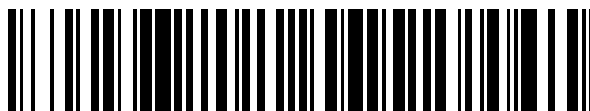


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 490**

51 Int. Cl.:

C08G 77/38 (2006.01)

A61K 8/58 (2006.01)

A61K 8/89 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.10.2009** **E 13001131 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.12.2014** **EP 2620464**

54 Título: **Ácidos grasos modificados con silicona, método de preparación y uso de los mismos**

30 Prioridad:

02.09.2009 US 239215 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.03.2015

73 Titular/es:

**NATURA INOVAÇÃO E TECNOLOGIA DE
PRODUTOS LTDA (100.0%)
Rod. Anhanguera, km 30, 5
07750 000, Cajamar, SP, BR**

72 Inventor/es:

**FALK, BENJAMIN y
NAUE, JEFERSON A.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 532 490 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

Ácidos grasos modificados con silicona, método de preparación y uso de los mismos.

La presente invención se refiere a compuestos de ácido carboxílico graso modificado con silicona. Más específicamente, la presente invención se refiere a ácidos carboxílicos grasos modificados con silicona, de bajo peso molecular, es decir, de cadena corta, su uso y un método de producción de los mismos.

Antecedentes de la invención

Existe una tendencia creciente de los productos de base natural en la higiene personal, industria farmacéutica y minorista. El uso de aceites vegetales y ceras se conoce bien en la técnica, no obstante, generalmente tiene propiedades sensoriales no agradables para los productos de higiene personal. Como resultado de ello, normalmente las formulaciones emplean bajas concentraciones de estos materiales en sus formulaciones. Con frecuencia, las formulaciones también incluyen ingredientes para mejorar el rendimiento sensorial de los productos de cuidado capilar y cutáneo. Las siliconas son una clase de materiales que se conocen bien en la técnica por mejorar las propiedades sensoriales de los productos de higiene personal. Normalmente, un formulador podría añadir por separado un aceite vegetal o cera y silicona a un producto para higiene personal con el fin de lograr un perfil sensorial deseado.

Se conoce un número de ácidos carboxílicos grasos modificados con silicona en la Preparación técnica de estos compuestos de la técnica anterior, incluidos diversos procesos, por ejemplo, una reacción de condensación entre siloxano que contiene grupos hidroxilo y el grupo carboxílico de los ácidos grasos. Otro método comúnmente usado incluye la hidrosilación de ésteres olefínicos en presencia de un catalizador metálico. Otro proceso de la técnica anterior empleó adición amino de un siloxano como modificación amino al grupo carboxílico de un ácido carboxílico graso. Ejemplos de estos compuestos y reacciones se divulgan, por ejemplo, en la patente de EE.UU. Nº 5.051.489 de O'Lenick, Jr., que divulga sólidos lubricantes cerosos preparados a partir de ceras de silanol para su uso en composiciones capilares, cutáneas y textiles. Los compuestos de la presente patente se preparan haciendo reaccionar un compuesto de silanol con un ácido carboxílico graso y un poli(ácido carboxílico), éster o anhídrido. Otra patente de EE.UU. Nº 5.136.063 de O'Lenick, Jr. presenta una serie de ésteres grasos de silicona apropiados para aplicaciones en el tratamiento de fibras y materiales textiles. Estos compuestos se preparan por medio de una reacción de condensación entre el polímero de siloxano que contiene hidroxilo y un ácido carboxílico graso, éster o anhídrido. La patente de EE.UU. Nº 5.115.049 divulga sales de ácido carboxílico graso de aminas de silicona organofuncionales. La síntesis de estos compuestos se lleva a cabo por medio de adición amino, en la que la amina de silicona se neutraliza por medio de un ácido carboxílico graso. El documento EP 0955340 divulga ésteres de silicona líquidos o mezclas preparadas por medio de hidrosilación para su uso en composiciones para higiene personal y de reblandecimiento de materiales textiles. La patente de EE.UU. Nº 4.912.242 divulga un proceso para la preparación de ésteres de silicio a través de hidrosilación de ésteres alílicos usando un catalizador de complejo metálico. La patente de EE.UU. Nº 4.725.658 de Thayer et al. divulga ésteres de silicona preparados por medio de hidrosilación de ésteres grasos en lugar de ácidos grasos.

Otra divulgación de ácidos grasos modificados con silicona incluye la patente de EE.UU. Nº 3.563.941, que presenta un copolímero de silicona-carnauba sintetizado por medio de adición epoxi de un siloxano que contiene un epoxi a los grupos hidroxilo libres presentes en la cera de carnauba. El proceso de la presente patente utiliza cera de carnauba que contiene radicales hidroxilo que no han reaccionado. Los radicales hidroxilo reaccionan con grupos epoxi de compuestos que contienen silicio para formar un copolímero de cera de carnauba-silicona.

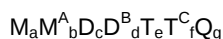
En la presente invención, no obstante, se ha descubierto que existen múltiples beneficios que se pueden obtener en primer lugar haciendo reaccionar una silicona con un ácido carboxílico graso y posteriormente incorporando este material a una composición mejoradora de la higiene personal, cabello & piel (es decir, una composición cosmética), automoción, superficie difícil o material textil.

