

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 543 090**

51 Int. Cl.:

A61Q 5/12 (2006.01)
A61K 9/00 (2006.01)
A61K 9/08 (2006.01)
A61K 47/38 (2006.01)
C11D 3/22 (2006.01)
A61Q 5/02 (2006.01)
A61K 8/73 (2006.01)
A61Q 19/00 (2006.01)
A61Q 19/10 (2006.01)
C08L 1/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.01.2008 E 08705549 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.07.2015 EP 2101722**

54 Título: **Uso de hidroxietilcelulosa aglomerada en aplicaciones farmacéuticas, para el cuidado personal y el cuidado doméstico**

30 Prioridad:

10.01.2007 US 879855 P

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

14.08.2015

73 Titular/es:

**HERCULES INCORPORATED (100.0%)
500 Hercules Road
Wilmington, DE 19808, US**

72 Inventor/es:

MODI, JASHAWANT J.

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 543 090 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

5 Uso de hidroxietilcelulosa aglomerada en aplicaciones farmacéuticas, para el cuidado personal y el cuidado doméstico

5 **Solicitudes relacionadas**

10 Esta solicitud reclama el beneficio de la Solicitud Provisional de E.U.A. Serie No. 60/879855, expedida el 10 de enero.

10 **Campo de la invención**

15 La presente invención se refiere a una composición del polisacárido y más particularmente, a las composiciones de hidroxietilcelulosa que cuando se aplican en agua son capaces de dispersión excepcional, formación mínima grumos e hidratación muy rápida para alcanzar la viscosidad máxima deseada como se define en las reivindicaciones.

20 La invención concierne al uso de las composiciones del hidroxietilcelulosa en los productos de consumo, particularmente, en aplicaciones farmacéuticas, para el cuidado personal (excepto las composiciones para el cuidado oral), así como aplicaciones para el cuidado doméstico.

20 **Antecedentes de la invención**

25 Es bien sabido en los productos de consumo tales como aplicaciones farmacéuticas, para el cuidado personal (excepto las composiciones para el cuidado oral), así como aplicaciones para el cuidado doméstico, formular los productos que proporcionan características útiles tales como limpieza, protección y beneficio de limpieza, depósito y humectación y firmeza, el acondicionamiento, la provisión de barreras oclusivas, el teñido y provisión de emolencia. En estos productos de consumo los polímeros solubles en agua se utilizan como modificadores del reología para las composiciones finales. Los derivados de polisacárido tales como éteres de celulosa y los productos derivados poligalactomanana y poligalactomanana están entre los polisacáridos más conocidos para el uso como modificadores del reología en estas aplicaciones.

35 Los polímeros solubles en agua son muy usados en una variedad de productos de consumo. A pesar de sus ventajas ambientalmente amistosas y biodegradables, sufren de la tendencia a formar grumos cuando están en contacto con el agua y duran mucho para disolverse. La disolución, por la definición, es un término libremente usado. En este caso, la disolución se utiliza para representar los dos pasos por los cuales los polímeros entran a las soluciones acuosas. En el primer paso, el polímero se dispersa en la solución acuosa. Tarda tiempo en que el polímero a dispersarse se somete a una buena variabilidad. La dispersión podía ser tan corta como unos pocos segundos o varias horas dependiendo de la técnica, instrumentación, morfología y química de la superficie del polímero. Después de que se disperse el polímero, el polímero experimenta un paso de hidratación. En este paso, las cadenas del polímero se sueltan y expanden su volumen hidrodinámico que ocupa la toda la solución y acumula viscosidad en el camino. Tan pronto como las moléculas del polímero entran en contacto con el agua, tienden a hincharse muy rápidamente y conseguir el contacto con las partículas vecinas. Se pegan y forman los grumos de varios tamaños a los cuales tienden a retrasar su tiempo de hidratación perceptiblemente. La buena dispersión es un requisito previo para la formación mínima de grumos y la hidratación finalmente rápida en aplicaciones finales. En todos los sistemas de polímeros solubles en agua, la formación de grumos se considera un régimen que determina el paso por tiempo total de la disolución.

50 La Patente de E.U.A. No. 5.869.029 describe las composiciones que comprenden los polímeros solubles en agua o hinchables en agua aglomerados por el tratamiento con los polioles y el uso de estas composiciones en la fabricación de cremas dentales. Los polioles de uso en esta composición se seleccionan del grupo que consiste de alcoholes de azúcar, glicerol, glicol de polietileno, propilenglicol y las mezclas que consisten en de los mismos. Esta composición es de utilidad para producir formulaciones de crema dental.

