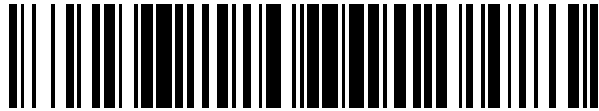


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 496 991**

51 Int. Cl.:

A61K 8/37 (2006.01)

A61Q 5/12 (2006.01)

A61Q 9/02 (2006.01)

A61Q 19/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.02.2010 E 10153429 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.06.2014 EP 2359802**

54 Título: **Composición cosmética que contiene éster parcial de poliglicerol**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.09.2014

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**WENK, HANS HENNING y
LERSCH, PETER**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 496 991 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

Composición cosmética que contiene éster parcial de poliglicerol

Campo de la invención

La presente invención se refiere a composiciones cosméticas que contienen ésteres parciales de poliglicerol.

5 Antecedentes de la invención

El uso de ésteres de poliglicerol en aplicaciones cosméticas es conocido *per se*:

la Publicación de Patente Alemana DE 3818292 A1 se refiere a un procedimiento para la preparación de ésteres de ácidos grasos o de ácidos grasos hidroxilados de derivados de isopropilideno de un poliglicerol, y su uso para preparaciones cosméticas y agentes para el cuidado de la piel.

10 La Publicación Europea EP 0451461 B1 describe el uso de mezclas de ésteres de ácidos grasos con poliglicerol como emulsionantes en preparaciones cosméticas y farmacéuticas. Estos son obtenibles mediante esterificación parcial de poligliceroles con al menos un ácido graso saturado que tiene 12 a 22 átomos de carbono, o al menos un ácido graso insaturado que tiene 16 a 22 átomos de carbono, en el que el
15 ácido graso insaturado o mezcla de ácidos grasos empleada puede contener adicionalmente hasta 10% en peso de ácidos grasos saturados que tienen 16 a 22 átomos de carbono. El grado de esterificación de los ácidos grasos saturados o insaturados en la mezcla está entre 20 y 70%.

El documento JP2008308415 describe aclarados para el cabello, tratamientos para el cabello, o acondicionadores para el cabello que suprimen el volumen incrementado del cabello en entornos de
20 humedad elevada y contienen polímeros de metacrilato, ésteres de ácidos grasos con poliglicerina, alditoles, y tensioactivos catiónicos. El diisosteato de diglicerol se da como un ejemplo adecuado de un éster de poliglicerol.

El documento JP2008280329 describe ésteres de ácidos grasos con poliglicerina como agentes gelificantes para aceites cosméticos.

25 El documento JP2008208050 describe detergentes que contienen derivados de polialquil glucósidos y ésteres de monoácidos grasos con poliglicerina (grado de monoesterificación $\geq 70\%$) que tienen excelentes propiedades de espumación y buena compatibilidad con la piel.

El documento JP2008195689 describe composiciones para el cuidado de la piel y del cabello que comprenden microemulsiones y que contienen ésteres de poliglicerina con ácidos grasos de C8-22 y que tienen un valor HLB ≥ 13 .

30 El documento WO2005115328 describe productos para el cuidado de la piel y del cabello que tienen un perfil de comportamiento mejorado que tienen polímeros catiónicos y ésteres de ácidos grasos con poliglicerina.

Mashiko et al. describen el uso de isoesteato de poliglicerina en productos para el cuidado del cabello (Fragrance Journal 1998, 26(5), 64-70).

35 Takano et al. describen el uso de Nikkomulse 61H (que contiene pentaesteato de poliglicerilo-10) para aplicaciones de acondicionadores del cabello.

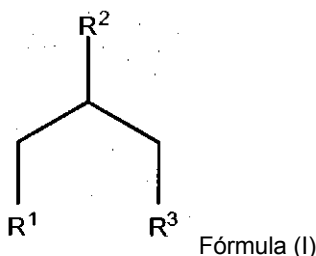
El documento EP780117 describe emulsiones acondicionadoras del cabello que contienen un éster de ácido graso de C6-22 con poliglicerol.

El documento DE3533600 describe preparaciones para el cabello que contienen tensioactivos no iónicos solubles en agua que contienen poliglicerol.

40 Fue un objeto de la invención proporcionar agentes que superen al menos una desventaja enunciada en la técnica anterior.

Ahora se ha encontrado, sorprendentemente, que las composiciones cosméticas que contienen ésteres parciales de poliglicerol de la reivindicación 1 satisfacen los requisitos.

45 La presente invención se refiere por lo tanto a composiciones cosméticas que contienen éster parcial de poliglicerol que tiene la estructura de Fórmula (I)



siendo R^1 , R^2 y R^3 independientes entre sí, iguales o diferentes, seleccionados del grupo que consiste en

-OH,

5 -OR⁴, siendo R⁴ un radical acilo lineal no sustituido, con una longitud de cadena de 16 a 22 átomos de carbono, con la condición de que los ácidos monocarboxílicos obtenidos a partir del radical acilo mediante saponificación posean un valor de yodo menor que 50, preferiblemente menor que 30, más preferiblemente alrededor de 1-25,

-OR⁵, siendo R⁵ un radical que tiene la estructura de Fórmula (I), en la que uno de R^1 , R^2 y R^3 son un enlace directo al oxígeno de -OR⁵

10 en el que cada molécula del éster parcial de poliglicerol comprende al menos uno de cada -OR⁴ y -OR⁵,

con las condiciones de que el poliglicerol obtenido mediante hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poliglicerol comprenda un grado medio de polimerización de 2 a 8 y el índice de polidispersidad de dicho poliglicerol sea mayor que 1,0, preferiblemente mayor que 1,2, tal como se especifica a continuación y que el éster parcial de poliglicerol comprenda un valor HLB de 2 a 10.

