

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 542**

51 Int. Cl.:

A61Q 19/10 (2006.01)

A61K 8/02 (2006.01)

C11D 3/22 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

A61K 8/04 (2006.01)

A61K 8/73 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.11.2007 E 07863824 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.03.2015 EP 2091510**

54 Título: **Sistemas de tensioactivos espesados que comprenden celulosa microfibrosa y métodos para producirlos**

30 Prioridad:

08.11.2006 US 557622

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

24.04.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SWAZEY, JOHN M. y
MORRISON, NEIL A.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 534 542 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Sistemas de tensioactivos espesados que comprenden celulosa microfibrosa y métodos para producirlos

Antecedentes de la invención

5 Los productos envasados tales como limpiadores para el cuerpo, champúes, detergentes para lavado de vajillas, detergentes para colada y detergentes para automóviles, entre otros, frecuentemente son espesados utilizando una alta concentración de detergentes, combinando tensioactivos sinérgicos de viscosidad o combinando los detergentes con pequeñas cantidades de sales tales como sales sódicas. Estas formulaciones dan por resultado productos de alta viscosidad que parecen ricos y uniformes, pero tienen limitaciones en cuanto a que no proporcionan una viscosidad de bajo cizallamiento suficiente para la suspensión de partículas. Entre tales materiales en partículas pueden incluirse agentes estéticos (perlas decorativas, artículos de nácar, burbujas de gas, perlas aromáticas, etc) o ingredientes activos (enzimas insolubles, agentes activos encapsulados tales como humectantes, zeolitas, agentes de exfoliación (por ejemplo ácidos alfa-hidroxiácidos y/o glicólicos o lechos de polietileno), vitaminas (por ejemplo vitamina E), etc., o ambos.

10 Los espesativos y coadyuvantes de suspensión convencionales tales como goma de xantano, carboximetilcelulosa (CMC), hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) y muchos tipos de poliácridatos no funcionan bien en sistemas espesados con tensioactivo y con frecuencia conducen a una pérdida de transparencia debido a turbidez, gelificación y/o separación de fases o falta de propiedades suspensivas suficientes. Por ejemplo, la goma de xantano imparte unas excelentes propiedades suspensivas en ciertas formulaciones para limpieza corporal con un espesamiento con poco tensioactivo, pero con frecuencia la goma pierde su capacidad de suspensión en sistemas con un fuerte espesamiento con tensioactivo, lo que usualmente da por resultado un aspecto brumoso, irregular, y a una textura granulosa o en grumos. Los productos celulósicos (CMC, HEC, HPMC, etc.), como otro ejemplo de espesativos convencionales, proporcionan una suspensión no fiable y tienen limitaciones significativas respecto a compatibilidades con tensioactivos. Los sistemas de acrilatos, sin embargo, no siempre logran un nivel de claridad suficiente, requieren altas concentraciones de polímero y no se consideran naturales. Con frecuencia, las sales son capaces de aumentar la viscosidad a alto cizallamiento en sistemas espesados por tensioactivos, pero no imparten capacidad suspensiva a plazo largo.

20 Actualmente se desea en la industria de productos de consumo que se proporcionen sistemas transparentes espesados con tensioactivo con partículas en suspensión en los mismos, así como coadyuvante para sistemas de suspensión con un contenido alto de tensioactivo en los que no funcionarán muchos sistemas alternativos de espesativo.

30 Se ha descubierto que se puede usar celulosa microfibrosa (MFC) derivada bacteriamente o de otra forma para obtener una suspensión de sistemas espesados con tensioactivo así como en formulaciones con altas concentraciones de tensioactivo, Se ha descubierto también que se puede usar MFC para este fin sin o con coagentes. Cuando se utiliza celulosa microfibrosa derivada bacteriamente, se deben eliminar los desechos celulares dando por resultado soluciones transparentes a niveles de uso típicos.

35 La celulosa microfibrosa no es afectada por el desarrollo de la micela de tensioactivo y mantiene buena suspensión en estos sistemas. La celulosa microfibrosa es única en cuanto a su capacidad para funcionar en estos sistemas en gran parte porque se dispersa en vez de solubilizarse, con lo que se alcanzan las propiedades de suspensión deseadas en formulaciones que de otra forma presentarían el enturbiamiento y/o la precipitación que con frecuencia se ven usando polímeros solubilizados alternativos.