55 La Patente de E.U.A. No. 6.258.342 describe el uso de agua o los polímeros acuosos solubles en agua aglomerados o polímero que se hincha con el agua en composiciones para el cuidado oral. La composición para el cuidado oral o el dentífrico descrito en esta patente contiene abrasivos, humectantes y polímeros solubles en agua.

60 En productos de consumo y especialmente en la industria para el cuidado personal, hay una preocupación de seguridad que se refieren a glioxal con respecto a la presencia en ingredientes de la formulación. Actualmente muchos productos del hidroxietilcelulosa (HEC) por ejemplo (Natrosol HEC, disponible de Hercules Incorporated) y modificaron hidrofóticamente los productos del hidroxietilcelulosa (HMHEC) (Polysurf® 67 HMHEC disponible de Hércules Incorporated) son superficie tratada con el glioxal para la dispersión de la facilidad por formuladores. Los polímeros fácilmente dispersibles libres de Glioxal ofrecen una oportunidad de incorporar fácilmente estos materiales en formulaciones del producto de consumo para su uso en aplicaciones para el cuidado personal y cuidado doméstico donde hay preocupaciones con respecto a la presencia del glioxal en las formulaciones.

Sumario de la invención

5 La presente invención como se define en las reivindicaciones se refiere a una composición de hidroxietilcelulosa aglomerada en donde un éter de la celulosa, más particularmente una hidroxietilcelulosa, se utiliza como agente que de aglomeración.

Esta invención además se dirige al proceso para preparar las composiciones aglomeradas de hidroxietilcelulosa mencionadas antes.

10 Esta invención como se define en las reivindicaciones se dirige además al uso funcional de las composiciones aglomeradas de hidroxietilcelulosa en productos de consumo tales como composiciones farmacéuticas, para el cuidado personal (excepto las composiciones para el cuidado oral). El producto de consumo que comprende a) una composición aglomerada del hidroxietilcelulosa, b) un material del ingrediente activo del producto de consumo y c) agua en donde la composición aglomerada del hidroxietilcelulosa comprende una hidroxietilcelulosa en partículas y
15 una composición de hidroxietilcelulosa de bajo peso molecular.

Breve descripción de las figuras

20 Las Figuras 1 y 2 contienen cada uno un diagrama de la viscosidad en centipoises (CPS) en cierto tiempo, medido usando un viscometro Modelo VT501 de Haake, así como un diagrama de la viscosidad del porcentaje en el tiempo dado basado en la viscosidad final del Ejemplo Comparativo 1,

25 Las Figuras 3 y 4 contienen cada una los diagramas de la viscosidad en centipoises (CPS) en cierto tiempo, medido usando un viscometer Modelo VT501 de Haake, así como los diagramas de la viscosidad del porcentaje en el tiempo dado basado en la viscosidad final del Ejemplo Comparativo 2. La Figura 4 contiene pruebas duplicadas.

30 Las Figuras 5 y 6 contienen cada una los diagramas de viscosidad en centipoises (CPS) en cierto tiempo, medido el usar un viscometro Modelo VT501 de Haake, así como diagramas de viscosidad del porcentaje en el tiempo dado basado en la viscosidad final del Ejemplo 1, Ambas Figuras 5 y 6 contienen pruebas duplicadas.

Descripción detallada de la invención

35 En la industria de los productos de consumo, especialmente en la industria para el cuidado personal, hay una preocupación de seguridad con respecto a la presencia de glioxal en los ingredientes de la formulación. Actualmente muchos productos del hidroxietilcelulosa (HEC) (Natrosol® HEC, disponible de Hercules Incorporated) y productos del hidroxietilcelulosa modificados hidrofóbicamente (HMHEC) (Polysurf® 67 HMHEC disponible de Hercules Incorporated) son tratados en su superficie con glioxal para volverlos fácilmente dispersibles en soluciones acuosas por fonduladores. Los polímeros fácilmente dispersables libres de glioxal ofrecen una oportunidad para incorporar
40 fácilmente estos materiales en productos para el consumidor tales como para usos para el cuidado personal (excluyendo composiciones para el cuidado oral), farmacéutico o doméstico.

45 La aglomeración se define en la presente como la agregación de partículas individuales dando por resultado un aumento en el tamaño de partícula del material en partículas.