15 La invención se refiere además al uso de los ésteres parciales de poliglicerol en preparaciones cosméticas.

Una ventaja de la presente invención es que las preparaciones cosméticas según la invención son estables durante el almacenamiento a largo plazo.

20 Una ventaja adicional de la presente invención es que las preparaciones cosméticas que comprenden los ésteres parciales de poliglicerol son estables a temperatura elevada, y también soportan ciclos repetidos de congelación-descongelación.

Aún una ventaja adicional es que las preparaciones cosméticas según la invención pueden tener una sensación a la piel ligera, no grasienta.

Aún una ventaja adicional de la presente invención es que las preparaciones cosméticas pueden potenciar la compatibilidad del cabello.

25 Aún una ventaja adicional de la presente invención es que las preparaciones cosméticas pueden potenciar la sujeción del cabello. Aún una ventaja adicional de la presente invención es que las preparaciones cosméticas pueden potenciar el aspecto del cabello. Aún una ventaja adicional de la presente invención es que las preparaciones cosméticas pueden potenciar la elasticidad del cabello.

30 Aún una ventaja adicional de la presente invención es que las preparaciones cosméticas pueden proteger al cabello humano o animal frente al daño térmico.

Todavía otra ventaja de la presente invención es que los ésteres parciales de poliglicerol pueden necesitar poca ayuda de deposición para depositarse sobre las fibras.

Aún una ventaja adicional de la presente invención es que las preparaciones cosméticas según la invención pueden tener una deposición potenciada del éster parcial de poliglicerol en presencia de un tensioactivo aniónico.

35 Otra ventaja es que las composiciones cosméticas según la invención pueden proporcionar excelente control estático en las fibras.

Una ventaja adicional es que los ésteres parciales de glicerol usados en la invención pueden tener excelentes propiedades emulsionantes.

40 Otra ventaja es que las composiciones cosméticas según la invención pueden ser biodegradables y pueden tener una baja toxicidad para seres humanos y medioambiental.

Aún otra ventaja es que las composiciones cosméticas según la invención pueden permitir la formulación con

material que no es estable a pH bajo, tales como enzimas y ciertos perfumes.

La persona experta en la técnica sabrá que los ésteres de poliglicerol debido a su naturaleza polimérica y debido a los métodos como se preparan son mezclas estadísticas de diferentes estructuras.

5 De este modo, una molécula de poliglicerol puede comprender enlaces de éter entre dos posiciones primarias, una posición primaria y una secundaria, o dos posiciones secundarias de las unidades monoméricas de glicerol. También pueden estar presentes estructuras cíclicas que comprenden uno o más ciclos. Para tetraglicerol y oligómeros superiores, pueden estar presentes estructuras ramificadas que comprenden al menos una unidad monomérica de glicerol enlazada a tres unidades monoméricas de glicerol adicionales vía un enlace de éter. Una mezcla de poligliceroles puede contener diferentes oligómeros e isómeros de estos, y se puede caracterizar por la distribución oligomérica, es decir, la proporción de estructuras de mono-, di-, tri-, etc. gliceroles en la mezcla. Esta distribución se puede determinar, por ejemplo, mediante cromatografía de gases a temperatura elevada de la mezcla de poliglicerol tras la derivatización. La síntesis de isómeros de oligoglicerol individuales se describe en "Original synthesis of linear, branched and cyclic oligoglycerol standards", Cassel et al., Eur. J. Org. Chem. 2001, 875-896.

15 Adicionalmente, la esterificación de mezclas de poligliceroles da como resultado típicamente una distribución de poliglicerol no esterificado, monoéster, diéster, triéster, etc., en la que el grado medio de esterificación se determina mediante la relación de ácido graso (o su derivado) a poliglicerol usado en la síntesis. Si se usa para la esterificación una mezcla de ácidos grasos diferentes, más de un resto de ácido graso igual o diferente se puede enlazar a una molécula de poliglicerol vía un enlace de éster.

20 Para la presente invención, es esencial que la cadena principal del poliglicerol del éster parcial de poliglicerol comprenda un grado medio de polimerización de 2 a 8, preferiblemente de 2,5-6, particularmente preferido de alrededor de 3 a 5.

25 Un método adecuado para determinar el grado medio de polimerización del poliglicerol en un éster parcial de poliglicerol dado comprende la hidrólisis o alcoholisis del éster parcial, la separación del poliglicerol resultante a partir de los compuestos de ácido carboxílico formados, y el análisis mediante cromatografía de gases (GC) tras la derivatización.

El método de GC también permite diferenciar las estructuras cíclicas de las no cíclicas en oligómeros con hasta cuatro unidades monoméricas (es decir, de glicerol a tetragliceroles).

30 Para calcular el índice de polidispersidad descrito a continuación, se añaden estructuras cíclicas y lineales, p. ej., la proporción de diglicerol en una mezcla está constituida por la proporción de estructuras de diglicerol lineales y cíclicas.