Breve resumen de la invención

40 Se describen sistemas de tensioactivo que comprenden celulosa microfibrosa. Se pretende incluir "sistemas tensioactivos" pero se limita a sistemas espesados por tensioactivo y sistemas con alto contenido de tensioactivo. Celulosa microfibrosa (MFC) incluye MFC preparada por fermentación microbiana o MFC preparada por destrucción/alteración mecánica de fibras de celulosa de cereal, madera o algodón. Cuando se utiliza celulosa microcristalina derivada bacteriamente, se deben eliminar desechos, lo que da por resultado soluciones transparentes a niveles de uso típicos. La presente invención usa tensioactivos para conseguir un sistema muy espeso (altamente viscoso) a velocidades de cizallamiento altas con partículas en suspensión usando celulosa microcristalina.

45 La concentración de tensioactivo en estos sistemas varía de aproximadamente 5% a aproximadamente 50% (p/p de tensioactivo activo), dependiendo del producto la concentración específica. Los agentes de lavado del cuerpo típicamente contienen de aproximadamente 5% a aproximadamente 15% (p/p); los líquidos para lavado de vajilla típicamente contienen de aproximadamente 20% a aproximadamente 40% (p/p) de tensioactivo (siendo 40% un producto "ultraconcentrado"), y los detergentes para colada típicamente contienen de aproximadamente 15% a aproximadamente 50% (p/p) de tensioactivo.

La MFC está presente a concentraciones de aproximadamente 0,05% a 1,0%, pero la concentración dependerá del producto deseado. Por ejemplo, si bien se prefiere aproximadamente 0,06% (p/p) de MFC para suspender perlas pequeñas de alginato en un preparado de lavado corporal, se prefiere aproximadamente 0,075% para suspender burbujas de aire en un preparado de lavado corporal, y aproximadamente 0,150% (p/p) para suspender burbujas de aire o perlas en un sistema que contiene aproximadamente 40% (p/p) de tensioactivo. Además, la concentración de MFC se ajustará adecuadamente si se desea un sistema muy transparente. Específicamente, se puede lograr un preparado para lavado corporal muy transparente a aproximadamente de 5% a aproximadamente 15% (p/p de tensioactivo) con un nivel de MFC de aproximadamente 0,055 a aproximadamente 0,25% (p/p de tensioactivo activo).

5

10 La MFC puede estar presente a 0,06%, 0,075% o 0,09%.

Las partículas a poner en suspensión pueden incluir agentes estéticos (perlas decorativas, elementos nacarados, burbujas de aire, perlas fragantes, etc.) o ingredientes activos (enzimas insolubles, agentes activos encapsulados tales como humectantes, zeolitas, agentes de exfoliación (por ejemplo ácidos alfa-hidroxicos y/o glicólicos o perlas de polietileno), vitaminas (por ejemplo vitamina E) etc., o ambas. Un experto en la técnica identificará otros materiales en partículas adecuados.

15

Las mezclas de celulosa microcristalina son productos microfibrosos de celulosa que contienen coagentes. Se describen dos mezclas que son MFC, goma de guar y CMC en una relación 6:3:1, y MFC, goma de guar y CMC en una relación 3:1:1. Estas mezclas permiten preparar MFC como producto seco que se puede "activar" por mezcla a alto cizallamiento o altamente extensiva en agua u otras soluciones basadas en agua. La "activación" se produce cuando las mezclas de MFC se añaden a agua y se hidratan los coagentes/agentes de coprocesamiento. Después de la hidratación de los coagentes/agentes de coprocesamiento, generalmente se necesita alto cizallamiento para dispersar eficazmente las fibras de celulosa microfibrosa con el fin de producir una red que presenta un límite elástico verdadero. Inesperadamente, el coagente y/o agentes de coprocesamiento CMC, xantano, y/o goma de guar presentes en estas mezclas de celulosa microfibrosa aparecen como que quedan solubilizados (después de activación en agua) en muchas formulaciones altas en tensioactivo a pesar de su incompatibilidad general en sistemas altos en tensioactivo, muy probablemente debido al bajo nivel de uso de estos polímeros en estas formulaciones con MFC.

20

25

La invención se dirige además a procedimientos para producir los sistemas tensioactivos descritos con o sin coagentes y/o agentes de coprocesamiento.