Un objetivo de la presente invención es, por tanto, proporcionar un ácido carboxílico graso modificado con silicona, es decir, ésteres grasos de silicona, capaz de impartir una percepción sensorial mejorada, por ejemplo, sobre la piel o el cabello.

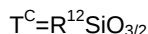
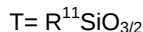
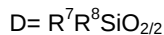
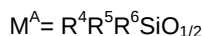
Sumario de la invención

La invención proporciona una composición cosmética que comprende un compuesto de silicona modificado que comprende el producto de reacción de

a) al menos una silicona de éter cíclico que tiene la fórmula



en la que;



10 en la que $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R^4, R^9 y R^{12} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que contiene de 3 a 25 átomos de carbono y que posee al menos un grupo oxetano o epoxi;

en la que los subíndices a, b, c, d, e, f y g son cero o positivos y su suma no es mayor que 25,

con la condición de que al menos un subíndice de b, d y f sea positivo; y

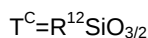
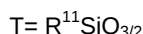
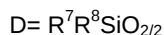
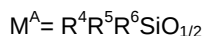
15 b) un ácido carboxílico graso sustancialmente puro, preparándose dicho ácido carboxílico graso a partir de aceite de sapucainha.

La presente invención está basada en un método para producir un compuesto de silicona modificado que comprende:

i) hacer reaccionar al menos una silicona de éter cíclico que tiene la fórmula:



en la que;



30 en la que $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R^4, R^9 y R^{12} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que contiene de 3 a 25 átomos de carbono y que posee al menos un grupo oxetano o epoxi;

en la que los subíndices a, b, c, d, e, f y g son cero o positivo y su suma no es mayor que 25,

con la condición de que al menos un subíndice de b, d y f sea positivo;

35 con un ácido carboxílico graso sustancialmente puro procedente de aceite de sapucainha, en presencia de al menos un catalizador.

La nueva silicona modificada con ácido carboxílico graso de la presente invención puede, por ejemplo, mejorar la percepción sensorial sobre la piel o cabello, rebajar la viscosidad y rebajar el color y el olor relativos al ácido graso de materia prima. Este ácido graso modificado con silicona, es decir, éster graso de silicona, se puede incorporar a las formulaciones cosméticas en forma de emulsiones, en forma de mezclas con aceites vegetales y/o en estado puro.

40

Descripción detallada de la invención

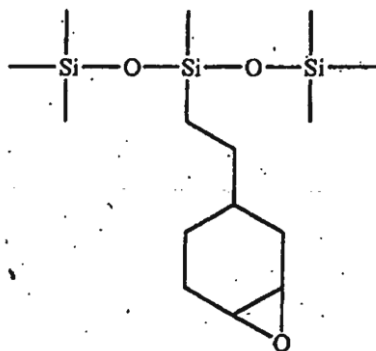
- Se comprende además que el término "producto" según se usa en la presente memoria incluye cualquier uso que se pueda concebir de cualquier material compuesto o sustancia que se divulgue de forma expresa o explícita en la memoria descriptiva y/o que se cite en una reivindicación, incluyendo pero sin limitarse a, formulaciones farmacéuticas, medicinales y terapéuticas y/o composiciones, cremas cutáneas, lociones para la higiene cutánea, emulsiones hidratantes, productos de tratamiento facial, productos limpiadores faciales, aceites para baño, perfumes, colonias, sobrecitos, filtros solares, lociones para antes del afeitado, lociones para después del afeitado, jabones líquidos, jabones corporales, jabones en barra, espumas de afeitado, champús capilares, acondicionadores para el cabello, colorantes capilares, pulverizadores para el cabello, cremas, permanentes, depiladores, revestimientos de cutícula, maquillajes, cosméticos colorantes, maquillaje de fondo, colorete, barras de labios, bálsamos labiales, contornos de ojos, máscaras, sombras de ojos, agentes desengrasantes, agentes limpiadores cosméticos, medios de suministro para sustancias solubles en aceite y agua y todos los usos reconocidos en la técnica de un producto para el cual normalmente se usan composiciones que contienen silicona, mezclas o compuestos.
- La silicona de éter cíclico de la invención que se puede hacer reaccionar con ácidos carboxílicos grasos es la que contienen un radical orgánico que porta un epoxi unido a un átomo de silicio a través de un enlace de silicio-carbono. Los grupos epoxi son radicales orgánicos bien conocidos y ejemplos de radicales orgánicos que contienen grupos epoxi útiles de la presente invención se pueden encontrar en la bibliografía, véase por ejemplo, la patente de EE.UU. N° 3.563.941.
- Los compuestos de silicona modificados con éter cíclico de la invención tienen la fórmula general.
- $$M_a M_b^A D_c D_d^B T_e T_f^C Q_g$$
- en la que;
- $$M = R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2}$$
- $$MA = R^4 R^5 R^6 SiO_{1/2}$$
- $$D = R^7 R^8 SiO_{2/2}$$
- $$D^B = R^9 R^{10} SiO_{2/2}$$
- $$T = R^{11} SiO_{3/2}$$
- $$T^C = R^{12} SiO_{3/2}$$
- $$Q = SiO_{4/2},$$
- $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 6 átomos de carbono,
- R^4, R^9 y R^{12} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que contiene de 3 a 25 átomos de carbono y que posee al menos un grupo oxetano o epoxi;
- en la que los subíndices a, b, c, d, e, f y g son cero o positivo y su suma no es mayor que 25,
- con la condición de que al menos un subíndice de b, d y f sea positivo;
- De acuerdo con una realización de la invención, en la silicona modificada con epoxi de la invención (es decir, fórmula general (1)), $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 3 átomos de carbono. En otra realización de la invención, la silicona modificada con epoxi de la invención (es decir, de fórmula general (1)), $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene 1 átomo de carbono. De acuerdo con una realización de la invención la suma de los subíndice a, b, c, d, e, f y g, de la fórmula general (1), no es mayor que 10. De acuerdo con otra realización de la invención, el subíndice b es cero, el subíndice a es 2, los subíndices c, e y g son cero o menor que 3, y al menos un subíndice d y f es positivo. De acuerdo con otra realización de la invención, el subíndice b es cero, el subíndice a es 2, los subíndices c, e, f y g son cero y d es 1. De acuerdo con otra realización, la presente invención proporciona un producto para higiene personal que comprende el compuesto de silicona modificado de la invención y al menos un ingrediente de producto para higiene personal. Y aun más de acuerdo con otra realización, la presente invención proporciona un producto para higiene personal que comprende el compuesto de silicona modificado de la invención preparado a partir de aceite de sapucainha y al menos un ingrediente de producto para higiene personal.
- Otra realización de la presente invención proporciona una composición farmacéutica que comprende un compuesto de silicona modificado procedente de al menos una silicona cíclica y un ácido carboxílico de aceite de sapucainha y