35 Para este fin, se ponen a reflujo 0,6 g de éster de poliglicerol en 25 ml de KOH etanólico 0,5 N durante 30 minutos, y se ajusta a pH 2-3 con ácido sulfúrico. Los ácidos grasos se separan mediante extracción de tres veces con un volumen equivalente de éter de petróleo. Los extractos combinados se evaporan hasta un volumen de aprox. 10 ml. Se transfiere una alícuota de 0,5 ml a un vial de automuestreo y se analiza mediante GC tras la adición de 0,5 ml de MTBE y 1 ml de disolución de TMAH (hidróxido de trimetilamilo en metanol) como agente de derivatización (GC).

El análisis de los ácidos grasos mediante GC se lleva a cabo con un cromatógrafo de gases equipado con un inyector de división/sin división, una columna capilar y un detector de ionización de la llama.

Condiciones:		
Inyector:	290°C, División 30 ml	
Volumen de inyección:	1 µl	
Columna:	30 m*0,32 mm HP1 0,25 µm	
Gas portador:	helio, presión de cabeza 70 kPa	
Prog. de temp.:	80°C-300°C con 8°C/min.;	
(acondicionamiento)		
Detector	FID a	320°C
	hidrógeno	35 ml/min.
	aire	240 ml/min.
	gas de relleno	35 ml/min.

Aplicando estas condiciones, los ésteres metílicos de los ácidos grasos se separan según su longitud de cadena alquílica.

40 El contenido relativo de los ácidos grasos individuales (distribución de longitud de cadena) se evalúa mediante el porcentaje de área del pico. El residuo tras la extracción con éter de petróleo se ajusta a pH 7-8 mediante adición de disolución de hidróxido de bario. El precipitado de sulfato de bario se separa mediante centrifugación. El sobrenadante se elimina, y el residuo se extrae tres veces con 20 ml de etanol. Los sobrenadantes combinados se evaporan a 80°C/50 mbares. El residuo se disuelve en piridina. Se transfieren 500 µl de la disolución a un vial de automuestreo y se añade 1 ml de MSTFA (N-metil-N-trifluoroacetamida). El vial se cierra y se calienta hasta 80°C

durante 30 minutos.

El análisis mediante GC del componente poliglicérico (como su derivado trimetilsilílico) se lleva a cabo con un cromatógrafo de gases-líquidos equipado con un inyector en columna y un detector FID.

Condiciones:	
Inyector:	en columna, bandeja de horno
Volumen de inyección:	0,1 µl
Gas portador:	3 ml/min. de hidrógeno (flujo constante)
Columna (Varian)	SimDist 12 m x 0,32 mm x 0,1 mm
Programa de temperatura :	65°C-365°C con 10°C/min.;
Detector (FID)	375°C

5 En estas condiciones, los poligliceroles se separan según su grado de polimerización. Adicionalmente, los isómeros cíclicos se separan de los lineales hasta un grado de polimerización de cuatro.

Las áreas de los picos de los oligómeros individuales se separan mediante una perpendicular aplicada al punto más bajo del valle del pico entremedias.

10 Puesto que la resolución de los oligómeros mayores que hexaglicerol es mala, los picos de heptaglicerol y de oligómeros superiores se compendian como "heptaglicerol y superiores" y se tratan como heptaglicerol para los fines del cálculo del índice de polidispersidad. También, para el cálculo del índice de polidispersidad, se compendian los isómeros lineales y cíclicos.

La relación relativa de oligómeros e isómeros de poliglicerol individuales se calcula a partir del área del pico de la GC obtenida como se describió.

15 Por supuesto, los análisis de GC descritos del componente de ácido graso y del componente de poliglicerol también se pueden llevar a cabo sobre materias primas que se han usado para la preparación de ésteres de poliglicerol contenidos en las composiciones cosméticas según la invención.

Para la presente invención es esencial que el poliglicerol obtenido mediante hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poliglicerol contenido en las composiciones cosméticas según la invención comprenda un índice de polidispersidad mayor que 1,0, preferiblemente mayor que 1,5.

20 Para los fines de la presente invención, el índice de polidispersidad se calcula según

$$\sum_i |n_i - \langle n \rangle| \cdot x_i$$

25 en el que n_i es el grado de polimerización del oligómero i individual, $\langle n \rangle$ es el grado medio de polimerización de la mezcla de poliglicerol, y x_i es la proporción del oligómero i en la mezcla de poliglicerol según se determina mediante el método de GC descrito anteriormente. Para este cálculo, el grado medio de polimerización $\langle n \rangle$ se calcula a partir del valor de hidroxilo (OHV, en mg de KOH/g) según la fórmula $\langle n \rangle = (112200 - 18 \cdot \text{OHV}) / (74 \cdot \text{OHV} - 56100)$.

30 El poliglicerol, dependiendo de su forma de preparación, puede comprender diferentes porcentajes de estructuras cíclicas. En "Original synthesis of linear, branched and cyclic oligoglycerol standards", Cassel et al., Eur. J. Org. Chem. 2001, 875-896 se da un resumen de algunas estructuras cíclicas presentes en mezclas de poligliceroles comerciales. Para los ésteres parciales de poliglicerol contenidos en las comporiciones cosméticas según la presente invención, es ventajoso, si el poliglicerol en la cadena principal de poliglicerol del éster parcial comprende al menos 1%, preferiblemente al menos 2% e incluso más preferiblemente al menos 3% de estructuras cíclicas.

Los porcentajes dados no son porcentajes en peso ni por mol, sino que se determinan mediante el método de GC descrito anteriormente, y se basan en la cantidad de todo el poliglicerol.

