consistir en grupos alquilo que contienen 1-6 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo e isobutilo; un grupo arilo, tal como fenilo; o los grupos R pueden comprender grupos amino, tales como aminoetilo, aminopropilo, aminoisobutilo, aminoetilaminopropilo y aminoetilaminoisobutilo; siempre que al menos un grupo R del silano sea un grupo amino.

Algunos ejemplos representativos de silanos que contienen grupos amino que son adecuados para su uso en la presente invención incluyen aminometiltrimetilsilano, aminotrimetilsilano, (bencilmetilamino)triethylsilano, dietilaminometiltrimetilsilano, dietilaminotrimetilsilano, dietilaminotriethylsilano, diisopropilaminotrimetilsilano, dimetilaminotriethylsilano, dimetilaminotrimetilsilano, fenilmetilbis(dimetilamino)silano, tetrakis(dimetilamino)silano, tri-n-hexilsililamina, trimetilaminosilano, triethylaminosilano, tris(dimetilamino)ethylsilano, tris(dimetilamino)metilsilano y tris(dimetilamino)fenilsilano.

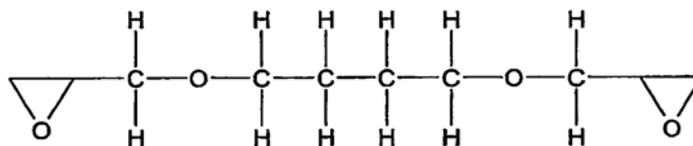
Algunos ejemplos de siloxanos con grupos amino incluyen los polímeros y copolímeros de siloxano que tienen pesos moleculares medios numéricos de 1000-100.000, especialmente los que tienen un peso molecular medio numérico de 5000-50.000, tales como copolímeros de polidimetilsiloxanos terminados en aminopropilo y dimetilsiloxano terminados en trimetilsililo. Los siloxanos también deben contener 0,1-2,0 miliequivalentes de funcionalidad amino por gramo de siloxano por término medio, basado en el nitrógeno amínico de los grupos amino primarios y secundarios presentes en el siloxano. Los grupos amino pueden estar presentes en el siloxano como grupos aminoetilo, grupos aminopropilo, grupos aminoisobutilo, grupos aminoetilaminopropilo o grupos aminoetilaminoisobutilo. Se puede hacer referencia a la patente de EE.UU. 6.475.974 expedida recientemente (5 de noviembre de 2002), para obtener información de estos y siloxanos similares que contienen grupos amino, que se pueden utilizar en la presente memoria.

*Agente de reticulación*

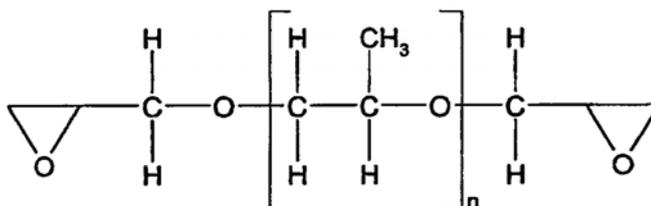
El agente de reticulación para su uso en la presente invención es un epóxido orgánico que contiene al menos dos grupos epoxi, es decir, diepóxido, incluyendo composiciones, tales como éter diglicídico de etilenglicol, éter diglicídico de dietilenglicol, éter diglicídico de polietilenglicol, éter diglicídico de glicerina, éter triglicídico, éter diglicídico de propilenglicol, éter diglicídico de butanodiol; 1,2,3,4-diepoxibutano; 1,2,4,5-diepoxipentano; 1,2,5,6-diepoxihexano; 1,2,7,8-diepoxioctano; 1,3-divinilbenceno-diepóxido; 1,4-divinilbenceno-diepóxido; éter diglicídico de 4,4'-isopropilidendifenol y éter diglicídico de hidroquinona.

50 También se pueden utilizar en la presente memoria otros éteres poliglicídicos de alcano-poliol, éteres poliglicídicos de poli(alquilenglicoles), diepoxi-alcanos, diepoxi-aralcanos y éteres poliglicídicos de polifenol.

A continuación, se muestran dos epóxidos orgánicos especialmente preferidos que contienen al menos dos grupos epoxi, en los que n es un número entero positivo que determina el peso molecular del epóxido.

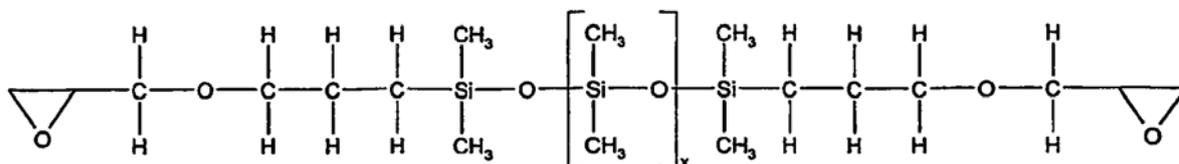


Éter diglicídico de butanodiol



Éter diglicídico de poli(propilenglicol)

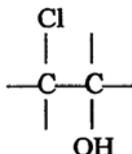
Cuando es deseable utilizar una silicona epoxifuncional que contenga al menos dos grupos epoxi en lugar de un epóxido orgánico que contenga al menos dos grupos epoxi, se puede utilizar una silicona epoxifuncional adecuada de la estructura general que se muestra a continuación, en la que x representa un número entero de uno o más. Si se desea, se pueden utilizar siliconas epoxifuncionales que contienen grupos epoxi colgantes a lo largo de la cadena de polímero de silicona.



Polidimetilsiloxano terminado en epoxipropoxipropilo

Dichas siliconas epoxifuncionales son bien conocidas en la técnica y disponibles comercialmente en empresas como Dow Corning Corporation, Midland, Michigan USA. Típicamente, dichas siliconas tienen una viscosidad que varía de 1 a aproximadamente 200 centistokes ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ) y pesos moleculares de aproximadamente 300-6000.

Las clorhídricas se pueden utilizar en lugar o junto con los epóxidos. Como se conoce en la técnica, una clorohidrina es un compuesto que contiene tanto radicales cloro como hidroxilo, y en algunos casos, la clorohidrina se ha definido como compuestos que tienen los grupos cloro e hidroxilo en átomos de carbono adyacentes, es decir,



Las clorhídricas se pueden convertir en epóxidos por la acción de una base. En presencia del ion hidroxilo, una pequeña proporción del alcohol existe en forma de un alcóxido, que desplaza el ion cloruro del átomo de carbono adyacente para producir un éter cíclico.

Además, también se pueden incluir como un componente opcional epóxidos orgánicos y siliconas epoxifuncionales que contengan un grupo epoxi individual para controlar la densidad de reticulación y el peso molecular total de los elastómeros.

Otros agentes de reticulación opcionales comprenden di(met)acrilatos sustituidos, di(met)acrilatos no sustituidos y/u oligo(met). Algunos ejemplos de di(met)acrilatos no sustituidos son diacrilato de hexanodiol, diacrilato de butanodiol, dimetacrilato de 1,3- butanodiol y diacrilato de neopentilglicol.

Algunos ejemplos de di(met)acrilatos sustituidos son 1-acriloxi-2-hidroxi-3-metacriloxipropano, 2,2-dimetilpropionato-diacrilato de 2,2-dimetilpropilo, diacrilato-monoestearato de pentaeritritol, diacrilato de polietilenglicol-400, diacrilato de polietilenglicol-300, diacrilato de polipropilenglicol-400, diacrilato de tetraetilenglicol, diacrilato de polipropilenglicol-700, 2,2-bis[4-(acriloxidietoxi)fenil]propano, diacrilato de trietilenglicol, diacrilato de tripropilenglicol, diacrilato de polietilenglicol-600 y diacrilato de neopentilglicol propoxilado.