al menos un vehículo farmacéuticamente aceptable.

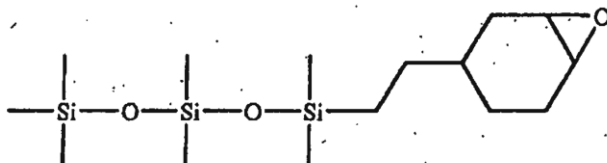
Estos compuestos de silicona de éter cíclico se pueden preparar por medio de hidrosilación de una olefina con funcionalidad epoxi con una silicona con funcionalidad de hidruro. Se pueden encontrar ejemplos en las patentes de EE.UU. Nos 4.083.856, 6.365.696 y 5.258.480.

- 5 Los siguientes ejemplos incluyen, pero sin limitarse a, compuestos de silicona de éter cíclico útiles en la presente invención:

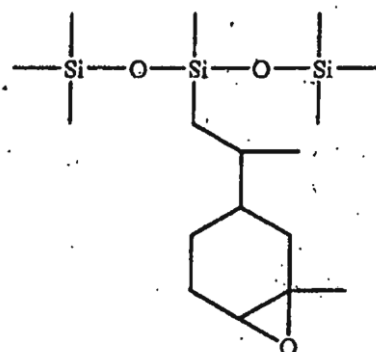
De acuerdo con una realización específica, los compuestos de silicona de éter cíclicos particulares útiles en la preparación del compuesto de silicona modificado de la presente invención incluyen los siguientes:



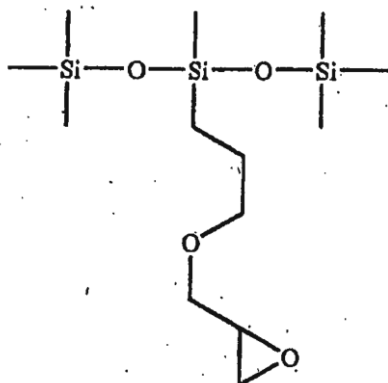
- 10 1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-[2-(7-oxa-biciclo[4.1.0]hept-3-il)-etil]-trisiloxano.



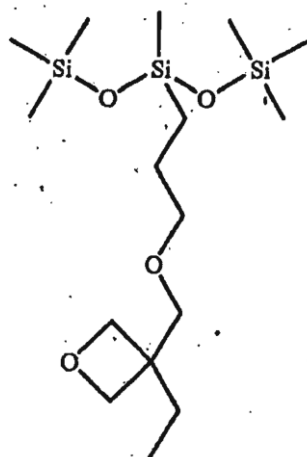
- 1,1,3,3,5,5,5-heptametil-1-[2-(7-oxa-biciclo[4.1.0]hept-3-il)-etil]-trisiloxano.



1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-[2-(1-metil-7-oxa-biciclo[4.1.0]hept-3-il)-propil]-trisiloxano.



1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-oxiranilmetoxi-propil-trisiloxano.



5 1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-(etil-3-propoximetil-oxetanil)-trisiloxano.

De acuerdo con una realización de la invención, el peso molecular medio expresado en número de la silicona con funcionalidad epoxi usada en la presente memoria varía de 150 g/mol a 2500 g/mol. De acuerdo con otra realización de la invención, el peso molecular medio expresado en número de la silicona con funcionalidad epoxi usada en la presente memoria varía de 100 a 150 g/mol. De acuerdo con otra realización de la invención, el peso molecular medio expresado en número de la silicona con funcionalidad epoxi usada en la presente memoria varía de 150 g/mol a 300 g/mol.