35 Los radicales R^5 en el éster parcial de poliglicerol pueden ser iguales o diferentes en una molécula, preferiblemente son diferentes.

40 Es obvio que el resto $-OR^4$ está determinado por el ácido monocarboxílico HOR^4 usado en la reacción de esterificación para preparar el éster parcial de poliglicerol. Los restos preferidos $-OR^4$ derivan en consecuencia a partir de los ácidos seleccionados del grupo que consiste en ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico, y ácido behénico. También se pueden usar mezclas de diferentes ácidos, especialmente mezclas técnicas como por ejemplo ácidos grasos de palma total o parcialmente hidrogenados, ácidos grasos de pepita de palma, ácidos grasos de nuez de coco, ácidos grasos de haba de soja, ácidos grasos de sebo, ácidos grasos de semilla de colza, ácidos grasos de semilla de colza con alto contenido en ácido erúxico, o fracciones destiladas de estos, en tanto que su índice de yodo sea menor que 50, preferiblemente menor que 30, y más preferiblemente menor que 25. Dependiendo del grado de hidrogenación y del material de partida, estas mezclas técnicas pueden contener ciertas

cantidades de ácidos grasos insaturados, que entonces están contenidos en el éster parcial de poliglicerol contenido en la composición cosmética según la invención. Los ejemplos típicos de estos ácidos grasos insaturados son ácido palmítico, ácido oleico, ácido eláidico, ácido erúgico, ácido linoleico, y ácido linolénico, en los que el ácido oleico y el ácido eláidico se encuentran muy habitualmente como constituyentes de mezclas de ácidos grasos parcialmente hidrogenados. La cantidad de este subproducto se puede determinar mediante el índice de yodo de los ácidos grasos obtenidos a partir del radical acilo mediante saponificación del éster parcial de glicerol. Es esencial para el éster parcial de poliglicerol de la presente invención que este índice de yodo sea menor que 50, más preferiblemente menor que 30, e incluso más preferiblemente de 1 a 25.

El índice de yodo se puede determinar mediante DIN 53241-1:1995-05.

Los ésteres parciales de poliglicerol contenidos en la composición cosmética según la presente invención comprenden un valor de balance hidrófilo-lipófilo (valor HLB) de entre 2 y 10, preferiblemente de entre 2,5 y 8, más preferiblemente de entre 3 y 6. El valor de HLB es una medida del grado en el que la molécula es hidrófila o lipófila, determinado calculando valores para las diferentes regiones de la molécula. Para los fines de la presente invención, el valor HLB de los ésteres parciales de poliglicerol se calcula como sigue:

$$HLB = (mp/(mp + ma))*20,$$

en la que mp es la masa del poliglicerol, y ma es la masa de la mezcla de ácidos carboxílicos usada en la síntesis del éster de poliglicerol. Por ejemplo, la esterificación de 100 g de poliglicerol con 100 g de ácidos grasos daría como resultado un HLB de $(100 \text{ g}/(100 \text{ g} + 100 \text{ g}))*20 = 10$, independientemente del grado de polimerización del poliglicerol y del tipo de ácidos carboxílicos usados.

Los ésteres parciales de poliglicerol preferido contenidos en la composición cosmética según la invención se caracterizan por que tienen un punto de fusión de al menos 25°C, preferiblemente de al menos 35°C, más preferiblemente de al menos 38°C e incluso más preferiblemente de 38°C a 75°C.

Los ésteres parciales contenidos en la composición cosmética según la presente invención son obtenibles mediante un procedimiento de esterificación de

a) una mezcla de poliglicerol que comprende un grado medio de polimerización de 2 a 8, preferiblemente de 2,5-6, particularmente preferido de alrededor de 3 a 5, y un índice de polidispersidad mayor que 1,0, preferiblemente mayor que 1,5, con

b) al menos un ácido monocarboxílico que comprende un ácido carboxílico HOR⁴, siendo R⁴ un radical acilo lineal, no sustituido, con una longitud de cadena de 16 a 22 átomos de carbono, con la condición de que dicho ácido carboxílico posea un índice de yodo menor que 50, preferiblemente menor que 30, más preferiblemente de alrededor de 1-25.

Puede ser beneficioso aplicar un catalizador (por ejemplo hidróxidos o carbonatos de metales alcalinos; hidróxidos de metales alcalino-térreos; catalizadores de ácido sulfónico como ácido p-toluenosulfónico, ácido metanosulfónico, ácido trifluorometanosulfónico; óxidos metálicos tales como óxido de cinc(II) u óxido de estaño(II)) en el procedimiento de esterificación; sin embargo, la reacción se puede llevar a cabo sin adición de un catalizador. La reacción de esterificación se lleva a cabo típicamente a temperaturas entre 160 y 270°C, preferiblemente entre 180 y 250°C. Un intervalo de presión adecuado para la reacción es de alrededor de 50 mbares a alrededor de 1200 mbares, preferiblemente de alrededor de 600 mbares hasta la presión ambiental. La presión más baja aplicable está limitada por la pérdida de ácidos carboxílicos a partir de la mezcla de reacción por destilación.

El índice de yodo y el grado medio de polimerización se pueden determinar como se describe anteriormente.

Es obvio que en lugar de los ácidos monocarboxílicos b) y los ácidos dicarboxílicos c), se pueden usar derivados adecuados de los ácidos carboxílicos, como sus anhídridos, sus halogenuros, y sus ésteres, preferiblemente sus ésteres con alcoholes de cadena corta como metanol o etanol, para obtener los ésteres de poliglicerol contenidos en la composición cosmética según la invención.