50 El material aglomerado de HEC de uso en la presente invención se puede hacer mediante el proceso de aglomeración según lo descrito en la Patente de E.U.A. No. 6,258,342, incorporada aquí en su totalidad por referencia. El material aglomerado de HEC del uso en la presente invención puede ser preparado rociando un HEC en partículas con una solución acuosa de HEC, preferiblemente un HEC de bajo peso molecular. El de bajo peso molecular pesan ser definido como HEC con un peso molecular más bajo que el HEC de partículas. Un HEC de bajo peso molecular preferido es objetos expuestos a la viscosidad en una solución acuosa del 2% de menos de aproximadamente 350 CPS, preferiblemente de aproximadamente 15 CPS. Las unidades de rociado de lecho fluidizado comercialmente disponibles se pueden emplear para esta operación de aglomeración.

55 Las muestras del material aglomerado de HEC del uso en la invención (Natrosol® 250HHX-GF HEC) fueron evaluadas para determinar sus propiedades de dispersión, hidratación y disolución.

60 El HEC fue aglomerado con el 5% de un HEC de bajo peso molecular (solución acuosa baja de la viscosidad HEC (Natrosol® L HEC disponible de Hectules Incorporated)) en un secador de lecho de fluido. Se probó una muestra tamizada de la composición aglomerada de HEC con tamaño de partícula en el rango de 400-800 mieras.

El producto de consumo de la presente invención comprende una composición aglomerada de HEC, un material del ingrediente activo del producto de consumo y una cantidad del agua.

65 Los ejemplos de los materiales del ingrediente activo del producto de consumo incluyen a absorbedores de rayos solares (UV), agentes de protección solar, cremas hidratantes, humectantes, agentes benéficos para el cabello, piel,

5 uñas, agentes de depósito tales como agentes tensioactivos y polímeros del polisacárido, agentes oclusivos, barreras humectantes, lubricantes, emolientes, agentes anti-envejecimiento, agentes antiestáticos, abrasivos, agentes antimicrobianos, agentes repelentes de insectos, agentes de sumínistro de fármacos, acondicionadores secundarios, exfoliantes, agentes abrillantadores, agentes de bronceado, luminiscentes, colores, agentes anti-odorizantes, fragancias, agentes de viscosidad, sales, lípidos, fosfolípidos, extractos hidrofóbicos de plantas,,
 10 vitaminas, estabilizadores de espuma, modificadores de pH, conservadores, agentes de suspensión, aceites de silicón, derivados del silicón, aceites esenciales, aceites, grasas, ácidos grasos, ésteres del ácido graso, alcoholes grasos, ceras, polioles, hidrocarburos, recolectores de polvo, agentes de pulido, agentes quita-manchas, agentes anti-redeposito, agentes colorantes, agentes de tinción, agentes de frotación, agentes benéficos para madera, azulejos y otras superficies duras, agentes del tratamiento del automóvil.

Los siguientes ejemplos servirán para ilustrar la invención, partes y porcentajes que por peso a menos que se indique de otra manera.

15 Ejemplos

Características De La Dispersión Con Prueba Del Viscómetro De Haake

20 Las muestras se estudiaron para su dispersión (aglomeración/sin aglomeración), las propiedades de hidratación y disolución con un viscometro Modelo VT501 de Haake. Todas las pruebas fueron llevadas a cabo en agua desionizada en 25°C, 300 rpm usando el sensor FL10,

25 Otras muestras de HEC (CS HEC, Natrosol® 250HX Pharm HEC de Natrosol® 250HHR! y Natrosol® 250HHX Pharm HEC, todas disponibles de Hercules Incorporated) se incluyeron como ejemplos comparativos. Las dispersiones fueron hechas de ejemplos del HEC aglomerado para usarse en la presente invención así como los ejemplos comparativos en 0,5% y en 1,0%, véase la tabla 1, Las dispersiones fueron mezcladas ya sea durante una (1) hora o dos (2) horas y la viscosidad fue medida en función del tiempo, Figuras 1 a 6. Los diagramas proveen viscosidad con tiempo según lo medido por el viscometro de Haake y también % viscosidad en el tiempo dado basado en la viscosidad final.

30 Ejemplo Comparativo 1

HEC CS Natrosol® 250HHR (gloxal tratado):

35 El ejemplo comparativo 1 tardó casi 80 minutos para alcanzar el 100% de su viscosidad final, en 0,5% y en 1,0%, véase las Figuras 1 y 2. No se hizo ningún ajuste del pH durante el estudio de la hidratación.