Los compuestos de silicona de éter cíclico y ácidos carboxílicos grasos usados en la invención reaccionan, por medio de reacción de adición con apertura de anillo del grupo carboxílico del ácido graso con el grupo epoxi u oxirano del compuesto de silicona de éter cíclico. Debido a que los ácidos carboxílicos grasos contienen grupos ácido libres, es decir, -COOH, los copolímeros de ácido graso modificados con silicona contienen enlaces éster.

La cantidad de compuesto de silicona de éter cíclico usado en la reacción es de aproximadamente el equivalente estequiométrico, en el que no hay más que 1 grupo epoxi por 1 grupo de ácido carboxílico, o una proporción estequiométrica de aproximadamente 1:1 a 1:10 de silicona de éter cíclico/ácido graso.

Los ácidos grasos relevantes para la práctica de la presente invención pueden incluir cualquier ácido graso, es decir, ácido carboxílico graso, que es un ácido monocarboxílico alifático, procedente de, o presente en forma esterificada en, una grasa animal o vegetal, aceite o cera. No obstante, los ácidos carboxílicos grasos de la invención se consideran ácidos carboxílicos grasos sustancialmente puros. Por "sustancialmente puro" se entiende que los ácidos carboxílicos grasos usados en la presente memoria no contienen más que 5 por ciento de componentes de ácido carboxílico no graso. Componentes de ácido carboxílico no graso a modo de ejemplo incluyen, por ejemplo, triglicéridos, sales iónicas, hidrocarburos no funcionales o disolventes que no son ácidos grasos como se describe en la presente memoria.

Los ácidos carboxílicos grasos naturales tienen una cadena de 2 a 34 átomos (normalmente no ramificada y de número par), que puede ser saturada o insaturada. No obstante, los ácidos carboxílicos grasos grandes no resultan comunes en la naturaleza o como materiales sintéticos.

De acuerdo con una realización de la invención, el ácido carboxílico graso usado para preparar el compuesto de silicona modificado de la invención es un radical de hidrocarburo que contiene al menos un grupo de ácido carboxílico y que tiene de 4 a 28 átomos de carbono. El radical de hidrocarburo puede ser saturado o insaturado. No obstante, el uso de ácidos grasos sintéticos que tienen al menos un ácido carboxílico se contempla en la presente memoria.

Otra realización de la presente invención proporciona una composición farmacéutica que comprende un compuesto de silicona modificado como se ha descrito anteriormente, a partir de al menos una silicona cíclica y un ácido carboxílico de aceite de sapucainha de acuerdo con el método de la presente invención y al menos un vehículo farmacéuticamente aceptable.

Ejemplos ilustrativos de ácidos carboxílicos grasos son ácido oleico, linoléico, linolénico, palmítico, palmitoleico, mirístico, esteárico, caulmógrico, hidnocárpico, górrico, ricinoleico, behénico, malválico, estercúlico, 2-hidroxi-estercúlico y caprílico, y sus combinaciones, incluyendo ácidos carboxílicos grasos preparados por medio de saponificación de ésteres de origen natural presentes en grasas animales o vegetales, aceites o ceras, por ejemplo, aceite de sapucainha. De acuerdo con otra realización de la invención, otros ácidos carboxílicos grasos son ácidos carboxílicos que contienen de aproximadamente 12 a aproximadamente 24 átomos de carbono y al menos un enlace doble carbono-carbono. En otra realización, los ácidos carboxílicos útiles incluyen, pero sin limitarse a, los siguientes: ácido eleostearico, ácidos grasos de aceite de sebo, ácidos grasos de aceite de semilla de lino, ácidos grasos de aceite de tung, ácidos grasos de aceite de cartamo, ácidos grasos de aceite de soja y sus combinaciones. Se pueden usar mezclas de ácidos carboxílicos grasos para preparar los compuestos de silicona modificados de la invención. Ejemplos de dichas mezclas incluyen, pero sin limitarse a, aceite de oliva saponificado, que normalmente contiene los ingredientes listados en la Tabla A, siguiente. Tras la saponificación del aceite, la composición de ácido carboxílico graso es similar en porcentaje en peso al correspondiente triglicérido del compuesto parental.

Tabla A:

Ácidos libres	0,3 %
Triglicérido de Acido Oleico	78-83 %
Triglicérido de Acido Linoleico Poliinsaturado	6-9 %
Triglicérido de Ácido Palmítico Saturado	8-15 %
Triglicérido de Ácido Esteárico	1,5-3 %

Como se sabe en la técnica, los ácidos carboxílicos grasos naturales pueden proceder o prepararse por medio de saponificación de un triglicérido y retirada de glicerina en forma de producto. Mientras tanto, se preparan normalmente ácidos grasos sintéticos por medio de oxidación de alfa olefinas.

Catalizadores apropiados para la preparación de nuevos ácidos grasos modificados con silicona de la presente invención incluyen, por ejemplo, aminas terciarias, hidróxidos de amonio cuaternarios, hidróxidos alcalinos y ácidos de Lewis tales como trifluoruro de boro, tetracloruro de estaño, tricloruro de aluminio y titanato de tetraisopropilo. De acuerdo con una realización de la invención, titanato de tetraisopropilo es el catalizador usado para preparar los ácidos grasos carboxílicos grasos modificados con silicona.