Un ejemplo de un oligo(met)acrilato no sustituido es el triacrilato de trimetilolpropano (TMPTA).

Algunos ejemplos de oligo(met)acrilatos sustituidos son pentaacrilato y hexaacrilato de dipentaeritritol, triacrilato de tetrametilolmetano, triacrilato de trimetilolmetano, triacrilato de trimetilolpropano etoxilado, fosfato de tris(acrililoioxietilo), triacrilato de tris(2-hidroxi)etilisocianurato, triacrilato de trimetilolpropano etoxilado, triacrilato de trimetilolpropano propoxilado, triacrilato de glicerilo propoxilado, tetraacrilato de di(trimetilolpropano), pentaacrilato de di(pentaeritritol) y tetraacrilato de pentaeritritol etoxilado.

Algunos ejemplos de mono(met)acrilatos no sustituidos son acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, metacrilato de metilo, acrilato de ciclohexilo, acrilato de isobornilo, acrilato de laurilo, acrilato de estearilo, acrilato de etilhexilo, acrilato de tridecilo y acrilato de isooctilo.

Algunos ejemplos de mono(met)acrilatos sustituidos o compuestos relacionados son acrilato de perfluoroalquiletilo, ácido 2-acrilamido-2-metil-1-propanosulfónico, hidrogenoftalato de 2-acrililoioxietilo, hidrogenosuccinato de beta-acrililoioxietilo, ácido acrililoioxietilfosfórico, hidrogenoftalato de 2-acrililoioxipropilo, sal de potasio de acrilato de (3-sulfopropilo), sal dipotásica de itaconato de bis(3-sulfopropilo), N,N-dimetil-N-metacriloxaetil-N-(3-sulfopropil)amonio-betaína, acrilato de 2-carboxietilo, acrilato de 2-hidroxi)etilo, metacrilato de 2-etiltioetilo, acrilamida, 2-acrilamido-2-metoxiacetato de metilo, acrilonitrilo, bromuro de (2-(acriloxi)etil)(4-bencenobencil)dimetilamonio, acrilato de 2-hidroxi)etilo, acriloxidimetilbutirolactona, ácido acrílico, acrilato de metoxipolietilenglicol-400, acrilato de nonilfenol etoxilado, acrilato de nonilfenol dietoxilato, acrilato de fenoxidietilenglicol, acrilato de fenoxietilo, acrilato de dimetilaminoetilo, sal cloruro de metilo de acrilato de dimetilaminoetilo, acrilato de glicidilo, acrilato de fenoxipolietilenglicol, acrilato de 2,2,3,3-tetrafluoropropilo, metacrilato de metoxipolietilenglicol-1000, acrilato de tetrahidrofurfurilo, acrilato de caprolactona, acrilato de 2(2-etoxietoxi)etilo, ácido 2-acrilamidoglicólico. También se puede utilizar una mezcla de dos o más diacrilatos y/u oligoacrilatos.

Algunos ejemplos adicionales de agentes de reticulación que se pueden utilizar incluyen acrilatos de hidroxialquilo, ejemplos de los cuales son acrilato de hidroxietilo y metacrilato de hidroxietilo; así como isocianatos, tal como diisocianato de hexametileno.

### El tensioactivo

El tensioactivo puede comprender un tensioactivo no iónico, un tensioactivo catiónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo anfótero o una mezcla de dichos tensioactivos.

Por lo general, el tensioactivo no iónico debe ser un emulsionante no iónico que no contiene átomos de silicio. Los más preferidos son los alcoholes etoxilados  $R^4-(OCH_2CH_2)_aOH$ , particularmente los alcoholes etoxilados grasos. Los alcoholes etoxilados grasos contienen típicamente el grupo característico  $-(OCH_2CH_2)_aOH$  que está unido al residuo hidrocarbonado graso  $R^4$  que contiene aproximadamente de ocho a aproximadamente veinte átomos de carbono, tales como laurilo ( $C_{12}$ ), cetilo ( $C_{16}$ ) y estearilo ( $C_{18}$ ). Aunque el valor de "a" puede variar desde 1 a aproximadamente 100, su valor está típicamente en el intervalo de aproximadamente 12 a aproximadamente 40.

Algunos ejemplos de tensioactivos no iónicos adecuados son: polioxietileno (4)-lauril-éter, polioxietileno (5)-lauril-éter, polioxietileno (23)-lauril-éter, polioxietileno (2)-cetil-éter, polioxietileno (10)-cetil-éter, polioxietileno (20)-cetil-éter, polioxietileno (2)-estearil-éter, polioxietileno (10)-estearil-éter, polioxietileno (20)-estearil-éter, polioxietileno (21)-estearil-éter, polioxietileno (100)-estearil-éter, polioxietileno (2)-oleil-éter y polioxietileno (10)-oleil-éter. Estos y otros alcoholes etoxilados grasos están comercializados con marcas registradas y nombres comerciales tales como ALFONIC®, BRIJ, GENAPOL®, NEODOL®, SURFONIC®, TERGITOL® y TRYCOL. También se pueden utilizar alquifenoles etoxilados, tal como octilfenol etoxilado, comercializado con la marca registrada TRITON®.

Los tensioactivos catiónicos útiles en la presente invención incluyen compuestos que contienen restos hidrófilos de amonio cuaternario en la molécula que está cargada positivamente, tales como sales de amonio cuaternario representadas por  $R'R''R'''N^+X^-$ , donde  $R'$ ,  $R''$ ,  $R'''$  y  $R''''$  son grupos alquilo, que contienen de 1 a 30 átomos de carbono, o grupos alquilo derivados de sebo, aceite de coco o soja; y  $X$  es halógeno, es decir, cloro o bromo. Las más preferidas son las sales de dialquildimetil-amonio, representadas por  $R'R''N^+(CH_3)_2X^-$ , donde  $R'$  y  $R''$  son grupos alquilo, que contienen de 12 a 30 átomos de carbono, o grupos alquilo derivados de sebo, aceite de coco o soja; y  $X$  es halógeno. También se pueden utilizar sales de monoalquiltrimetil-amonio que se representan por  $R'N^+(CH_3)_3X^-$ , donde  $R'$  es un grupo alquilo, que contiene de 12 a 30 átomos de carbono, o un grupo alquilo derivado de sebo, aceite de coco o soja; y  $X$  es halógeno.

Algunas sales de amonio cuaternario representativas son bromuro de dodeciltrimetil-amonio (DTAB), bromuro de didodecildimetil-amonio, cloruro de dihexadecildimetil-amonio, bromuro de dihexadecildimetil-amonio, cloruro de dioctadecildimetil-amonio, cloruro de diicosildimetil-amonio, cloruro de didocosildimetil-amonio, cloruro de

dicocodimetil-amonio, cloruro de disebodimetil-amonio y bromuro de disebodimetil-amonio. Estas y otras sales de amonio cuaternario están disponibles comercialmente bajo nombres comerciales tales como ADOGEN, ARQUAD, TOMAH y VARIQUAT.