Los poligliceroles preferidos usados en el procedimiento para obtener el éster parcial de poliglicerol contenido en la composición cosmética según la presente invención comprenden un grado medio de polimerización de 2,5 a 6, particularmente de forma preferible de 3 a 4, 5.

Los poligliceroles particularmente preferibles usados en el proceso para obtener el éster parcial de poliglicerol contenido en la composición cosmética según la presente invención se seleccionan a partir del grupo que consiste en poligliceroles con

cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 2,5-2,75, entonces la cantidad de diglicerol es mayor que 40% en peso y la cantidad de pentaglicerol y oligómeros mayores es mayor que 7% en peso ,

cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 2,75-3,25, entonces la cantidad de diglicerol es mayor que 35% en peso y la cantidad de pentaglicerol y oligómeros mayores es mayor que 10% en peso,

cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 3,25-3,75, entonces la cantidad de diglicerol es mayor que 30% en peso y la cantidad de pentaglicerol y oligómeros mayores es mayor que 15% en peso,

cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 3,75-4,5, entonces la cantidad de diglicerol es mayor que 25% en peso y la cantidad de pentaglicerol y oligómeros mayores es mayor que 20% en peso, y

- 5 cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 4,5-6,0, entonces la cantidad de diglicerol es mayor que 20% en peso y la cantidad de pentaglicerol y oligómeros mayores es mayor que 30% en peso,

donde el % en peso se refiere a la cantidad total de poliglicerol.

10 El poliglicerol usado en el procedimiento de esterificación descrito anteriormente se puede producir mediante varios métodos. Los métodos adecuados para la producción de poliglicerol incluyen polimerización de glicidol (por ejemplo con catálisis básica), polimerización de epíclorohidrina (por ejemplo en presencia de cantidades equimolares de una base como NaOH), o policondensación de glicerol.

15 El método preferido para los fines de esta invención es la condensación de glicerol, en particular en presencia de cantidades catalíticas de base, preferiblemente NaOH o KOH. Las condiciones de reacción adecuadas incluyen temperaturas de 220-260°C y presión reducida (20-800 mbares, preferiblemente 50-500 mbares) para facilitar la eliminación del agua de reacción desde la mezcla. El progreso de la reacción de condensación se puede seguir midiendo el índice de refracción, la viscosidad, o el índice de hidroxilo del producto de reacción.

Un método particularmente preferido, que da como resultado una polidispersidad deseada más amplia del producto, comprende las etapas de

- 20 - hacer reaccionar glicerol en una reacción de condensación en presencia de una cantidad catalítica (0,2-5% en peso) de base a una temperatura de alrededor de 220-260°C a una presión entre 250 y 1000 mbares a la vez que se elimina el agua de reacción mediante destilación hasta que la mezcla de reacción contiene menos de 70% (preferiblemente menos de 60%) de glicerol
- 25 - continuar la reacción de condensación a una menor presión entre 20 y 200 mbares mientras se elimina el agua de reacción y el glicerol mediante destilación hasta que el índice de hidroxilo de la mezcla de reacción es menor que 1400 (preferiblemente menor que 1200), y
- opcionalmente neutralizar el catalizador con un ácido.

El índice de yodo y el índice de polidispersidad se pueden determinar tal como se ha descrito anteriormente.

30 Un método preferido para la preparación de ésteres parciales de poliglicerol contenidos en la composición cosmética según la invención utiliza la condición de que la relación en peso de la mezcla de poliglicerol respecto al ácido monocarboxílico está en el intervalo de 0,11 a 1, preferiblemente en el intervalo de 0,11 a 0,67.

Las composiciones cosméticas preferidas según la invención contienen los ésteres parciales de poliglicerol mencionados anteriormente en una cantidad de 0,1% en peso a 10,0% en peso, más preferiblemente de 0,15% en peso a 5,0% en peso, incluso más preferiblemente de 0,2% en peso a 4,0% en peso, basado en el peso total de la composición.

35 Las composiciones cosméticas preferidas según la invención son emulsiones, preferiblemente emulsiones de aceite en agua o de agua en aceite, o emulsiones múltiples en forma de lociones, cremas, pulverizaciones o microemulsiones.

La composición cosmética según la invención puede comprender, por ejemplo, al menos un componente adicional seleccionado del grupo de

- 40 emolientes,
emulsionantes y tensioactivos,
espesantes/reguladores de la viscosidad/estabilizantes,
filtros fotoprotectores de UV,
antioxidantes y vitaminas,
- 45 hidrótrofos (o polioles),
sólidos y cargas,
formadores de película,

aditivos perlescentes,
ingredientes activos desodorantes y antitranspirantes,
repelentes de insectos,
agentes autobronceantes,

- 5 conservantes,
acondicionadores,
perfumes,
tintes,
ingredientes activos biogénicos,
10 aditivos para el cuidado,
agentes superengrasantes y
disolventes.

Las sustancias a usar como componentes adicionales son bien conocidas por el experto, y, para sustancias ejemplares adicionales, se puede consultar la lista en el documento, por ejemplo, DE 102008001788.