Ejemplo Comparativo 2

40 HEC Pham Natrosol® 250HX (gloxal-libre):

45 En concentraciones de 0,5%, el ejemplo comparativo 2 tardó alrededor de 12 minutos para alcanzar 100% de su viscosidad final, Figura 3. No se observó el ninguna formación de grumos en concentraciones de 0,5%. Tardó cerca de 30 minutos en la concentración de 1,0% para alcanzar 100% de su viscosidad final, véase Figura 4. Sin embargo, la mayor parte del aumento de la viscosidad ocurrió en los primeros 5 minutos. El experimento de la solución al 1,0% se llevó a cabo dos veces. En el primer experimento se observó formación momentánea de grupos cuando se agregó primero al agua.

Ejemplo Comparativo 3

50 HEC Pharm Natrosol® 250HHX (gloxal-libre):

La muestra no fue probada a niveles de 0,5%. En 1,0%, se salió de la escala y la prueba fue abortada.

55 Ejemplo 1

HEC Natrosol® 250HHX-GF (gloxal-libre), HEC se aglomeró con 5% de una solución acuosa de HEC de baja viscosidad (HEC L Natrosol® disponible de Hercules Incorporated) en un secador de lecho de fluidos.

60 La prueba de la solución al 0,5% y 1,0% fue realizada dos veces. Tardó cerca de 10 minutos para alcanzar 100% de su viscosidad final al 0,5% y menos de 30 minutos en 1,0%. No se observó formación de grumos, véase Figuras 5 y 6.

Tabla 1.

Curvas de Hidratación Medidas con un Viscometro Haake para el Ejemplo 1 y Ejemplos Comparativos 1-3				
Muestra	Concentración en agua DI, en peso (%)	Tiempo (hrs.)	Figura	Comentarios
Ej. Comp. 1	1,00	1	2	Sin grumos
Ej. Comp. 1	0,50	2	1	Sin grumos
Ej. Comp. 2	1,00	2	4	En la operación #1, inicialmente se forman grumos pero se rompen rápidamente. La prueba se realiza por duplicado
Ej. Comp. 2	0,50	1	3	Sin grumos
Ej. Comp. 3	1,00	2		Prueba abortada, desviada, sin grumos
Ej. Comp. 3	0,50	2	-	Sin grumos
Ejemplo 1	1,00	2	6	Sin grumos
Ejemplo 1	0,50	1	5	Sin grumos

Propiedades la Dispersión con Mezcladora de Aspas Propulsora:

5 Las soluciones de los polímeros siguientes fueron preparadas a concentraciones de 1,0%:

Ejemplo Comparativo 4 (Natrosol® 250HX Pharm HEC);
Ejemplo comparativo 5 (Natrosol® 250HHX Pharm HEC); y
Ejemplo 2 (Natrosol® HHX-GF HEC).

10

Las soluciones fueron preparadas en una jarra de 237 ml (8 oz), dos aspas del propulsor a 450 RPM, con agua desionizada y bajo condiciones de temperatura ambiente.

15

No se observó formación de grumos cuando el Ejemplo 2 (Natrosol® HHX-GF HEC aglomerado con una solución al 5% acuosa con HEC de baja viscosidad (Natrosol® L celulosa hidroxietilica disponible de Hercules Incorporated) en un secador de lecho de fluido) se agregó primero al agua desionizada.

20

Ocurrió formación de grumos grandes severa con el Ejemplo Comparativo 4 (Natrosol® 250HX Pharm HEC, disponible de Hercules Incorporated). El grumo no se disolvió incluso después de dos (2) horas de mezclado.

Inicialmente ocurrió formación de grumos pequeños severa cuando el Ejemplo Comparativo 5 (Natrosol® 250HHX Pharm HEC, disponible de Hercules Incorporated) se agregó al agua desionizada, pero entonces el material disolvió en menos que un minuto.

25 **Otras observaciones físicas**

Ejemplo Comparativo 4 (Natrosol® 250HX Pharm HEC); - Polvo fino, aterronado (sin flujo libre) en su contenedor; Ejemplo Comparativo 5 (Natrosol® 250HHX Pharm HEC) - material granular fino, ningún apelmazamiento, de flujo libre seco; y Ejemplo 2 (Natrosol® HHX-GF HEC) - de flujo libre granular, seco grueso.

30

La composición de hidroxietilcelulosa aglomerada de uso en esta invención - HEC aglomerado, Natrosol® 250HHX-GF -dispersión y disolución excelentes proporcionadas sin la formación de grumos experimentada por los Ejemplos Comparativos 4 y 5, los productos del grado de Pharm.