La cantidad de catalizador que se debería usar se encuentra dentro del intervalo de aproximadamente 0,001 a 0,1 por ciento y preferentemente de aproximadamente 0,001 a 0,01 por ciento en peso de los componentes reaccionantes totales.

También se puede llevar a cabo la reacción en un disolvente orgánico apropiado con el fin de usar temperaturas de reacción más bajas. Disolventes orgánicos apropiados incluyen cualquier disolvente neutro libre de hidrógenos activos tales como ésteres, éteres, cetonas, hidrocarburos, aminas terciarias y amidas. Ejemplos de disolventes orgánicos apropiados son pentano, isooctano, ciclohexano, metilciclohexano, isohexano, n-heptano, n-octano, n-hexano, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, dietilbenceno, isobutilbenceno, éter de petróleo, queroseno, líquidos de petróleo, nafta de petróleo, solos o en forma de mezcla. Normalmente, se prefiere isopropanol para utilización como disolvente orgánico.

El compuesto de la presente invención se prepara de la mejor manera por medio de mezcla de un ácido carboxílico preparado a partir de aceite de sapucainha con un siloxano que contiene epoxi en presencia de un catalizador apropiado. Si se desea, se puede calentar la disolución; normalmente hasta aproximadamente 80-90 °C, para reducir el tiempo de reacción.

La composición de compuesto de silicona modificado que se puede obtener por medio del método de la presente invención puede variar desde líquida hasta cerosa en cuanto a aspecto físico, de color claro a amarillo. Este éster de silicona se incorpora fácilmente a los productos cosméticos y las ventajas logradas en las formulaciones son

dispersión, lubricidad y buena percepción sensorial sobre la piel y/o cabello.

La composición de compuesto de silicona modificado de la presente invención tiene un valor particular en productos para la higiene personal. Debido a las características únicas de suavidad y percepción sensorial, estas composiciones se pueden usar solas, o mezcladas con otros ingredientes de producto de higiene personal, para formar una diversidad de productos de higiene personal.

Ejemplos de ingredientes de productos de higiene personal incluyen ceras de éster, aceites y grasas de origen animal o vegetal, alcoholes grasos, ácidos grasos, ésteres alquílicos de ácidos grasos; aceites de hidrocarburos y ceras; agua, disolventes orgánicos, perfumes, tensioactivos, vitaminas solubles en aceite, vitaminas solubles en agua, fármacos solubles en aceite, fármacos solubles en agua o compuestos farmacéuticos.

En particular, la composición de compuesto de silicona modificado de la invención es lubricante y mejora las propiedades de las cremas cutáneas, lociones para la higiene cutánea, cremas hidratantes, tratamientos faciales tales como agentes de eliminación de acné o anti-arrugas, limpiadores faciales y personales, aceites para baño, perfumes, colonias, sobrecitos, filtros solares, lociones para antes y después del afeitado, jabones líquidos, espumas de afeitar y similares. Se pueden usar en champús capilares, acondicionadores para el cabello, aceites capilares, ceras capilares, pulverizadores para el cabello, cremas, permanentes, depiladores y revestimientos de cutícula, y similares para mejorar el brillo y el tiempo de secado, y proporcionar beneficios de acondicionamiento.

Además, el compuesto de silicona modificado de la presente invención exhibe una diversidad de propiedades ventajosas y beneficiosas tales como claridad, estabilidad de almacenamiento y facilidad de preparación. Además, tiene una amplia aplicación, pero especialmente en higiene cutánea, filtros solares, anti-transpirantes, desodorantes, perfumes como vehículo y para acondicionadores capilares.

Aunque ya se ha descrito la presente invención con especificidad sustancial, se hace referencia a los siguientes ejemplos para caracterizar aplicaciones más específicas de las composiciones que usan aceites naturales.

Se ilustran diversas realizaciones en los siguientes ejemplos en los cuales todas las partes están en peso a menos que se especifique lo contrario.

Ejemplos y Ejemplos Comparativos

Se preparó el Ejemplo 1 como se muestra a continuación: se introdujeron 65 g de 1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-[2-(7-oxa-biciclo[4.1.0]hept-3-il)-etil]-trisiloxano en un matraz de fondo redondo de 250 ml equipado con agitador, condensador, termómetro y purga de nitrógeno. Sobre el siloxano modificado con epoxi se introdujeron 52 gramos de aceite de sapucaína saponificado y 10 mg de isopropóxido de titanio (IV). Se calentó esta mezcla hasta 120 °C durante 6 h con ligera purga de nitrógeno. Al final de la reacción, se enfrió el producto hasta temperatura ambiente y se añadió a un recipiente. Se evaluó la finalización de la reacción por medio de valoración de epoxi.

Se preparó el Ejemplo Comparativo 2 como se muestra a continuación: se combinaron 100,00 g de polidimetilsiloxano con una estructura media de $(\text{C}_6\text{H}_9\text{O})(\text{CH}_3)_2\text{Si}[\text{O}(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{20}\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_9\text{O})$ y 75,15 g de ácido oleico en un matraz de fondo redondo de 250 ml. Se protegió con atmósfera inerte el matraz con nitrógeno y se calentó hasta 100 °C. Se agitó el matraz con un agitador magnético. Se añadió isopropóxido de titanio (0,5 ml) y se mantuvo el matraz a 100 °C durante 4 horas adicionales. Se determinó el producto completo por medio de pérdida de los grupos epoxi determinados por medio de valoración. El producto fue un material viscoso de color amarillo claro.