5 Entre los diversos tipos de tensioactivos aniónicos que se pueden utilizar están los ácidos sulfónicos y sus derivados salinos; sulfosuccinatos de metal alcalino; ésteres glicerílicos sulfonados de ácidos grasos, tales como monoglicéridos sulfonados de ácidos de aceite de coco; sales de ésteres de alcoholes monovalentes sulfonados, tal como oleil-isotionato de sodio; amidas de ácidos amino-sulfónicos, tal como la sal sódica de oleil-metil-aurida; productos sulfonados de nitrilos de ácidos grasos, tal como sulfonato de palmitonitrilo; hidrocarburos aromáticos sulfonados, tal como alfa-naftaleno-monosulfonato de sodio; productos de condensación de ácidos naftaleno-sulfónicos con formaldehído; octahidro-antraceno -sulfonato de sodio; alquil-sulfatos de metales alcalinos, tal como lauril-(dodecil)-sulfato de sodio (SDS); éter-sulfatos que tienen grupos alquilo de ocho o más átomos de carbono; y alquilaril-sulfonatos que tienen uno o más grupos alquilo de ocho o más átomos de carbono.

10 Algunos ejemplos de tensioactivos aniónicos comerciales útiles en esta invención incluyen alquil lineal-sulfonato de trietanolamina vendido con el nombre comercial BIO-SOFT N-300 por The Stepan Company, Northfield, Illinois; sulfatos vendidos con el nombre comercial POLYSTEP por The Stepan Company; y n-hexadecil-óxido de difenilo-disulfonato de sodio vendido con el nombre comercial DOWFAX 8390 por The Dow Chemical Company, Midland, Michigan.

También pueden ser utilizados tensioactivos anfóteros que comprenden generalmente composiciones tensioactivas, tales como alquil-betainas, alquilamido-betainas y óxidos de amina, cuyos ejemplos específicos son conocidos en la técnica.

#### *La fase polar acuosa*

La fase polar acuosa utilizada en el proceso es agua, o una fase acuosa que contiene agua y un disolvente polar.

15 Los disolventes polares especialmente preferidos en la presente memoria son los compuestos determinados para ser *disolventes polares no acuosos cosméticamente aceptables*, entre los que se encuentran alcoholes monohidroxilados, tales como alcohol etílico y alcohol isopropílico; dioles y trioles, tales como propilenglicol, 1,2-hexanodiol  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$ , 2-metil-1,3-propano-diol  $\text{HOCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OH}$  y glicerol; ésteres de glicerol, tales como triacetato de glicerilo (triacetina), tripropionato de glicerilo (tripropionina) y tributirato de glicerilo (tributirina); y poliglicoles, tales como polietilenglicoles y polipropilenglicoles entre los cuales están PPG-14-butil-éter  $\text{C}_4\text{H}_9[\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2]_{14}\text{OH}$ . En las aplicaciones que no son de higiene personal, se pueden emplear estos y otros disolventes polares no acuosos.

20 Por lo tanto, la fase polar acuosa de la emulsión o microemulsión, puede estar compuesta por agua o una mezcla de agua y un disolvente polar que es preferiblemente un compuesto orgánico polar. Generalmente, este componente estará presente en la composición en una cantidad que proporcione el resto de la composición hasta 100%, después de tener en cuenta las cantidades de los otros componentes utilizados en la formulación de una composición adecuada. Sin embargo, típicamente este componente comprenderá 0,1-99,8% en peso basado en el peso total de la composición de la emulsión o microemulsión del tipo aceite en agua o agua en aceite, preferiblemente 10-95% en peso. Aunque las mezclas de líquidos se pueden utilizar para formar este componente de una sola fase de la composición, los líquidos deben ser miscibles y capaces de formar una mezcla esencialmente homogénea.

#### *Componentes opcionales*

35 Puesto que las emulsiones y microemulsiones son susceptibles de contaminación microbiológica, es posible que sea necesario un conservante como componente opcional de la composición, y algunos compuestos representativos que se pueden utilizar incluyen formaldehído, ácido salicílico, fenoxietanol, DMDM-hidantoína (1,3-dimetilol-5,5-dimetilhidantoína), 5-bromo-5-nitro-1,3-dioxano, metil-paraben, propil-paraben, ácido sórbico, imidazolidinil-urea comercializada bajo el nombre GERMALL® II por Sutton Laboratories, Chatham, New Jersey, benzoato de sodio, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona comercializada bajo el nombre KATHON CG por Rohm & Haas Company, Philadelphia, Pensilvania, carbamato de yodopropinil-butilo comercializado con el nombre GLYCACIL® L por Lonza Incorporated, Fair Lawn, New Jersey.

40 Se puede incluir un estabilizador de congelación/descongelación como otro componente opcional de la composición incluyendo compuestos tales como etilenglicol, propilenglicol, glicerol, trimetilenglicol y alcoholes de éter de polioxietileno, tal como RENEX 30 comercializado por ICI Surfactants, Wilmington, Delaware.

Otro componente opcional de la composición que se puede incluir es un inhibidor de la corrosión, tales como una alcanolamina, un fosfato inorgánico, tal como ditiofosfato de zinc, un fosfonato inorgánico, un nitrito inorgánico, tal como nitrito de sodio, un silicato, un siliconato, un fosfato de alquilamina, un anhídrido succínico, tal como anhídrido dodecenil-succínico, un succinato de amina o un sulfonato de metal alcalino-térreo, tal como sulfonato de sodio o sulfonato de calcio.

Un componente opcional adicional que se puede utilizar es polisiloxanos de bajo peso molecular, tales como metilsiloxanos de bajo peso molecular lineales o cíclicos volátiles, o alquil- y aril-siloxanos de bajo peso molecular lineales y cíclicos volátiles y no volátiles. Los más preferidos son los metilsiloxanos de bajo peso molecular lineales y cíclicos volátiles. Estas composiciones son bien conocidas en la técnica y se puede hacer referencia a la patente de EE.UU. 6.238.657 (29 de mayo de 2001), para numerosos ejemplos específicos de composiciones adecuadas.

#### *Componentes alternativos*

Cuando las composiciones de emulsiones y microemulsiones del tipo aceite en agua o agua en aceite según esta invención se utilizan en determinados productos previstos para el mercado de la higiene personal, las composiciones se pueden formular para que incluyan uno o más componentes alternativos, por ejemplo:

10 (A) agentes acondicionadores, tales como polímeros catiónicos, proteínas, aceites naturales, silanos y siloxanos elastómeros que contienen átomos de nitrógeno, hidrocarburos que no sean ceras, y sus mezclas;

(B) cotensioactivos, tales como betaínas, monoalquilalcanolamidas, dialquilalcanolamidas, óxidos de amina, glicinatos de amina, propionatos de amina, sultaínas de amina, y sus mezclas;

(C) alcoholes polihidroxilados, tales como glicerina y sorbitol.

15 Los productos que contienen componentes alternativos (A) son especialmente útiles como acondicionadores, los productos que contienen (A) y (B) son especialmente útiles como champús y los productos que contienen (C) son especialmente útiles como cremas hidratantes.

Algunos ejemplos de componentes alternativos adicionales que se pueden incluir en los productos de higiene personal que contienen las composiciones de la emulsión o microemulsión son agentes de puesta en suspensión y espesantes.

Un agente de puesta en suspensión se puede utilizar en concentraciones eficaces para poner en suspensión el componente de silicona de la composición de la emulsión o microemulsión u otro material insoluble en agua en forma dispersa, en el producto de higiene personal. Dichos agentes de puesta en suspensión pueden incluir agentes de puesta en suspensión cristalinos que están categorizados como derivados del acilo, óxidos de amina de cadena larga y sus mezclas. Estos agentes de puesta en suspensión incluyen ésteres de etilenglicol de ácidos grasos, que tienen preferiblemente de 16 a 22 átomos de carbono. Ejemplos específicos incluyen poli(ácidos acrílicos), polímeros reticulados de ácido acrílico, copolímeros de ácido acrílico con un monómero hidrófobo, copolímeros de monómeros que contienen ácido carboxílico y ésteres acrílicos, copolímeros reticulados de ácido acrílico y ésteres acrilatos, gomas de heteropolisacáridos y derivados cristalinos de acilo de cadena larga. Los derivados de acilo de cadena larga son preferiblemente estearatos de etilenglicol, alcanolamidas de ácidos grasos que tienen 16 y 22 átomos de carbono o sus mezclas.