35 **Procedimiento experimental:**

Los materiales probados fueron:

40

(Ejemplo 3), Natrosol® dispersible 250HHX-GF HEC se aglomeró con el 5% de una solución acuosa de baja viscosidad HEC (Natrosol® L celulosa hidroxietilica disponible de Hercules Incorporated) en un secador de lecho de fluido;
(Ejemplo Comparativo 4) Natrosol® 250HX-Pharm HEC;
(Ejemplo Comparativo 5) Natrosol® 250HHX-Pharm HEC; y
(Ejemplo Comparativo 1) Natrosol® 250HHR-CS HEC.

45

ES 2 543 090 T3

El contenido de agua de cada polímero fue determinado usando un equilibrio de la humedad @ 105°C del modelo MA-30 de Sartorius:

- 5 (Ejemplo 3) Natrosol dispersible 250HHX-GF, humedad 1,68%;
 (Ejemplo Comparativo 4) Natrosol© 250HX-Pharm HEC, humedad 3,43%;
 (Ejemplo Comparativo 4) Natrosol© 250HX-Pharm HEC, humedad 3,88%;
 (Ejemplo Comparativo 5) Natrosol® 250HHX-Pharm HEC, humedad 3,26%; y
 (Ejemplo Comparativo 1) Natrosol©250HHR-CS HEC, humedad 4,61%.

- 10 El peso del polímero en cada formulación fue ajustado según su contenido de agua.

15 Las pruebas de hidratación fueron llevadas a cabo en un Viscometer Modelo VT-501 de Haake, equipado con un sensor FL10, La velocidad de rotación fue 300 RPM. El tamaño del lote de la solución fue 400 g. El programa de medición fue dividido en ocho segmentos del tiempo de longitud variable; durante cada segmento se tomaron 50 lecturas. En estas pruebas se utilizaron los siguientes programas:

- 20 Para las pruebas de una hora: -5 minutos/ 5 minutos/ 5 minutos/ 5 minutos/ 10 minutos/ 10 minutos/ 10 minutos/ 10 minutos; para un total de una hora.
 Para dos pruebas de la hora: -5 minutos/ 5 minutos/ 10 minutos/ 20 minutos/ 20 minutos/ 20 minutos/ 20 minutos/ 20 minutos; para un total de dos horas.
 (En el primer segmento, -5 minutos fueron especificados de modo que el sensor rota a la velocidad especificada inmediatamente en lugar de elevar la velocidad en el segmento del tiempo).

25 Después de ajustar los parámetros del programa de Haake, el agua fue cargada a un agitador revestido de 500 ml mantenido a 25°C de un baño de agua circulante. El sensor fue bajado en el agitador a cerca de 0,6 -1,3 centímetros (6.35 mm - 12.7 mm) del fondo del agitador y levemente excéntrico localizado para evitar que el polvo seco se acumule en el eje del sensor. Se inició la rotación del sensor y el polímero se agregó rápidamente al vórtice. Entonces el sensor fue centrado en el agitador. El programa se llevó a cabo hasta el tiempo final prescrito.

- 30 Las cargas de la solución de la prueba fueron las siguientes:

	Muestra	% sólidos		Promedio	% humedad	
	Natrosol® 250 HHX-GF HEC	Ejemplo 3	98,35	98,3	98,325	1,68
	Natrosol® 250 HX-Pharm HEC	Ej. Comp. 4	96,52	96,63	96,575	3,43
	Natrosol® 250 HHX-Pharm HEC	Ej. Com. 5	96,03	96,21	96,12	3,88
	Natrosol® 250 HHX-Pharm HEC	Ej. Comp. 5	96,85	96,63	96,74	3,26
	Natrosol® 250 HHX-CS HEC	Ej. Comp. 1	91,31	95,48	95,395	4,61
-						
	Concentración 1,00%	13 A	13 B	13 C	13 D	13 E
	Agua Desionizada	395,932	395,858	395,839	395,865	395,807
	Ejemplo3	4,068				
	Ej. Comp. 4		4,142			
	Ej. Comp. 4			4,161		
	Ej. Comp. 5				4,135	
	Ej. Comp. 1					4,193
		400,00	400,00	400,00	400,00	400,00
-						
	Concentración 0,50%	13 F	13 G	13 H	13 I	13 J
	Agua Desionizada	397,966	397,929	397,919	397,933	397,903
	Ejemplo3	2,034				
	Ej. Comp. 4		2,071			
	Ej. Comp. 4			2,081		
	Ej. Comp. 5				2,067	
	Ej. Comp. 1					2,097
		400,00	400,00	400,00	400,00	400,00

Ejemplo 4 - Acondicionador Para Cabello;

Un ejemplo de un acondicionador para cabello se produjo usando HEC aglomerado descrito en los ejemplos anteriores.