30

La invención se dirige también a un procedimiento para preparar un sistema tensioactivo que comprende combinar una mezcla de celulosa microfibrosa con agua y mezclar, añadiendo tensioactivo, y luego mezclar, añadiendo material en partículas, mezclando seguidamente, resultando un sistema que es transparente en el que las partículas están en suspensión, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa comprende celulosa microfibrosa y un coagente seleccionado entre el grupo que comprende CMC, xantano y/o goma de guar.

35

Breve descripción de las diferentes vistas de los dibujos

El sumario anterior se entenderá mejor cuando se lea con la Descripción Detallada de la Invención y las Figuras 1-4.

Descripción detallada de la invención

En los Ejemplos 1 y 2 se describen formulaciones limpiadoras del cuerpo que demuestran propiedades de espesamiento por tensioactivo y propiedades de suspensión en que se usa una mezcla de MFC al 0,125%/xantano/CMC (6:3:1). Los preparados limpiadores del cuerpo presentan una claridad muy buena y la capacidad de mantener en suspensión burbujas de aire y perlas.

40

También se describen el líquido de lavado manual de vajillas y los detergentes líquidos para colada, que tienen un nivel de tensioactivo más alto que el encontrado en preparados para lavado del cuerpo. Los líquidos para lavado manual de vajillas con alginato en suspensión se describen en el Ejemplo 3.

45

En el Ejemplo 4 se describe un detergente líquido para colada con perlas de fragancia en suspensión.

En el Ejemplo 5 se usó una celulosa microfibrosa en forma de torta húmeda para preparar un sistema alto en tensioactivo que comprende un líquido espeso concentrado para colada con burbujas de aire en suspensión.

Ejemplo 1

Se preparó una formulación líquida para lavado del cuerpo. La Fig. 1 presenta la claridad y las propiedades suspensivas de este sistema. El preparado resultante exhibía una reología de tensioactivo muy espesa basada en la inspección visual y tenía la capacidad de suspender burbujas de aire. Con un valor de deslizamiento de aproximadamente 3,4 Pa (medido con un reómetro de deslizamiento Brookfield®).

50

Etapa A: Se añadieron a una jarra pequeña de mezcla Oster® agua desionizada, solución de NaCl al 10% y Kathon® CG. Se añadió encima de la superficie de agua celulosa microfibrosa (MFC/xantano/CMC mezcla 6:3:1) y luego se montó la cuchilla de mezcla la Oster® y se mezcló a una velocidad máxima durante 5 minutos (velocidad de licuefacción).

5 Etapa B: Se pasó el contenido a un vaso alto de precipitados de 400 ml con cuchilla de mezcla de pintura. A la solución descrita en la Etapa A se añadió laurethsulfato sódico (JEELATE® ES-3) y se mezcló durante 5 minutos a aproximadamente 1000 rpm. Se añadió luego a la mezcla cocamidopropilbetaina sódica (JEETERIC® CAB-LC) y se mezcla adicionalmente durante 5 minutos a 1000 rpm. Se añadió luego agente fragante.

10 Etapa C: Se añadió Cocamide DEA a la solución descrita en la Etapa B. Se produjo espesamiento a medida que se añadía más DEA. Se añadió luego ácido cítrico como solución al 50% para reducir el pH al nivel deseado (pH 5,5 en este caso). Se eliminó el contenido de la mezcladora. Se estabilizó el aire atrapado durante la mezcla por presencia de la mezcla 6:3:1 de MFC/xantano/CMC.

Tabla 1: Gel de ducha para lavado corporal

Etapa del procedim.	Ingrediente	%, p/p	Gramos
A	Agua desionizada	54,775	219,10
	Mezcla de celulosa microfibrosa (MFC/xantano/CMC mezcla 6:3:1)	0,125	0,50
A	Solución de NaCl al 10%	5,00	20,00
A	Kathon CG	0,10	0,40
B	Jeeteric® CAB-LC cocamidopropilbetaina sódica	7,00	28,00
B	Jeelate® ES Laurethsulfato sódico	25,00	100,00
B	Fragancia	1,00	4,00
C	Cocamide DEA	7,00	28,00
C	Ácido cítrico (solución al 50%)	el necesario	necesario
Totales		100,00	400,00

15 **Ejemplo 2**

Se preparó un preparado de lavado corporal como se ha descrito en el Ejemplo 1, pero se incorporó la suspensión de perlas en vez de burbujas de aire. Al finalizar la Etapa C se añadieron perlas de alginato. En la Fig. 2 se puede ver una representación visual de esta realización.