Se preparó el Ejemplo Comparativo 3 como se muestra a continuación: 100,29 g de un polidimetilsiloxano con una estructura media de $(\text{CH}_3)_3\text{Si}[\text{OSi}(\text{CH}_3)_2]_{40}[\text{OSi}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{C}_6\text{H}_9\text{O}))]_{11,5}\text{OSi}(\text{CH}_3)_3$ y se combinaron 127,18 g de ácido oleico en un matraz de fondo redondo de 500 g. Se protegió con atmósfera inerte el matraz con nitrógeno y se calentó hasta 100 °C. Se agitó el matraz con un agitador magnético. Se añadió isopropóxido de titanio (0,5 ml) y se mantuvo el matraz a 100 °C durante 4 horas adicionales. Se determinó el producto completo por medio de pérdida de grupos epoxi determinado por medio de valoración. El producto fue un material viscoso amarillo transparente.

Se preparó el Ejemplo 4 como se muestra a continuación: se combinaron 45 g de polidimetilsiloxano con la estructura media de $(\text{C}_6\text{H}_9\text{O})(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{1/2}$ y 45 g de aceite de oliva saponificado en un matraz de fondo redondo 250 g. Se protegió con atmósfera inerte el matraz con nitrógeno y se calentó hasta 100 °C. Se agitó el matraz con un agitador magnético. Se añadió isopropóxido de titanio (0,2 ml) y se mantuvo el matraz a 110 °C durante 6 horas adicionales. Se determinó el producto completo por medio de pérdida de grupos epoxi determinado por medio de valoración. El producto fue un líquido transparente de color amarillo a ámbar.

Se preparó el Ejemplo 5 como se muestra a continuación: se combinaron 43 g de polidimetilsiloxano con la estructura media de $(\text{C}_6\text{H}_9\text{O})(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{1/2}$ y 40 g de aceite de palma saponificado en un matraz de fondo redondo de 250 g. Se protegió con atmósfera inerte el matraz con nitrógeno y se calentó hasta 100 °C. Se agitó el matraz con un agitador magnético. Se añadió isopropóxido de titanio (0,2 ml) y se mantuvo el matraz a 110 °C durante 6 horas adicionales. Se determinó el producto completo por medio de pérdida de grupos epoxi determinado por medio de valoración. El producto fue un líquido transparente de color rojo a ámbar.

Las Tablas 1 y 2 representan las formulaciones del Ejemplo 1 y Ejemplo Comparativo 2 y 3.

Tabla 1:

	Formulación A	Formulación Comparativa B	Formulación Comparativa C
Ejemplo 1	20 %		
Ejemplo Comparativo 2		20 %	
Ejemplo Comparativo 3			20 %
Aceite de Semilla de Algodón	80 %	80 %	80 %

Tabla 2:

	Formulación D	Formulación Comparativa E	Formulación Comparativa F
Ejemplo 1	20 %		
Ejemplo Comparativo 2		20 %	
Ejemplo Comparativo 3			20 %
Lanolina	80 %	80 %	80 %

5

Aplicación:

Los expertos en la técnica conocen que la percepción de adherencia está directamente relacionada por un lado con la viscosidad y por otro, con la tensión superficial de la formulación. A continuación, se lista en la Tabla 3 la viscosidad y la tensión superficial de las Formulaciones A y D del Ejemplo 1 y las Formulaciones B-C y E-F de los Ejemplos Comparativos 2 y 3, respectivamente.

10

Tabla 3:

	Tensión Superficial Dinas/cm	Viscosidad (cPs)
Aceite de semilla de algodón	33,1	76,3
Aceite de cartamo	33,4	74,5
Formulación A	24,1	86,2
Formulación B	23	99,4
Formulación C	22,9	106,2
Formulación D	23,9	80,1
Formulación E	22,9	94,3
Formulación F	22,5	99,0

Aplicación:

La combinación de silicona modificada con ácido graso con aceite natural proporciona una percepción sensorial mejor que el aceite natural solo. En las Tablas 4 y 5 se muestran los Ejemplos, ejemplos comparativos y formulaciones. Se sometió a ensayo la adherencia de cada formulación por un panel de ocho miembros. Cada miembro de panel colocó una alícuota de cada Formulación en la parte inferior del brazo. Se frotó el material en la piel y el miembro del panel puntuó cada formulación en una escala de 1 a 5, siendo 1 el menos adherente y 5 el más adherente.

15

20

Tabla 4:

	Adherencia
Ejemplo 1	1
Ejemplo Comparativo 2	3
Ejemplo Comparativo 3	3,8

5

Tabla 5:

	Valor de adherencia
Formulación A	1,0
Formulación B	2,0
Formulación C	1,5
Semilla de Algodón	1,2
Formulación D	2,2
Formulación E	2,4
Formulación F	2,4
Lanolina	3,6

Panel Sensorial

10 Se mezcló el Ejemplo 4 con aceite de oliva y se evaluó la naturaleza oleosa, la adherencia, el brillo y la capacidad de dispersión por parte de un panel de cinco miembros. Cada miembro de panel colocó una alícuota de cada muestra sobre la parte inferior del brazo. Se frotó el material en la piel y el miembro del panel puntuó cada muestra en una escala de 1 a 5, siendo 1 el menos adherente y 5 el más adherente. El control fue aceite de oliva natural.