5 Ingredientes:

HEC Aglomerado del Ejemplo 3
Ejemplo Comparativo 1
Ejemplo Comparativo 5
10 Alcohol Cetílico: Crodacol C95NF de Croda
Cloruro del potasio: VWR
Miristato de Isopropilo: Stepan IPM de Stepan
Conservador: Germaben II de ISP

15 Un acondicionador para cabello fue producido con las siguientes proporciones:

	187,5 g	agua desionizada
	2,50 g	HEC aglomerado del Ejemplo 3
	4,00 g	alcohol cetilico
20	1,00 g	cloruro de potasio
	4,00 g	miristato de isopropilo
	1,00 g	conservador

25 El HEC aglomerado del Ejemplo 3 se agregó en el vórtice del agua y mezclado hasta que estuvo disuelto completamente. Después, la solución fue calentada a 65°C en un baño de agua. El alcohol cetilico se agregó después y se mezcló hasta que estuvo mezclado homogéneamente. La solución entonces enfriada a 50°C y el cloruro del potasio se agregó durante el mezclado. Después, se agregó miristato de isopropilo a la solución y se mezcló hasta homogeneidad, produciendo un acondicionador.

30 El pH del acondicionador fue ajustado entre 5.25 a 5.5 con el ácido cítrico al 5% y/o la solución del hidróxido del sodio al 5%. Se observó que producto final del acondicionador estuviera liso y libre de cualquier gel. La viscosidad final del producto del acondicionador fue 9,600 CPS.

35 El producto del acondicionador del Ejemplo 4 se repitió substituyendo HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el Ejemplo Comparativo 5. Se observado que el producto comparativo final del acondicionador tenia pocos gel. La viscosidad comparativa final del producto del acondicionador no se midió debido a los geles.

40 El producto comparativo del acondicionador se repitió substituyendo HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el Ejemplo Comparativo 1, El acondicionador tenia pocos geles pequeños. La viscosidad comparativa final del producto del acondicionador fue 9,000 CPS.

Ejemplo 5 - Loción De Piel:

Un ejemplo de una loción de piel se produjo usando el HEC aglomerado descrito en los ejemplos anteriores.

45 Ingredientes:

Glicerina: Grado de USP de Spectrum
Estearato del glicol: Kessco® EGMS de Stepan
50 Ácido esteárico: Industrene® 5016 de Witco Corp
Aceite mineral: Drakeol® 7, Penreco
Lanolina Acetilada: Lipolan® 98, Lipo
Chemicals Alcohol cetilico: Crodacol® C95, Croda Inc
Trietanolamina; 99% Acros
55 HEC aglomerado del Ejemplo 3 (hidroxietilcelulosa -Natrosol® 250 HH-GF HEC, disponibles de Hercules Incorporated)
Ejemplo Comparativo 1
Ejemplo Comparativo 5
Conservador: Germaben® II de ISP Corp

60 Una loción de la piel fue producida con las proporciones siguientes:

		<u>Parte 1</u>
	156,5 g	agua desionizada
65	4,0 g	glicerina

		<u>Parte II</u>	
5	5,5 g		estearato del glicol
	5,0 g		ácido esteárico
	4,0 g		aceite mineral
	1,0 g		lanolina zcetilada
	0,5 g		alcohol cetílico
		<u>Parte III</u>	
10	20,0 g		agua desionizada
	1,00		Trietanolamina
		<u>Parte IV</u>	
15	1,0 g		HEC aglomerado del Ejemplo 3
		<u>Parte IV</u>	
	1,5g		conservador

Una loción de la piel fue producida usando el siguiente procedimiento: Los ingredientes de la parte II fueron mezclados en un agitador y calentados a 80°C. En un agitador separado, los ingredientes de la Parte I se mezclaron y fueron calentados a 80°C. Después, la mezcla de la parte I se agregó a la mezcla de la parte II mientras que se mezclaba. En un tercer agitador separado, los ingredientes de la parte III fueron mezclados y después agregados a la mezcla de la parte I y de II mientras que se mezclaban a 80°C. Después, el HEC aglomerado del Ejemplo 3 se agregó al vórtice de la mezcla que consistía en la parte I, II y III. Se continuó el mezclado durante aproximadamente 10 minutos y luego se dejó enfriar la mezcla a 40°C. Cuando la mezcla se enfrió a 40°C, el pH de la emulsión se ajustó de 6.0 a 6.5. Después, se agregó el conservador y se dejó que la mezcla se enfriara a más de la temperatura ambiente mientras que el mezclado dio como resultado una loción final para piel.