- 15 Las composiciones cosméticas preferidas según la invención contienen al menos un componente adicional seleccionado de tensioactivos catiónicos y polímeros que contienen al menos un grupo amonio cuaternario. Los tensioactivos catiónicos preferidos se seleccionan de sales de amonio cuaternario que contienen cadenas de carbono orgánicas como por ejemplo cloruro de cetrimonio, cloruro de behentrimonio, cloruro de dicetildimonio, quaternium-18, metosulfato de behentrimonio, cloruro de diestearoiletil dimonio, cloruro de palmitamidopropiltrimonio, metasulfato de ricinoleamidopropiltrimonio, cloruro de diestearildimonio y quaternium-87.

Las composiciones cosméticas preferidas según la invención pueden contener, por ejemplo

0% en peso a 10% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 7,5% en peso de al menos un emulsionante,

0% en peso a 10% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 7,5% en peso de al menos un potenciador de la consistencia,

- 25 0,1% en peso a 10% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 7,5% en peso de al menos un tensioactivo catiónico y/o al menos un polímero que contiene al menos un grupo amonio cuaternario,

0% en peso a 20% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 17,5% en peso de al menos un aceite cosmético o emoliente, en las que todos los porcentajes se basan en el peso total de la composición.

Preferiblemente, las composiciones cosméticas son composiciones de limpieza y de cuidado.

- 30 Las composiciones de limpieza y cuidado se entiende que significan principalmente aquellas composiciones para el tratamiento del cabello o de la piel, en particular del cabello. Tales composiciones para el cuidado del cabello son, por ejemplo, champús del cabello, jabones líquidos, aclarados para el pelo, lociones neutralizantes de la permanente, champús de color para el cabello, composiciones para marcar el cabello, composiciones para peinar el cabello, preparaciones para estilizar el cabello, lociones para secar con el secador, composiciones de espuma para marcar el cabello, tratamientos del cabello, acondicionadores permanentes y otras formulaciones de limpieza y del cuidado.

- 40 Otra parte de la invención es el uso de los ésteres parciales de poliglicerol descritos anteriormente contenidos en las composiciones cosméticas según la invención en composiciones cosméticas, especialmente en composiciones para el cuidado del cabello, en las que se usan de forma particularmente preferible los ésteres parciales de poliglicerol contenidos en composiciones cosméticas preferidas según la invención.

Otra parte de la invención es el uso de los ésteres parciales de poliglicerol descritos anteriormente contenidos en las composiciones cosméticas según la invención como un agente acondicionador para el cabello, en el que se usan de forma particularmente preferible los ésteres parciales de poliglicerol contenidos en composiciones cosméticas preferidas según la invención.

- 45 Otra parte de la invención es el uso de los ésteres parciales de poliglicerol descritos anteriormente contenidos en las composiciones cosméticas según la invención como un agente protector del cabello, especialmente en la protección contra el calor, en el que se usan de forma particularmente preferible ésteres parciales de poliglicerol contenidos en

composiciones cosméticas preferidas según la invención.

- 5 Otra parte de la invención es el uso de los ésteres parciales de poliglicerol descritos anteriormente contenidos en las composiciones cosméticas según la invención como un agente de reparación del cabello, especialmente en la reparación de cabello delgado y fino, en el que se usan de forma particularmente preferible ésteres parciales de poliglicerol contenidos en composiciones cosméticas preferidas según la invención.

Otra parte de la invención es el uso de los ésteres parciales de poliglicerol descritos anteriormente contenidos en las composiciones cosméticas según la invención como un agente para fortalecer el cabello, especialmente en el fortalecimiento de cabello delgado y fino, en el que se usan de forma particularmente preferible ésteres parciales de poliglicerol contenidos en composiciones cosméticas preferidas según la invención.

- 10 Aún otra parte de la invención es el uso de las composiciones cosméticas según la invención en las áreas descritas en cada uno de los usos para los ésteres parciales de poliglicerol anteriores, en el que se usan de forma particularmente preferible composiciones cosméticas preferidas según la invención.

Ejemplos:

Ejemplo 1: PGE 24

- 15 Se calentaron 500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio hasta 240°C a una presión de 400 mbares mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó 1,4910, la reacción se detuvo mediante enfriamiento.

El producto tuvo un índice de hidroxilo de 1170 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,33, y contenía 5,5% de poligliceroles cíclicos.

- 20 Se hicieron reaccionar 240 g de este producto con 551,6 g de ácido graso de sebo parcialmente hidrogenado (C16/18) con un índice de yodo de 20 a una temperatura de 240°C mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla. Cuando el índice de acidez alcanzó <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo mediante enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 210 mg de KOH/g

- 25 Índice de acidez: 1,1 mg de KOH/g

Valor de saponificación: 153 mg de KOH/g

HLB (calculado): 6,1

Ejemplo 2: PGE 25

- 30 Se calentaron 500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio hasta 240°C a una presión de 400 mbares mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó 1,4840, la presión se redujo a 50 mbares y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras se destiló glicerol del producto.

El producto tuvo un índice de hidroxilo de 1156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17, y contenía 5,2% de poligliceroles cíclicos.

- 35 Se hicieron reaccionar 240 g de este producto con 275,8 g de ácido graso de sebo parcialmente hidrogenado (C16/18) con un índice de yodo de 20 a una temperatura de 240°C mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla. Cuando el índice de acidez alcanzó <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo mediante enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 191 mg de KOH/g

- 40 Índice de acidez: 0,1 mg de KOH/g

Valor de saponificación: 156 mg de KOH/g

HLB (calculado): 9,8

Ejemplo 3: PGE 17

- 45 Se calentaron 500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio hasta 240°C a una presión de 400 mbares mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó 1,4840, la presión se redujo a 50 mbares y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras se destiló glicerol del producto.