15 Se sometió a ensayo la naturaleza oleosa, el brillo, adherencia y capacidad de dispersión por parte de un panel de cinco miembros. El control fue aceite de palma saponificado. Cada miembro de panel colocó una alícuota del Ejemplo 5 y aceite de palma saponificado en la parte inferior del brazo. Se frotó el material en la piel y el miembro de panel puntuó cada muestra en una escala de 1 a 5, siendo 1 la adherencia, naturaleza oleosa, brillo o capacidad de dispersión más baja y 5 la más elevada.

Resultados

20 La Tabla 6 muestra las puntuaciones medias de panel sensorial de cinco miembros llevado a cabo con el Ejemplo 4 y su mezcla con aceite de oliva. La cantidad de silicona modificada de cada formulación se expresa en porcentaje en peso. Todas las formulaciones están a temperatura ambiente. La Tabla 7 siguiente muestra las puntuaciones medias del panel sensorial de cinco miembros llevado a cabo con el Ejemplo 5 y aceite de palma saponificado.

Tabla 6:

Puntuaciones medias	Control	Mezcla 1	Mezcla 2	Mezcla 3	Ejemplo 4
	Aceite de oliva	25 % de silicona	50 % de silicona	75 % de silicona	
Naturaleza oleosa	4,8	4,0	3,6	3,8	3,0
Adherencia	1,4	1,4	1,4	1,6	1,8
Brillo	4,6	3,6	3,4	3,4	2,4
Capacidad de dispersión	4,2	4,2	4,0	3,8	4,2

Tabla 7:

Puntuaciones medias	Ácido graso de palma	Siloxano de palma
Naturaleza oleosa	4,4	3,6
Adherencia	3,6	2,6
Brillo	2,8	4,0
Capacidad de dispersión	4,2	4,0

5 Los resultados representados en la Tabla 6 muestran que el éster de ácido graso de silicona procedente de aceite de oliva proporciona menos naturaleza oleosa y brillo con respecto al control. Se observa un intervalo decreciente de naturaleza oleosa y brillo a lo largo de las formulaciones que comprenden cantidades elevadas de éster graso de silicona. La capacidad de dispersión y la adherencia de aceite de oliva natural están muy próximas a las que se observan para mezclas que comprenden éster graso de silicona más aceite de oliva y el Ejemplo 4 se sometió a ensayo en concentración pura. Además, el panel sensorial reveló que el Ejemplo 4 tenía una absorción mejor sobre la piel que el aceite de oliva natural y proporcionó un tacto en seco en la piel que no se observó con el aceite natural. Se apreció también un menor olor.

15 Los resultados presentados en la Tabla 7 revelan que el Ejemplo 5 tiene una naturaleza oleosa y adherencia menores y una capacidad de dispersión similar con respecto a ácido graso de palma. Por otra parte, es más brillante, lo que normalmente es una propiedad deseada para aplicaciones de higiene capilar. Según se observa en el Ejemplo 4, el éster graso de silicona procedente de aceite de palma tiene una absorción mejor sobre la piel que el aceite natural y presenta también menor olor. Finalmente, los resultados de la Tabla 6 y 7 ilustran que la percepción sensorial sobre la piel se puede ajustar por medio del uso de concentraciones diferentes o tipos de ácidos grasos modificados con silicona.

20 Se preparó la Formulación de Higiene Personal A que contenía el Ejemplo 1 con los ingredientes que se presentan en la Tabla B, siguiente:

Tabla B:

Formulación de Higiene Personal A (Aceite para Baño)

	Partes
Aceite Mineral Blanco	80
Miristato de Isopropilo	7,5
Oleth-2	7,5
Ejemplo 1	5

25 Se preparó la Formulación de Higiene Personal B que contenía el Ejemplo 1 como formulación de aceite de baño representativa y se preparó de la manera usual y habitual conocida en la técnica. La adición del Ejemplo 1 a la Formulación de Higiene Personal A disminuyó la adherencia y aumentó la capacidad de dispersión de la formulación.

Se preparó la Formulación de Higiene Personal B que contenía el Ejemplo 1 con los ingredientes presentados en la Tabla C, a continuación:

Tabla C:
Formulación de Higiene Personal B (Crema de Maquillaje de Fondo)

	Partes
<u>Fase I</u>	
Ácido esteárico	12,0
Miristato de Isopropilo	1,0
Monoestearato de Glicerilo	2,0
Polysorbato 60-NF	1,0
Monoestearato de sorbitán	20
<u>Fase II</u>	
Propilen glicol	12,0
Pigmentos	10,0
	Partes
<u>Fase II</u>	
Agua	56,0
<u>Fase III</u>	
Silicona Silsoft 148	2,0
Ejemplo 1	2,0

5

Se preparó la Formulación de Higiene Personal B como crema de maquillaje de fondo representativa y se preparó de la manera usual y habitual como se sabe en la técnica. Específicamente, se calentó la Fase I hasta 65 °C, y posteriormente se añadió la Fase II y se mezcló de forma minuciosa, seguido de la Fase III. Se enfrió la formulación hasta 35 °C al tiempo que se mezclaba. La adición del Ejemplo 1 a la Formulación de Higiene Personal B redujo el frotado en tiempo y la adhesividad de la formulación.