Se observó que la loción final de piel fuera uniforme y libre de gel. La viscosidad final de la loción para piel fue de 13400 CPS.

Para fines comparativos, el procedimiento para producir la loción de la piel del Ejemplo 5 se repitió substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 5. Inicialmente se presentaron algunos grumos cuando se agregó el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo a la mezcla que consiste de la Parte I, II y III y el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 5 se observó que tarda más tiempo en solubilizarse cuando se compara con HEC aglomerado del Ejemplo 3 del uso en la presente invención. La loción de piel comparativa resultante estaba libre de cualquier gel. La viscosidad final de la loción comparativa de la piel fue 18,600 CPS.

Para fines comparativos, el procedimiento para producir la loción de la piel del Ejemplo 5 se repitió otra vez substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 1, En la loción comparativa de la piel, se observó que una cantidad suficiente de calor fue esencial para disolver HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 1 que de alguna manera se requirió más tiempo de mezclado comparado con HEC aglomerado del Ejemplo 3. Se observó que la loción para piel comparativa resultante fuera uniforme. La viscosidad final de la loción de piel comparativa fue de 10,600 cps.

Ejemplo 6 - Champú Acondicionador

Un ejemplo de un champú acondicionador fue producido usando el HEC aglomerado descrito en los ejemplos anteriores.

Ingredientes:

Lauret Sulfato de Sodio 2EO (SLES): Texapon® N70NA de betaina de Cognis
 Cocoamidopropyl (CAPB): Velvetex® BA35 de Cognis
 Dietanolamida de ácido graso del coco: Comperlan® COD de Cognis
 HEC aglomerado del Ejemplo 3 (hidroxietilcelulosa -Natrosol® 250 HH-GF HEC, disponibles de Hercules Incorporated)
 Ejemplo Comparativo 1
 Ejemplo Comparativo 5
 Guar catiónico: N-Hance® 3205, guar catiónico de Aqualon
 Emulsión del silicón: Dow Corning 1784 de Dow Corning
 Conservador: Hidantoína de DMDM, Glydant® de Lonza

Un champú acondicionador se produjo con las siguientes proporciones:

65	146,36 g	de agua desionizada
	34,24 g	de Lauret sulfato de sodio sulfato 2EO (SLES)

	6,00 g	de Cocoamidopropil betaina (CAPB)
	4,00 g	de dietanolamida de ácido graso de coco
	2,00 g	de HEC aglomerado del Ejemplo 3
5	0,40 g	guar catiónico
	6,00 g	de emulsión del silicón
	1,00 g	de conservador

Un champú acondicionador se produjo usando el siguiente procedimiento: El guar catiónico se agregó al vórtice del agua. El guar catiónico fue mezclado por 30 minutos. Después, HEC aglomerado del Ejemplo 3 se agregó a la mezcla catiónica del guar y mezclado durante 30 minutos adicionales. Después, los ingredientes restantes de la lista
 10
 15
 20
 25
 30
 35
 40
 45
 50
 55
 60
 65

antecedida se agregaron a la mezcla en la orden enumerada. Entre cada adición subsecuente, la mezcla fue permitida mezclarse para hasta que aparecía ser homogénea. Un rato que se mezclaba más largo fue requerido después de la adición del lauret sulfato de sodio. El pH del champú acondicionador final fue ajustado de 5.0 a 5.5 con el ácido cítrico. Se observó que el champú acondicionador final fuera liso, opaco y libre de cualquier gel. El champú acondicionador final tenía una viscosidad de cerca de 8500 CPS.

Para fines comparativos, el procedimiento para producir el champú acondicionador del Ejemplo 6 se repitió substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 5. El champú acondicionador comparativo final tenía pocos geles grandes. La viscosidad del champú acondicionador comparativo final fue 15.800 cps.