El producto tuvo un índice de hidroxilo de 1156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17, y contenía 5,2% de poligliceroles cíclicos.

- 5 Se hicieron reaccionar 254,8 g de este producto con 545,2 g de ácido palmítico (C16) a una temperatura de 240°C mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla. Cuando el índice de acidez alcanzó <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo mediante enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 209 mg de KOH/g

Índice de acidez: 0,6 mg de KOH/g

Valor de saponificación: 160 mg de KOH/g

HLB (calculado): 6,4

10 **Ejemplo 4: PGE 18**

Se calentaron 500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio hasta 240°C a una presión de 400 mbares mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó 1,4840, la presión se redujo a 50 mbares y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras se destiló glicerol del producto.

- 15 El producto tuvo un índice de hidroxilo de 1156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17, y contenía 5,2% de poligliceroles cíclicos.

Se hicieron reaccionar 236,3 g de este producto con 563,7 g de ácido estearico (C18) a una temperatura de 240°C mientras se burbujeaba nitrógeno. El agua de la reacción se destiló continuamente de la mezcla. Cuando el índice de acidez alcanzó <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo mediante enfriamiento.

- 20 Índice de hidroxilo: 194 mg de KOH/g

Índice de acidez: 0,6 mg de KOH/g

Valor de saponificación: 147 mg de KOH/g

HLB (calculado): 5,9

Ejemplo de formulaciones:

- 25 Se aplicó en todos los casos el procesamiento en caliente; todas las cantidades dadas están en % en peso.

Formulaciones de aclarado del cabello

Ejemplo de formulación nº	1	2	3	4
TEGINACID [®] C, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Cetareth-25)	0,5	0,5	0,5	0,5
TEGO [®] Alkanol 16, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: alcohol cetílico)	4	4	4	4
VARISOFT [®] 300, 30 %-ig, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: cloruro de cetrimonio)	3,3			
VARISOFT PATC, Evonik Goldschmidt (INCI: cloruro de palmitamidopropiltrimonio)		3,3		
VARISOFT EQ 65 Pellets, Evonik Goldschmidt (INCI: cloruro de diestearoiletildimonio)			3,3	
VARISOFT BT 85 Pellets, Evonik Goldschmidt (INCI: cloruro de behentrimonio)				3,3
Agua desmineralizada	hasta 100			
Ácido cítrico	hasta pH 4,0±0,3			
Ejemplo 1	0,5	0,5		
Ejemplo 2			0,5	0,5

Formulaciones de lavado corporal

Ejemplo de formulación nº	5	6	7	8
TEXAPON [®] NSO, Cognis, 28%-ig (INCI: Laureth Sulfato de Sodio)	30	30	30	30
TEGOSOFT [®] PC 31, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Caprato de Poliglicerilo-3)	0,5	0,5	0,5	0,5

ES 2 496 991 T3

Perfume	0,3	0,3	0,3	0,3
Agua	54,1	54,1	54,1	54,1
TEGOCEL [®] HPM 4000, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Hidroxipropil Metilcelulosa)	0,3	0,3	0,3	0,3
REWOTERIC [®] AM C, Evonik Goldschmidt GmbH, 32%-ig (INCI: Cocoanfoacetato de sodio)	10	10	10	10
Ácido cítrico monohidratado	0,5	0,5	0,5	0,5
REWODERM [®] LI S 80, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Palmitato de Glicerilo Hidrogenado PEG-200; Cocoato de Glicerilo PEG-7)	2	2	2	2
TEGO [®] Pearl N 300, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Diestearato de Glicol; Laureth-4; Cocamidopropil Betaína)	2	2	2	2
Ejemplo 1	0,3			
Ejemplo 2		0,3		
Ejemplo 3			0,3	
Ejemplo 4				0,3

Baño de ducha suave

Ejemplo de formulación nº	9	10	11	12
TEXAPON [®] NSO, Cognis, 28%-ig (INCI: Laureth Sulfato de Sodio)	27	27	27	27
REWOPOL [®] SB FA 30, Evonik Goldschmidt GmbH, 40%-ig (INCI: Laureth Sulfosuccinato de Disodio)	12	12	12	12
TEGOSOFT [®] LSE 65 K SOFT, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Cocoato de Sacarosa)	2	2	2	2
Agua	39	39	39	39
REWOTERIC [®] AM C, Evonik Goldschmidt GmbH, 32%-ig (INCI: Cocoanfoacetato de sodio)	13	13	13	13
Ácido cítrico (30% en agua)	3	3	3	3
ANTIL [®] 171 Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: PEG-18 Oleato/Cocoato de Glicerilo)	1,5	1,5	1,5	1,5
TEGO [®] Pearl N 300 Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Diestearato de Glicol; Laureth-4; Cocamidopropil Betaína)	2	2	2	2
Ejemplo 1	0,3			
Ejemplo 2		0,3		
Ejemplo 3			0,3	
Ejemplo 4				0,3

Formulaciones de lavado corporal

Ejemplo de formulación nº	13	14	15	16
Agua	93,95	93,75	93,95	93,95
Propilenglicol	1	1	1	1
Ácido cítrico monohidratado	c.s.	c.s.	c.s.	c.s.
TEGO [®] Alkanol 16, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Alcohol Cetílico)	3	3	3	3

ES 2 496 991 T3

VARISOFT [®] PATC, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Cloruro de Palmitamidopropiltrimonio)	1,75	1,75	1,75	1,75
Ejemplo 1	0,3			
Ejemplo 2		0,3		
Ejemplo 3			0,3	
Ejemplo 4				0,3
Perfume, conservante	c.s.	c.s.	c.s.	c.s.