Los espesantes se pueden utilizar para facilitar la aplicación manual del producto de higiene personal al cabello, piel u otro sustrato, y se añaden en cantidades suficientes para proporcionar un efecto más atractivo. Entre los agentes espesantes representativos se encuentran alginato de sodio; goma arábiga; goma guar; goma hidroxipropil-guar; derivados de celulosa, tales como metilcelulosa, hidroxipropil-metilcelulosa, hidroxietilcelulosa e hidroxipropilcelulosa; almidón y derivados del almidón, tales como hidroxietilamilosa y amilosa de almidón; goma de algarrobo; electrólitos, tales como cloruro sódico y cloruro de amonio; sacáridos, tales como fructosa y glucosa; y derivados de sacáridos, tal como dioleato de PEG-120-metil-glucosa.

Otros componentes alternativos para los productos para el cuidado de la piel y el cuidado del cabello incluyen fragancias, vitaminas, ceramidas, derivados de aminoácidos, liposomas y productos botánicos y/o extractos de plantas. Otros componentes alternativos dependiendo del uso particular del producto de higiene personal incluyen glicoles, vitaminas A y E en sus diversas formas, agentes de protección solar, humectantes, emolientes, agentes oclusivos y ésteres. Se pueden añadir otros componentes alternativos a los productos de higiene personal que contienen las composiciones de emulsión y microemulsión de la invención, tales como colorantes, electrólitos, agentes de control del pH, reforzantes de la espuma y mejoradores de la detergencia de la espuma, estabilizadores de la espuma, antimicrobianos, antioxidantes, absorbentes de luz ultravioleta y fármacos. En particular, dichos componentes alternativos se pueden utilizar en cantidades de 0,1 a 5 partes en peso por 100 partes en peso de productos de champú acondicionador, preferiblemente de 0,1 a 1 parte en peso por 100 partes en peso.

#### *Preparación*

50 La cantidad de cada uno de los diversos componentes utilizados en la preparación de emulsiones y microemulsiones según la invención, en función del peso total de la composición, es:

(i) 0,01-90% en peso del compuesto orgánico de amonio cuaternario que tiene grupos epóxido o grupos halohidrina en su molécula;

(ii) 0,01-90% en peso del silano o el siloxano que tiene grupos amino en su molécula;

(iii) 0,01-90% en peso del agente reticulante;

(iv) 0,01-90% en peso del tensioactivo, preferiblemente 2-40% en peso, más preferiblemente 5-20% en peso; y

(v) siendo el resto hasta 100% en peso la fase polar acuosa. Las emulsiones y microemulsiones también se pueden preparar omitiendo el componente (i), es decir, el compuesto orgánico de amonio cuaternario que tiene grupos epóxido o grupos halohidrina en su molécula.

Si se incluye un componente opcional, está generalmente presente en una cantidad de 0,01-0,1% en peso de cada componente opcional, es decir, conservante, estabilizante de la congelación/descongelación o inhibidor de la corrosión.

La reacción puede realizarse para que se produzca simplemente mezclando todos los componentes conjuntamente y este es el requisito mínimo para obtener la reacción, es decir, para realizar la etapa de "reacción" en esas circunstancias. Sin embargo, generalmente es preferible mezclar todos los reactivos conjuntamente y calentarlos. Típicamente no es necesario un catalizador, pero en algunas circunstancias se puede emplear un catalizador apropiado. A este respecto, se ha descubierto que en general, las aminas terciarias no se añaden fácilmente a los epóxidos. Esto se puede mejorar si se acidifica la mezcla de reacción, especialmente en proporciones estequiométricas, o la amina terciaria se trata previamente con un ácido para convertirla a su sal de ácido.

Las emulsiones y microemulsiones se pueden preparar utilizando simples mezcladores de hélice, mezcladores de tipo turbina, mezcladores de rotación inversa Brookfield o mezcladores de homogeneización. Generalmente, no es necesario utilizar condiciones de procesamiento o un equipo especial.

Los siguientes ejemplos se exponen para ilustrar con mayor detalle la invención. Los Ejemplos 1 y 2 que se muestran a continuación son representativos de los procedimientos utilizados para preparar varias emulsiones como se muestra en la Tabla 1.

## Ejemplos

### Ejemplo 1

En un recipiente de reacción se pusieron 200 gramos de un siloxano aminofuncional terminado en trimetilsiloxi que tenía un grado de polimerización (DP) de aproximadamente 300 y que contenía aproximadamente 2% en moles de grupos aminoetil-aminoisobutil-metil-siloxano. Se añadieron 30 gramos del tensioactivo no iónico Tergitol TMN-6 y 30 gramos del tensioactivo no iónico Tergitol TMN-10, y se mezcló con un agitador mecánico durante un período de diez a quince minutos. A continuación, se añadieron a la solución 40 gramos de agua y 0,37 gramos de ácido acético glacial y se dejó que se mezclaran durante treinta minutos. Después del mezclamiento, la solución se calentó hasta  $75 \pm 5^\circ\text{C}$ , y se añadieron 13,6 gramos de cloruro de glicidiltrimetilamonio (GTMAC). Esta mezcla se agitó durante dos horas a  $75 \pm 5^\circ\text{C}$ . A continuación, se añadieron rápidamente a la solución 320 gramos de agua y se mezclaron rápidamente durante una hora. Se añadieron 114 gramos más de agua y se mezcló durante treinta minutos. En ese momento, se añadieron 6,5 gramos de triacrilato de trimetilolpropano (TMPTA) para reticular el siloxano aminofuncional (AFS). Esta solución se mantuvo a  $75 \pm 5^\circ\text{C}$  durante dos horas con agitación. A continuación, se dejó enfriar la emulsión hasta la temperatura ambiente. El producto final era una emulsión transparente con un tinte azul visible que contenía un siloxano funcional de amonio cuaternario elastómero (EQAFS).

### Ejemplo 2 (ejemplo de referencia)

En un recipiente de reacción se pusieron 200 gramos de un siloxano aminofuncional terminado en trimetilsiloxi con un grado de polimerización (DP) de aproximadamente 300 y que contenía aproximadamente 2% en moles de grupos aminoetil-aminoisobutil-metil-siloxano. Se añadieron 30 gramos del tensioactivo no iónico Tergitol TMN-6 y 30 gramos del tensioactivo no iónico Tergitol TMN-10, y se mezclaron con un agitador mecánico durante un período de diez a quince minutos. Se añadieron a la solución 40 gramos de agua y 0,37 gramos de ácido acético glacial y, a continuación, se mezcló durante treinta minutos. A continuación, se añadieron rápidamente a la solución 320 gramos de agua y se mezcló rápidamente durante una hora. Se añadieron 114 gramos más de agua y se mezcló durante treinta minutos. En este momento, se añadieron 14,6 gramos de un siloxano con terminación trimetilsiloxi que tenía un DP de aproximadamente 5, y que contenía tres grupos metil-(propil-3-glicidoxi)-siloxano, para reticular el siloxano aminofuncional (AFS). Esta solución se mantuvo a  $75 \pm 5^\circ\text{C}$  durante dos horas con agitación. A continuación, se dejó enfriar la emulsión hasta la temperatura ambiente. El producto final era una emulsión transparente con un tinte azul visible que contenía un siloxano aminofuncional elastómero (EAFS).