10

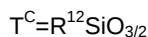
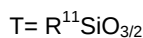
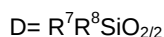
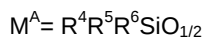
REIVINDICACIONES

1.- Un producto cosmético que comprende un compuesto de silicona modificado que comprende el producto de reacción de:

a) al menos una silicona de éter cíclico que tiene la fórmula



en la que;



15 en la que $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R^4, R^9 y R^{12} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que contiene de 3 a 25 átomos de carbono y que posee al menos un grupo oxetano o epoxi;

en la que los subíndices a, b, c, d, e, f y g son cero o positivos y su suma no es mayor que 25, con la condición de que al menos un subíndice de b, d y f sea positivo; y

20 b) un ácido carboxílico graso sustancialmente puro, preparándose dicho ácido carboxílico graso a partir de aceite de sapucainha, que no contiene más que 5 por ciento de componentes de ácido carboxílico no graso.

2. El producto cosmético de la reivindicación 1, en el que $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 3 átomos de carbono.

25 3. El producto cosmético de la reivindicación 1, en el que $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene 1 átomo de carbono.

4. El producto cosmético de la reivindicación 1 en el que la suma de los subíndices a, b, c, d, e, f y g no es mayor que 20.

5. El producto cosmético de la reivindicación 4, en el que el subíndice b es cero, el subíndice a es 1 a 3, los subíndices c, e y g son cero o menos que 3, y al menos un subíndice d y f es positivo.

30 6. El producto cosmético de la reivindicación 4, en el que el subíndice b es cero, el subíndice a es 2, los subíndices c, e, f y g son cero y d es 1.

7. El producto cosmético de la reivindicación 1, en el que la silicona de éter cíclico es al menos una seleccionada entre el grupo que consiste en 3,4-epoxiciclohexil-1-etano heptametiltrisiloxano; 1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-[2-(7-oxabicyclo[4.1.0]hept-3-il)-etil]-trisiloxano; 1,1,3,3,5,5,5-heptametil-1-[2-(7-oxa-bicyclo[4.1.0]hept-3-il)-etil]-trisiloxano; bisetilciclohexiloxidopolisiloxano; 1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-[2-(1-metil-7-oxa-bicyclo[4.1.0]hept-3-il)-propil]-trisiloxano; y 1,1,1,3,5,5,5-heptametil-3-oxiranilmetoxi-propil-trisiloxano.

8. El producto cosmético de la reivindicación 1, en el que la cantidad de compuesto de silicona de éter cíclico usado en la reacción es a partir del equivalente estequiométrico, donde no hay más que 1 grupo epoxi u oxetano por cada 1 grupo de ácido carboxílico, siendo dicho grupo de ácido carboxílico el ácido carboxílico graso preparado a partir de aceite de sapucainha.

9. El producto cosmético de la reivindicación 1, en el que la cantidad de silicona de éter cíclico con respecto a ácido graso usada en la reacción es de 1:1 a 1:10.

10. El producto cosmético de la reivindicación 1, que además comprende al menos un ingrediente de producto para higiene personal.

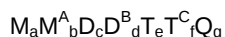
45

11. El producto cosmético de la reivindicación 10, en el que el ingrediente de producto es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ceras de éster, aceites y grasas de origen animal o vegetal, alcoholes grasos, ácidos grasos, ésteres alquílicos de ácidos grasos, aceites de hidrocarburos y ceras, agua, disolventes orgánicos, perfumes, tensioactivos, vitaminas solubles en aceite y vitaminas solubles en agua.

5 12. Una composición cosmética que comprende

(1) un compuesto de silicona modificado que comprende el producto de reacción de:

a) al menos una silicona de éter cíclico que tiene la fórmula



en la que;

10 $M = R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2}$

$$M^A = R^4 R^5 R^6 SiO_{1/2}$$

$$D = R^7 R^8 SiO_{2/2}$$

$$D^B = R^9 R^{10} SiO_{2/2}$$

$$T = R^{11} SiO_{3/2}$$

15 $T^C = R^{12} SiO_{3/2}$

$$Q = SiO_{4/2},$$

en la que $R^1, R^2, R^3, R^5, R^6, R^7, R^8, R^{10}$ y R^{11} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

20 R^4, R^9 y R^{12} son cada uno de forma independiente un radical de hidrocarburo monovalente que contiene de 3 a 25 átomos de carbono y que posee al menos un grupo oxetano o epoxi;

en la que los subíndices a, b, c, d, e, f y g son cero o positivos y su suma no es mayor que 25, con la condición de que al menos un subíndice de b, d y f sea positivo; y

b) un ácido carboxílico graso sustancialmente puro, preparándose dicho ácido carboxílico graso a partir de aceite de sapucainha, que no contiene más que 5 por ciento de componentes de ácido carboxílico no graso; y

25 (2) al menos un vehículo cosméticamente aceptable.