Ejemplo 3

20 Se prepararon sistemas altos en tensioactivo usando líquido de lavado manual de vajillas y detergente de colada. Se pusieron luego en suspensión en la solución perlas de alginato. Se diluyó en la mitad caldo espeso para vajillas Palmolive Ultra® para obtener un caldo espeso para vajillas de concentración normal. Primeramente se preparó un concentrado que contenía 0,25% de mezcla de celulosa microfibrosa mezcla 6:3:1 de MFC/xantano/CMC en agua desionizada. El concentrado se hizo mezclando la solución en una mezcladora Oster® “a licuefacción” (velocidad máxima) durante 5 minutos. Luego se diluyó 1:1 con detergente Palmolive Ultra® la mezcla de celulosa microfibrosa (Palmolive® contenía 0,1% de triclosano) usando una mezcladora de pintura o cuchilla de propulsor. El caldo espeso de vajilla se añadió a la solución de celulosa microfibrosa mientras que se mezclaba. Tanto en las muestras de detergente Palmolive Ultra® como de detergente Dawn Ultra® se alcanzó una claridad excelente y una suspensión de aire y/o perlas de alginato. La celulosa microfibrosa se diluyó bien a pesar del relativamente bajo cizallamiento de la cuchilla de la mezcladora. El límite de deslizamiento de estas soluciones era de aproximadamente 2,5 Pa. En la Fig. 3 se puede encontrar una representación visual

Ejemplo 4

35 Se preparó un sistema alto en tensioactivo usando un jabón líquido concentrado para colada. Se usó detergente “All Small and Mightly® concentrado tres veces”. Se activó en agua destilada un concentrado de mezcla de celulosa microfibrosa del 0,25% (mezcla 6:3:1) de MFC/xantano/CMC con una mezcladora Oster® a velocidad máxima (licuefacción). El tiempo fue de 5 minutos. La solución de celulosa microfibrosa se diluyó 1:1 con detergente “All Small and Mightly® concentrado tres veces”. La dilución resultante presentaba muy buena

transparencia y capacidad suspensiva a un punto de deslizamiento de 0,62 Pa. Los detergentes se pusieron en un horno a 45°C para estimar la estabilidad al calor y revelaron una excelente estabilidad sin pérdida de transparencia ni de capacidad de suspensión a lo largo de 4 semanas de envejecimiento. En la Fig. 4 se puede ver una representación visual.

5 **Ejemplos comparativos**

10 Se preparó un sistema alto en tensioactivo usando un jabón líquido concentrado para colada usando la versión torta húmeda de celulosa microfibrosa. Se usó detergente "All Small and Mightly® concentrado tres veces". Se activó e agua destilada un concentrado de celulosa microfibrosa de torta húmeda del 1,56% con una mezcladora Oster® a velocidad máxima (licuefacción). El tiempo de mezcla fue de 5 minutos. La actividad (% de sólidos) de esta MFC en forma de torta era de aproximadamente 16% por lo que el nivel de MFC activa era de aproximadamente 0,25% en el concentrado. La solución de celulosa microfibrosa se diluyó 1:1 con detergente "All Small and Mightly® concentrado tres veces". Se logró una suspensión muy buena para la dilución resultante a un punto de deslizamiento de 13 Pa. En la Fig. 5 se puede ver una representación visual.