El Ejemplo 2 muestra otro método que se puede utilizar, si se desea, para preparar emulsiones y microemulsiones del tipo aceite en agua (O/W) y agua en aceite (W/O) que contienen silanos o siloxanos elastómeros, que tienen átomos de nitrógeno, como fase oleosa de las emulsiones o microemulsiones. Esencialmente implica las etapas secuenciales de:

- (i) preparar una primera mezcla que contenga sólo silanos o siloxanos con grupos amino en sus moléculas y un tensioactivo;
  - (ii) preparar una segunda mezcla añadiendo una primera parte de una fase polar acuosa a la primera mezcla;
  - (iii) preparar una tercera mezcla añadiendo el resto de la fase polar acuosa a la segunda mezcla;
- 5 (iv) preparar una cuarta mezcla añadiendo un agente reticulante a la tercera mezcla; y
- (v) calentar la cuarta mezcla.

Tabla 1- Composiciones de las emulsiones

Emulsión	AFS reaccionado con reticulante TMPTA (%)	AFS reaccionado con reticulante de siloxano (%)	AFS reaccionado con GTMAC (%)	TMN-6 (%)	TMN-10 (%)	EQAFS/EAFS en la emulsión (%)	Tamaño de Partículas (µm)
Emulsión 1	33,0		0	4	4	28	0,022
Emulsión 2	33,0		0	4	4	28	0,325
Emulsión 3	33,0		33	4	4	28	0,048
Emulsión 4	16,5		33	4	4	28	0,035
Emulsión 5	---	33,0	0	4	4	28	0,026
Emulsión 6	---	16,5	0	4	4	28	0,030
Emulsión 7	---	33,0	33	4	4	28	0,096
Emulsión 8	---	16,5	33	4	4	28	0,036

Ejemplo 3 - Formulaciones de acondicionadores del cabello

10 Se añadieron muestras de emulsiones que contenían siloxano elastómero para aclarar las formulaciones de acondicionadores utilizando aproximadamente dos por ciento en peso del siloxano elastómero. Las formulaciones de acondicionadores se muestran en la Tabla 2. En la tabla, el acondicionador A no contenía silano ni siloxano. Los acondicionadores B, C, D y E contenían diferentes emulsiones que contienen siloxano elastómero, con un agente reticulante de acrilato, según la presente invención. El acondicionador F contenía una emulsión de siloxano aminofuncional no elastómera con fines comparativos

15

Tabla 2

Ingrediente	Acondicionador A % en peso	Acondicionador B % en peso	Acondicionador C % en peso	Acondicionador D % en peso	Acondicionador E % en peso	Acondicionador F % en peso
Agua desionizada	c.s. hasta 100%					
Hidroxietilcelulosa	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Alcohol cetearílico	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Estearato de PEG-100 y estearato de glicerilo	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Siloxano de la emulsión 1	---	2,0	---	---	---	---
Siloxano de la emulsión 2	---	---	2,0	---	---	---
Siloxano de la emulsión 3	---	---	---	2,0	---	---
Siloxano de la emulsión 4	---	---	---	---	2,0	---

Ingrediente	Acondicionador A % en peso	Acondicionador B % en peso	Acondicionador C % en peso	Acondicionador D % en peso	Acondicionador E % en peso	Acondicionador F % en peso
Emulsión de amino-siloxano	---	---	---	---	---	2,0
DMD- hidantoína	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2

En la Tabla 2, los cuatro ingredientes hidroxietilcelulosa, alcohol cetearílico, estearato de PEG-100 y estearato de glicerilo y DMDM-hidantoína, se suministraron en forma de Natrosol® 250 MR comercializado por Hercules Incorporated, Wilmington, Delaware; Lanette O comercializado por Cognis Corporation, Hoboken, New Jersey; Arlacel® 165 comercializado por Uniqema (ICI Surfactants), Wilmington, Delaware; y Glydant® comercializado por Lonza Incorporated, Fairlawn, New Jersey, respectivamente.

La cantidad de siloxano elastómero estaba presente en los acondicionadores B-E en una concentración basada en el nivel de siloxano activo en el acondicionador. La emulsión de amino-siloxano se utilizó con fines comparativos y comprendía una emulsión catiónica disponible comercialmente que contenía aproximadamente 35% de un polímero de silicona aminofuncional, que se utiliza para proporcionar ventajas de acondicionamiento al cabello. La cantidad de amino-siloxano también se basó en el nivel de siloxano activo en el acondicionador.

#### *Procedimiento - Preparación de la muestra de cabello*

Para ensayar los acondicionadores preparados en la presente invención se utilizó cabello humano europeo ligeramente decolorado de International Hair Importer and Products, Inc. Un puñado de cabello con una longitud de aproximadamente 20,3 cm (ocho pulgadas) se subdividió en una serie de mechones de cabello individuales. Cada mechón pesaba aproximadamente 2,5 gramos. Un extremo de la raíz del cabello de 1,27 cm (0,5 pulgadas) se recortó y pegó a una ficha de plástico de 5,08 cm por 5,08 cm (2 pulgadas por 2 pulgadas) utilizando DUCO CEMENT®. Se dejó secar el pegamento y el mechón de cabello se peinó y recortó a una longitud tal que 15,24 cm (seis pulgadas) de cabello sobresalieran por debajo de la parte inferior de la ficha de plástico. Se perforó la ficha y se hizo un agujero en la parte central de aproximadamente 0,635 cm (un cuarto de pulgada) desde la parte de arriba. Cada mechón se aclaró durante 15 segundos bajo agua del grifo a 40°C. Utilizando una pipeta se aplicó 1,0 gramos de una solución que contenía 9% de laurilsulfato sódico y se enjabonó el mechón con ella durante 30 segundos. Se aclaró el mechón durante 30 segundos bajo un chorro de agua corriente. Se retiró el exceso de agua del mechón haciéndolo pasar por los dedos índice y corazón de la mano. Los mechones se colocaron en una bandeja cubiertos con toallitas de papel y se secaron durante la noche. Cada mechón se peinó a mano tres veces con las púas estrechas de un peine ACE® y se evaluó utilizando los procedimientos de peinado en húmedo y seco midiendo la fuerza de peinado con un tensiómetro INSTRON (*INSTRON WET and INSTRON DRY COMBING*) en lo sucesivo abreviadamente peinado INSTRON en seco y peinado INSTRON en húmedo.

Los procedimientos INSTRON son protocolos homologados, reconocidos y aceptados por la industria, véase por ejemplo, las patentes de EE.UU. 5.389.364 (14 de febrero de 1995), 5.409.695 (25 de abril de 1995), 5.419.627 (30 de mayo de 1995) y 5.504.149 (2 de abril de 1996).

Para los ensayos que implican acondicionadores con aclarado, los mechones de cabello se aclaran con agua del grifo durante 30 segundos a 40°C. El acondicionador de ensayo se aplica al mechón en una cantidad de 0,8 gramos, y se atusa el mechón durante 30 segundos. El mechón se aclara durante 30 segundos bajo agua del grifo a 40°C. Se retira el exceso de agua pasando el mechón a través de los dedos índice y corazón de la mano. Los mechones se dejan secar por separado en una toallita de papel durante la noche a temperatura ambiente. Los mechones se peinan una vez antes de realizar un estudio con tensiómetro INSTRON.