Mousse de acondicionamiento permanente

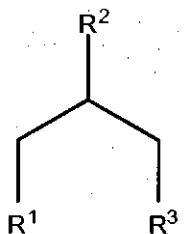
Ejemplo de formulación nº	17	18	19	20
Ejemplo 1	0,3			
Ejemplo 2		0,3		
Ejemplo 3			0,3	
Ejemplo 4				0,3
ABIL [®] B 88183, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: PEG/PPG-20/6 Dimeticona)	0,4	0,4	0,4	0,4
TAGAT [®] CH-40(INCI: Aceite de Ricino Hidrogenado PEG-40)	0,5	0,5	0,5	0,5
Perfume	0,2	0,2	0,2	0,2
TEGO [®] Betain 810, Evonik Goldschmidt GmbH, 38%-ig (INCI: Capril/Capramidopropil Betaína)	4,2	4,2	4,2	4,2
Agua	93,5	93,5	93,5	93,5
Pantenol	0,2	0,2	0,2	0,2
LACTIL [®] , Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Lactato de sodio; PCA de sodio; Glicina; Fructosa; Urea; Niacinamida; Inositol; benzoato de sodio; ácido láctico)	0,3	0,3	0,3	0,3
Ácido cítrico (30% en agua)	0,4	0,4	0,4	0,4

Espuma cremosa para el afeitado

Ejemplo de formulación nº	Fase	21	22	23
Agua	A	50	50	50
Ácido graso de coco	A	1,4	1,4	1,4
Monoetanolamina	A	1,3	1,3	1,3
Ácido mirístico	A	3,5	3,5	3,5
TEGOSOFT [®] LSE 65 K Evonik Goldschmidt (INCI: Coccoato de Sacarosa)	B	2	2	2
Ejemplo 1	B	1,7		
Ejemplo 2	B		1,7	
Ejemplo 3	B			1,7
TEGO [®] Betain 810 Evonik Goldschmidt (INCI: Capril/Capramidopropil Betaína)	C	7,6	7,6	7,6
Glicerina	C	5	5	5
Perfume	C	0,3	0,3	0,3
Agua	C	26,5	26,5	26,5
TEGOCEL [®] HPM 50 Evonik Goldschmidt (INCI: Hidroxipropil Metilcelulosa)	C	0,7	0,7	0,7

REIVINDICACIONES

1. Composición cosmética que contiene éster parcial de poliglicerol que tiene la estructura de Fórmula (I)



Fórmula (I)

siendo R¹, R² y R³ independientes entre sí, iguales o diferentes, seleccionados del grupo que consiste en

- 5 -OH,
 -OR⁴, siendo R⁴ un radical acilo lineal no sustituido, con una longitud de cadena de 16 a 22 átomos de carbono, con la condición de que los ácidos monocarboxílicos obtenidos a partir del radical acilo mediante saponificación posean un valor de yodo menor que 50,
 10 -OR⁵, siendo R⁵ un radical que tiene la estructura de Fórmula (I), en la que uno de R¹, R² y R³ son un enlace directo al oxígeno de -OR⁵

en el que cada molécula del éster parcial de poliglicerol comprende al menos uno de cada -OR⁴ y -OR⁵,

con las condiciones de que el poliglicerol obtenido mediante hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poliglicerol comprenda un grado medio de polimerización de 2 a 8

15 y el índice de polidispersidad de dicho poliglicerol sea mayor que 1,0, donde el índice de polidispersidad se calcula como

$$\sum_i |n_i - \langle n \rangle| \cdot x_i$$

donde n_i es el grado de polimerización del oligómero único i, <n> es el grado medio de polimerización de la mezcla de poliglicerol y x_i es la proporción del oligómero i en la mezcla de poliglicerol, caracterizada por que el éster parcial de poliglicerol contenido comprende un valor HLB de 2 a 10.

20 2. Composición cosmética según la reivindicación 1, caracterizada por que al menos 1% del poliglicerol obtenido mediante hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poliglicerol contenido comprenda estructuras cíclicas.

3. Composición cosmética según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que el éster parcial de poliglicerol contenido tiene un punto de fusión de al menos 25°C.

25 4. Composición cosmética según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que el éster parcial de poliglicerol contenido es obtenible mediante un método que comprende el procedimiento de esterificar

a) una mezcla de poliglicerol que comprende un grado medio de polimerización de 2 a 8, y un índice de polidispersidad mayor que 1, con

b) al menos un ácido monocarboxílico que comprende un ácido carboxílico HOR⁴, siendo R⁴ un radical acilo lineal, no sustituido, con una longitud de cadena de 16 a 22 átomos de carbono,

30 con la condición de que dicho ácido carboxílico posea un índice de yodo menor que 50.

5. Composición cosmética según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que es una composición para el cuidado del cabello.

35 6. Uso de al menos una composición cosmética según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, o de al menos un éster parcial de poliglicerol descrito en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en composiciones cosméticas, especialmente en composiciones para el cuidado del cabello.

7. Uso de al menos una composición cosmética según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, o de al menos un éster parcial de poliglicerol descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, como agente acondicionador para el cabello, como agente protector para el cabello, como agente reparador del cabello o como agente de fortalecimiento del cabello.