REIVINDICACIONES

1. Un sistema tensioactivo que comprende una mezcla seca de celulosa microfibrosa de celulosa microfibrosa, carboximetilcelulosa y/o goma de guar a una concentración de 0,05% a 1% (p/p), tensioactivo a de 5% a 50% (p/p de tensioactivo activo) y un material en partículas en suspensión.
- 5 2. El sistema tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente en 0,06%.
3. El sistema tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente en 0,075%.
- 10 4. El sistema tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente en 0,09%.
5. El sistema tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente en de 5% a 15% (p/p de tensioactivo activo).
6. El sistema tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente en de 40% (p/p de tensioactivo activo).
- 15 7. El sistema tensioactivo de acuerdo con la reivindicación 6, en el que las partículas comprenden burbujas de aire, perlas o una combinación de las mismas.
8. Un procedimiento para preparar un sistema tensioactivo que comprende
combinar una mezcla de celulosa microfibrosa con agua y mezclar,
añadir tensioactivo y luego mezclar,
20 añadir material en partículas y seguidamente mezclar,
en el que el sistema resultante es transparente y las partículas están en suspensión en el mismo y en el que la mezcla de celulosa microfibrosa comprende celulosa microfibrosa, CMC y xantano y/o goma de guar.
9. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente a una concentración de 0,05% a 1,0% (p/p) y el tensioactivo está presente a de 5% a 50% (p/p de tensioactivo activo).
- 25 10. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente a una concentración de 0,06%.
11. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente a una concentración de 0,075%.
- 30 12. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa está presente a una concentración de 0,09%.
13. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que el tensioactivo está presente a de 5% a 15% (p/p de tensioactivo activo).
14. El sistema tensioactivo de la reivindicación 1, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa comprende una mezcla de celulosa microfibrosa, goma de xantano y carboximetilcelulosa en una relación de 6:3:1.
- 35 15. El sistema tensioactivo de la reivindicación 1, en el que la mezcla de celulosa microfibrosa comprende una mezcla de celulosa microfibrosa, goma de xantano y carboximetilcelulosa en una relación de 3:1:1.

Figura 1. Mezcla de 0,125% de celulosa microfibrosa (MFC/xantano/CMC 6:3:1) en preparado de lavado corporal espesado con tensioactivo con burbujas en suspensión.

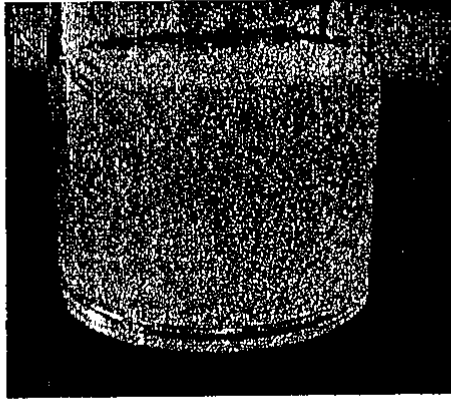
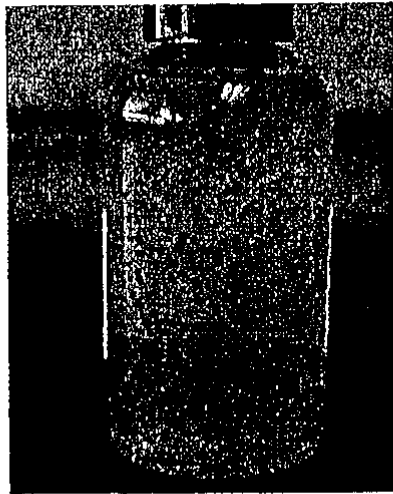
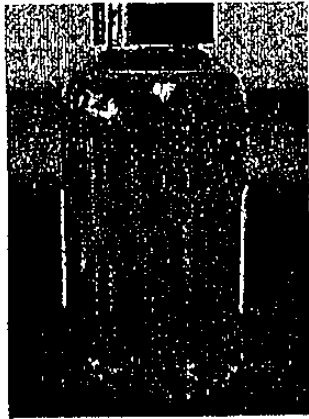


Figura 2. Mezcla de 0,125% de celulosa microfibrosa (MFC/xantano/CMC 6:3:1) en preparado de lavado corporal espesado con tensioactivo con perlas de alginato en suspensión.



10

Figura 3. Mezcla de 0,125% de celulosa microfibrosa (MFC/xantano/CMC 6:3:1) en jabón ultraconcentrado para vajillas (diluido 1:1 con agua:mezcla MFC/xantano/CMC 6:3:1).



Jabón de vajilla Ultra Palmolive



Jabón de vajilla Dawn Ultra

Figura 4. Mezcla de 0,125% de celulosa microfibrosa (MFC/xantano/CMC 6:3:1) en detergente líquido concentrado ultra para colada (diluido 1:1 con agua:mezcla MFC/xantano/CMC 6:3:1).



Figura 5: Mezcla de 0,125% de celulosa microfibrosa (añadida en forma de torta húmeda) en detergente líquido concentrado ultra para colada (diluido 1:1 con agua: solución de MFC). No se usaron coagentes. La Figura muestra una suspensión de burbujas de aire.