#### *Procedimiento del ensayo*

El peinado INSTRON es un ensayo reconocido en la industria para determinar el acondicionamiento del cabello por la facilidad de peinado en húmedo y la facilidad de peinado en seco. El ensayo emplea un tensiómetro INSTRON, que está equipado para medir la fuerza requerida para peinar el cabello. El comportamiento del acondicionador se basa en la capacidad de una formulación particular para tratamiento del cabello, tal como un champú o un acondicionador del cabello, para reducir la fuerza requerida para peinar el cabello con el tensiómetro INSTRON. La fuerza se expresa como una carga media de peinado (abreviadamente ACL, por la expresión inglesa *Average Combing Load*). Cuanto más bajo sea el número del valor ACL, mejor es el efecto de acondicionamiento impartido por la formulación de ensayo. Típicamente, las líneas base de ACL se establecen inicialmente utilizando mechones no tratados que se han lavado únicamente con una solución de lauril-sulfato sódico. La eficacia de un tratamiento se puede expresar entonces como una ACL del mechón tratado o la reducción porcentual de ACL, calculada utilizando la relación:

*(ACL del cabello no tratado-ACL del cabello tratado) x 100 dividido por la ACL del cabello no tratado*

5 Según el método de peinado INSTRON en húmedo, el cabello se humedece primero sumergiéndolo en agua destilada y, a continuación, el cabello se desenreda peinando el mechón tres veces. A continuación, el mechón se vuelve a enredar sumergiéndolo tres veces en agua destilada. El agua en exceso se retira pasando dos veces el mechón por los dedos índice y corazón de la mano. El mechón se coloca en un colgador y se le realiza un peinado INSTRON. Se vuelve a repetir el enredamiento y el peinado INSTRON del mechón hasta que se recogen todos los puntos de datos. Para cada tratamiento se mide la fuerza media de peinado de tres mechones.

10 Los resultados del peinado INSTRON en húmedo utilizando los acondicionadores B-E de acuerdo con la presente solicitud se muestran en la Tabla 3. Se puede ver que las emulsiones que contienen el siloxano funcional de amonio cuaternario elastómero, es decir, el acondicionador D y E, proporcionaron la mayor reducción en las fuerzas de peinado en húmedo, en comparación con (i) el acondicionador A de control que no contenía silano ni siloxano, y (ii) los acondicionadores B y C que contenían emulsiones elastómeras de siloxano aminofuncional sin funcionalidad de amonio cuaternario. El acondicionador E también actuó mejor que el acondicionador (F) que contenía la emulsión de silicona aminofuncional. Todos los acondicionadores que contenían las emulsiones que contenían siloxano elastómero son, por lo tanto, capaces de mejorar las propiedades de acondicionamiento en húmedo del cabello.

15 Según el método de peinado INSTRON en seco, el cabello se desenreda peinando 3 veces el mechón. A continuación, se vuelve a enredar el cabello enroscándolo 3 veces en sentido de las agujas del reloj y enroscándolo 3 veces en sentido contrario a las agujas del reloj. A continuación, se coloca el mechón en un colgador y se le realiza un peinado INSTRON. La acción de volver a realizar el enredamiento y peinado INSTRON se repite hasta que se recogen todos los puntos de datos. Para cada tratamiento se mide la fuerza media de peinado de tres mechones.

20 Los resultados del peinado INSTRON en seco utilizando los acondicionadores A-F se muestran en la Tabla 4. La Tabla 4 muestra que las emulsiones que contenían siloxano elastómero de la presente invención proporcionaron una reducción significativa de la fuerza de peinado en seco, en comparación con el acondicionador A de control, y que son comparables al acondicionador F de comparación que contiene la emulsión de silicona aminofuncional no elastómera. Todos los acondicionadores que contenían las emulsiones que contenían el siloxano elastómero son, por lo tanto, capaces de mejorar las propiedades de acondicionamiento en seco del cabello

Tabla 3 - Peinado INSTRON en húmedo

Acondicionador	Reducción de la ACL, %
A	0
B	53
C	78
D	87
E	93
F	81

Tabla 4 - Peinado INSTRON en seco

Acondicionador	Reducción de la ACL, %
A	-10
B	31
C	45
D	45
E	51
F	44

Ejemplo 4 - Formulaciones de acondicionador de cabello

30 Se añadieron muestras de emulsiones que contenían siloxano elastómero para aclarar las formulaciones de acondicionador utilizando aproximadamente dos por ciento en peso del siloxano elastómero. Las formulaciones de acondicionador se muestran en la Tabla 5. En la tabla, el acondicionador A no contenía silano ni siloxano. Los acondicionadores G, H, I y J contenían diferentes emulsiones que contenían siloxano elastómero utilizando un agente de reticulación de silicona epoxifuncional según la presente invención. El acondicionador F contenía una emulsión de siloxano aminofuncional no elastómera con fines comparativos

Tabla 5

Ingrediente	Acondicionador A % en peso	Acondicionador G % en peso	Acondicionador H % en peso	Acondicionador I % en peso	Acondicionador J % en peso	Acondicionador F % en peso
Agua desionizada	c.s. hasta 100%					
Hidroxietilcelulosa	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Alcohol cetearílico	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Estearato de PEG-100 y estearato de glicerilo	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Siloxano de la emulsión 5	---	2,0	---	---	---	---
Siloxano de la emulsión 6	---	---	2,0	---	---	---
Siloxano de la emulsión 7	---	---	---	2,0	---	---
Siloxano de la emulsión 8	---	---	---	---	2,0	---
Emulsión de amino-siloxano	---	---	---	---	---	2,0
DMDM-hidantoína	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2

- 5 Los resultados del peinado INSTRON en húmedo utilizando los acondicionadores G-J según la presente solicitud se muestran en la Tabla 6. Se puede ver que las emulsiones que contienen siloxano elastómero, es decir, el acondicionador I y el acondicionador J, proporcionaron la mayor reducción en fuerzas de peinado en húmedo en comparación con el acondicionador A de control que no contenía ni silano ni siloxano, y los acondicionadores G y H que contenían las emulsiones de amino-siloxano elastómero sin la funcionalidad de amonio cuaternario. Los acondicionadores I y J también actuaron mejor que el acondicionador (F) que contenía la emulsión de silicona aminofuncional no elastómera. Todos los acondicionadores que contenían las emulsiones que contenían siloxano elastómero son, por lo tanto, capaces de mejorar las propiedades de acondicionamiento en húmedo del cabello.
- 10 Los resultados de los ensayos de peinado INSTRON en seco realizados con los acondicionadores A, G-J y F se muestran en la Tabla 4. La Tabla 4 muestra que las emulsiones que contenían siloxano elastómero de la presente invención proporcionaron una reducción en las fuerzas de peinado en seco, en comparación con el acondicionador A de control que no contenía ni silano ni siloxano, y son comparables al acondicionador F de comparación que contenía una emulsión de silicona aminofuncional no elastómera. Todos los acondicionadores que contenían las emulsiones que contenían siloxano elastómero son, por lo tanto, capaces de mejorar las propiedades de acondicionamiento en seco del cabello.
- 15

Tabla 6 - Peinado INSTRON en húmedo

Acondicionador	Reducción de la ACL, %
A	0
G	62
H	76
I	86
J	94
F	81

Tabla 7 - Peinado INSTRON en seco

Acondicionador	Reducción de la ACL, %
A	-10
G	34
H	47
I	33
J	36
F	44

Ejemplo 5 - Formulaciones de acondicionador del cabello

Se prepararon acondicionadores con aclarado con la siguiente composición:

Tabla 8

Ingrediente	Acondicionador J % en peso	Acondicionador K % en peso	Acondicionador L % en peso	Acondicionador M % en peso
Agua desionizada	c.s. hasta 100%	c.s. hasta 100%	c.s. hasta 100%	c.s. hasta 100%
Hidroxietilcelulosa	1,5	1,5	1,5	1,5
Alcohol cetearílico	1,0	1,0	1,0	1,0
Estearato de PEG-100 y estearato de glicerilo	1,0	1,0	1,0	1,0
Siloxano de la emulsión 8	2,0	---	---	---
Siloxano de la emulsión 8	---	1,0	---	---
Siloxano de la emulsión 8	---	---	0,5	---
Siloxano de la emulsión 8	---	---	---	0,25
DMDM-hidantoína	0,2	0,2	0,2	0,2

- 5 El peinado INSTRON se realizó como en el Ejemplo 3 utilizando los acondicionadores J, K, L y M que se muestran anteriormente. Los resultados se muestran en las Tablas 9 y 10 donde se indica que las emulsiones que contenían el siloxano funcional de amonio cuaternario elastómero a las que se ha realizado el ensayo en concentraciones tan bajas como 0,25% en la formulación de acondicionador con aclarado, siguieron proporcionando una reducción significativa en las fuerzas de peinado en seco y en húmedo mejorando, por lo tanto, las propiedades de acondicionamiento del cabello.
- 10

Tabla 9 - Peinado INSTRON en húmedo

Acondicionador	Reducción de la ACL, %
J	91
K	90
L	80
M	82

Tabla 10 - Peinado INSTRON en seco

Acondicionador	Reducción de la ACL, %
J	43
K	46
L	30

Acondicionador	Reducción de la ACL, %
M	52

Ejemplo 6 - *Formulación de champú para el cabello*

Se prepararon composiciones de champú que contenían los ingredientes que se muestran en la Tabla siguiente.

Tabla - Ejemplo 6

Ingrediente	Champú A (% en peso)	Champú B (% en peso)	Champú C (% en peso)
Agua desionizada	c.s. hasta 100%	c.s. hasta 100%	c.s. hasta 100%
Laurilsulfato de sodio	30	30	30
Cocamida DEA	3,0	3,0	3,0
Pentaeritritil-tetraestearato de PEG-150	1,5	1,5	1,5
Cocamidopropil-betaína	7,0	7,0	7,0
Siloxano de la emulsión 1	2,0	---	---
Siloxano de la emulsión 2	---	2,0	---
Siloxano de la emulsión 4	---	---	2,0
DMDM-hidantoína	0,2	0,2	0,2

5 En la Tabla anterior para el Ejemplo 6, los cinco ingredientes laurilsulfato sódico, cocamida DEA, pentaeritritil-tetraestearato de PEG-150, cocamidopropil-betaína y DMDM-hidantoína se suministraron en forma de Standapol ES-3, con 30% de principio activo, comercializado por Cognis Corporation, Hoboken, New Jersey; Calamide C comercializado por Pilot Chemical Corporation, Santa Fe Springs, California; Crothix comercializado por Croda Incorporated, Parsippany, New Jersey; Monateric CAB, con 30% de principio activo, comercializado por Uniqema (ICI Surfactants), Paterson, New Jersey; y Glydant® comercializado por Lonza Incorporated, Fairlawn, New Jersey, respectivamente.

10 Se añadió agua desionizada a un recipiente de mezclamiento y se calentó hasta 65°C. Utilizando una agitación moderada, el pentaeritritil-tetraestearato de PEG-150 se dispersó completamente. Se desconectó la fuente de calor y se añadieron laurilsulfato de sodio, cocamida DEA y cocamidopropil-betaína. Cuando la temperatura era inferior a 40°C, se añadió la emulsión que contenía el siloxano elastómero. Se mezcló el champú durante 5 a 10 minutos y, a continuación, se añadió la DMDM-hidantoína. Se compensó la pérdida de agua y se mezcló la formulación durante 5 minutos más. El pH final de las formulaciones de champú estaba entre 6 y 7.

*Procedimiento de ensayo*

20 La retención del rizado es un ensayo reconocido por la industria para determinar las propiedades de retención y estilización del cabello sometiendo mechones de cabello rizado a condiciones de temperatura y humedad constantes durante un período de tiempo especificado. La retención del rizado se mide registrando la diferencia de longitud de los mechones de cabello rizado antes y durante las condiciones de temperatura constante y alta humedad. Se utilizan mechones de cabello redondos castaños naturales intactos ya preparados que pesan 2 gramos y que miden 25 cm de longitud. Para tratar previamente todos los mechones se aplica 1,0 gramo de una solución que contiene 9% de laurilsulfato de sodio y se enjabona con ella cada mechón durante 30 segundos. Cada mechón se aclara durante 30 segundos bajo un chorro de agua corriente. Se retira el agua en exceso de cada mechón haciendo pasar el mechón entre los dedos índice y corazón de la mano. Los mechones se colocan en una bandeja cubierta con toallitas de papel y se dejan secar durante la noche. Cada mechón se peina a mano tres veces con las púas estrechas de un peine. A continuación, cada mechón se humedece durante 15 segundos bajo agua corriente a 37°C y el exceso de agua se elimina tirando del mechón a través de los dedos índice y corazón de la mano.

30 A continuación, cada uno de los mechones se trata con 500 microlitros de una emulsión de silicona activa al 6% o una formulación de espuma de silicona activa al 2%. Cada mechón se ensortija alrededor de un rulo de permanente en espiral de 0,64 cm (1/4 pulgada) y se seca en un horno a 40°C durante la noche. Los mechones se retiran del rulo, manteniendo intacto el rizo y se cuelgan en una cámara de humedad. Las condiciones de la cámara de humedad son 25°C y 70% de humedad relativa. Las longitudes de los mechones se miden periódicamente durante 5 horas. Después del ensayo, se mide la longitud máxima de los mechones desenrollándolos completamente. El porcentaje de retención del rizado se calcula utilizando la relación:

$(\text{Longitud máxima del mechón} - \text{longitud del mechón en un momento específico}) / (\text{longitud máxima del mechón} - \text{longitud del mechón en el momento} = 0) \times 100$

Se mide una media de dos mechones para cada tratamiento. Los resultados del peinado Instron y la retención del rizado para las formulaciones de champú del Ejemplo 6 se muestran en las Tablas 11 y 12.

5

Tabla 11— Peinado Instron

Champú	Reducción de la ACL en húmedo, %	Reducción de la ACL en seco, %
B	12	25

Tabla 12 — Retención del rizado

Champú	% de retención del rizado después de 5 horas
Agua	31
A	38
C	36

Estos resultados muestran que los champús que contienen las emulsiones que contienen siloxano elastómero son útiles para limpiar y acondicionar el cabello y para proporcionar una ventaja de estilización flexible.

*Ejemplo 7 - Formulación de espuma*

10 Se preparó una composición de espuma acuosa a partir de los ingredientes que se muestran en la Tabla que aparece a continuación utilizando una técnica de mezclado convencional.

Tabla - Ejemplo 7

Ingrediente	Espuma A (% en peso)	Espuma B (% en peso)
Agua desionizada	c.s. hasta 100%	c.s. hasta 100%
Polyquaternium-11	8	8
Oleth-20	0,56	0,56
Siloxano de la emulsión 6	---	2,0
DMDM-hidantoína	0,2	0,2

15 En la Tabla anterior, los tres ingredientes Polyquaternium-11, Oleth-20 y DMDM-hidantoína se suministraron en forma de Gafquat® 755N, con 20% de principio activo, comercializado por ISP Technologies Incorporated, Wayne, New Jersey; Volpo 20 comercializado por Croda Incorporated, Parsippany, New Jersey; y Glydant® comercializado por Lonza Incorporated, Fairlawn, New Jersey, respectivamente.

Tabla 13 — Retención del rizado

Espuma	% de retención del rizado después de 5 horas
Control	45
Emulsión 6	50

20 Los resultados del ensayo de retención del rizado mostrados en la Tabla 13 indican que la espuma que contienen la emulsión 6, una emulsión aminofuncional elastómera, es útil para acondicionar el cabello y para proporcionar ventajas de retención y una estilización flexible adicional, en comparación con la formulación de la espuma de control que no contenía siloxano elastómero.

*Ejemplo 8 - Aplicación del acondicionador sin aclarado*

Las emulsiones 1-8 de esta invención se diluyeron más hasta una concentración de principio activo del 6% del siloxano elastómero y 500 microlitros de cada una de las emulsiones diluidas se aplicó a los mechones de cabello

para realizar una prueba de retención del rizado. Los resultados de retención del rizado se muestran a continuación en las Tablas 14 y 15.

Tabla 14 — Retención del rizado

Emulsión diluida	% de retención del rizado después de 5 horas
Emulsión 1	49
Emulsión 2	49
Emulsión 3	52
Emulsión 4	50
Resina de siloxano	48
Agua	31

Tabla 15 — Retención del rizado

Emulsión diluida	% de retención del rizado después de 5 horas
Emulsión 5	44
Emulsión 6	47
Emulsión 7	48
Emulsión 8	50
Agua	26

5 Los resultados en las Tablas 14 y 15 muestran que las emulsiones que contenían siloxano elastómero proporcionaron ventajas de estilización y retención flexible, además de impartir un tacto suave y atractivo al cabello. Incluso cuando los mechones se estiraron o peinaron para deshacer el rizo, se observó que volvían a su estado original rizado. Estos resultados muestran que las propiedades de retención del rizado son similares a las que se obtienen utilizando resinas basadas en siloxanos comerciales. Sin embargo, las propiedades de acondicionamiento como el peinado y la sensación al tacto son significativamente mejores cuando se utilizan las emulsiones que contienen siloxano elastómero.

15 Las emulsiones y microemulsiones preparadas en la presente invención son útiles en la higiene personal, por ejemplo, en la preparación de composiciones tales como antitranspirantes y desodorantes. Se pueden utilizar en cremas para la piel, lociones para el cuidado de la piel, cremas hidratantes, tratamientos faciales, tales como productos para quitar el acné o las arrugas, limpiadores faciales y personales, aceites de baño, perfumes, colonias, almohadillas perfumadas, protectores solares, lociones para antes y después del afeitado, jabones para el afeitado y espumas de afeitar. Se pueden utilizar en champús para el cabello, acondicionadores para el cabello, colorantes para el cabello, relajantes para el cabello, pulverizadores para el cabello, espumas, permanentes, depiladores y revestimientos de cutículas. En cosméticos, las composiciones se pueden añadir a maquillajes, cosméticos de color, bases de maquillaje, coloretes, barras de labios, delineadores de ojos, rímel para pestañas, productos para eliminar aceites, productos para eliminar los cosméticos de color y polvos. En dichas aplicaciones, las composiciones pueden incluir ingredientes solubles en aceite, solubles en disolventes polares y solubles en agua, tales como vitaminas.

25 Las emulsiones y microemulsiones también pueden actuar como vehículos de productos farmacéuticos, biocidas y otras sustancias biológicamente activas; y dichas composiciones tienen utilidad como aditivos para sustratos portadores no tejidos celulósicos o sintéticos utilizados en toallitas húmedas para limpieza, tales como toallitas húmedas, pañuelos de papel y toallitas, comercializadas generalmente para la higiene personal y tareas de limpieza domésticas.

30 Pueden realizarse otras variaciones en los compuestos, composiciones y métodos descritos en la presente memoria sin alejarse de las características esenciales de la invención. Las realizaciones de la invención ilustradas específicamente en la presente memoria son únicamente ilustrativas y no pretenden ser limitaciones de su alcance excepto como se define en las reivindicaciones adjuntas.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para tratar el cabello aplicando al cabello una composición de emulsión o microemulsión del tipo aceite en agua (O/W) o agua en aceite (W/O) que contiene un silano o siloxano elastómero que tiene grupos amonio cuaternario en su molécula como fase oleosa de la emulsión o microemulsión, preparada haciendo reaccionar: (i) un compuesto orgánico de amonio cuaternario que tiene grupos epóxido o grupos halohidrina en su molécula con (ii) un silano o siloxano que tiene grupos amino en su molécula, en presencia de (iii) un agente de reticulación y (iv) un tensioactivo, dispersado en (v) una fase polar acuosa.
- 5 2. Un método según la reivindicación 1, en el que el compuesto orgánico de amonio cuaternario que tiene grupos epóxido es cloruro de glicidil-trimetilamonio o bromuro de glicidil-trimetilamonio.
- 10 3. Un método según la reivindicación 1, en el que el compuesto orgánico de amonio cuaternario que tiene grupos halohidrina se selecciona del grupo que consiste en cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)trimetilamonio, cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetildodecilamonio, cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetiloctadecilamonio, bromuro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)trimetilamonio, bromuro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetildodecilamonio y bromuro de (3-cloro-2-hidroxiopropil)dimetiloctadecilamonio.
- 15 4. Un método según la reivindicación 1, en el que la fase polar acuosa es agua.
5. Un método según la reivindicación 1, en el que la fase polar acuosa comprende agua y un compuesto orgánico polar.
6. Un método según la reivindicación 5, en el que el compuesto orgánico polar se selecciona del grupo que consiste en alcoholes monohidroxilados, dioles, trioles, ésteres de glicerol y poliglicoles.
- 20 7. Un método según la reivindicación 1, en el que el agente de reticulación se selecciona del grupo que consiste en epóxidos orgánicos que contienen al menos dos grupos epoxi, siliconas epoxi funcionales que contienen al menos dos grupos epoxi, clorhidrinas, di(met)acrilatos sustituidos, di(met)acrilatos no sustituidos, oligo(met)acrilatos, mono(met)acrilatos sustituidos, acrilatos de hidroxialquilo e isocianatos,
- 25 8. Un método según la reivindicación 1, en el que el cabello se trata con un champú para el cabello, acondicionador del cabello, colorante para el cabello, relajante para el cabello, pulverizador de cabello, espuma, gel de estilización u ondulación permanente, cada uno de los cuales contiene la composición de emulsión o microemulsión del tipo aceite en agua (O/W) o agua en aceite (W/O).
- 30 9. Un método según la reivindicación 1, en el que el cabello se trata con un sustrato celulósico, sustrato no tejido sintético, toallita húmeda para limpieza, pañuelos de papel o toallita, cada uno de los cuales contiene la composición de la emulsión o microemulsión del tipo aceite en agua (O/W) o agua en aceite (W/O).
10. Un champú para el cabello, acondicionador del cabello, colorante para el cabello, relajante para el cabello, pulverizador de cabello, espuma, gel de estilización u ondulación permanente, que contienen la composición de la emulsión o microemulsión del tipo aceite en agua (O/W) o agua en aceite (W/O) preparada de acuerdo con el método definido en la reivindicación 1.