Ejemplo 7 - Champú

Un ejemplo de un champú fue producido usando el HEC aglomerado descrito en los ejemplos anteriores. Ingredientes:

- Lauret Sulfato de Sodio 3EO (SLES): Steol® CS330 de Stepan
- Cocoamidopropil betaina (CAPB): Amphosol® CA de Stepan
- Lauroil Sarcosinato de Sodio: Crodasinic® LS-30 de Croda Corp
- HEC aglomerado del Ejemplo 3 (hidroxietilcelulosa -HEC 250 HH-GF Natrosol®, disponible de Hercules Incorporated)
- Ejemplo Comparativo 1
- Ejemplo Comparativo 5
- Conservador: Kathon® CG de Rohm & Haas

Un champú fue producido con las siguientes proporciones:

	126,06 g	de agua desionizada
45	39,20 g	de lauret sulfato de sodio 3EO (SLES)
	13,34 g	de Cocoamidopropil betaina (CAPB)
	19,20 g	de lauroil sarcosinate de sodio
	2,00 g	de HEC aglomerado del Ejemplo 3
50	00,20 g	de conservador

Un champú fue producido usando el siguiente procedimiento: Los ingredientes se agregaron en el orden enumerado al vórtice del agua. Después de cada adición, la solución fue mezclada hasta el mezclado homogéneo de los ingredientes. El champú final fue liso, ligeramente nebuloso y libre de cualquier gel. La viscosidad final del champú fue de aproximadamente 6.000 CPS.

Para fines comparativos, el procedimiento para producir el champú del Ejemplo 7 se repitió substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 5. El HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 5 tomó un tiempo mayor para disolverse que el HEC aglomerado del Ejemplo 3 observando algunos grumos inicialmente. El champú comparativo final fue liso, levemente nebuloso y libre de cualquier gel. La viscosidad final del champú comparativo fue de aproximadamente 6.000 CPS.

Para fines comparativos, se repitió de nuevo el procedimiento para producir el champú del Ejemplo 7 substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 1, El HEC tratado con glioxal del ejemplo comparativo 1 no se disolvió inicialmente como el HEC aglomerado del Ejemplo 3. Se observó que el champú comparativo final fue levemente granuloso en textura, levemente nebuloso y libre de cualquier gel. La viscosidad final del champú comparativo fue de aproximadamente 5,900 CPS.

Ejemplo 8 - Jabón Líquido Para Cuerpo

Un ejemplo de un jabón líquido para cuerpo fue producido usando el HEC aglomerado descrito en los ejemplos precedentes.

5 Ingredientes:

HEC aglomerado del Ejemplo 3 (hidroxietilcelulosa hidroxietílica - HEC 250 HH-GF Natrosol®, disponible de Hercules Incorporated)

10 Ejemplo Comparativo 1
Ejemplo Comparativo 5

Laureth sulfato de sodio (SLES): Steol® CS330 de Stepan

Cocoamidopropil betaina (CAPB): Amphosol® CA de Stepan

Guar catiónico: AquaCat® CG disponible de Hercules Incorporated

15 Gluceth metílico 20: Glucam® E20 de Noveon

Conservador: Glydant® de Lonza

Un jabón líquido para cuerpo se produjo con las siguientes proporciones:

20	102,00 g	de agua desionizada
	2,00 g	de HEC aglomerado del Ejemplo 3
	84,00 g	de lauret sulfato de sodio (SLES)
	6,00 g	de Cocoamidopropil betaina (CAPB)
	4,0 g	de guar catiónico
25	1,0 g	de Gluceth metílico 20
	1,00 g	Conservador

30 Se produjo un jabón líquido para cuerpo usando el siguiente procedimiento: El HEC aglomerado del Ejemplo 3 se agregó al vórtice del agua creado por el agitador. Después, los ingredientes restantes se agregaron en el orden enumerado antes al vórtice de la solución permitiendo el tiempo para el mezclado homogéneo entre cada adición subsecuente. El pH del lavado corporal final se ajustó de 5.0 a 6.0 con el ácido cítrico. Se observó que el Lavado Corporal fuera uniforme, levemente nebuloso y libre de cualquier gel. La viscosidad final del jabón líquido para cuerpo fue de aproximadamente de 6,200 CPS.

35 Para fines comparativos, el procedimiento para producir la jabón líquido para cuerpo del Ejemplo 8 se repitió substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 5. El HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 5 inicialmente no se disolvió completamente. Se observó que el lavado corporal final comparativo fuera uniforme, levemente nebuloso y libre de cualquier gel. La viscosidad del Jabón líquido para cuerpo comparativo final fue de aproximadamente 6,800 CPS.

40 Para fines comparativos, el procedimiento para producir la jabón líquido para cuerpo del Ejemplo 8 se repitió de nuevo substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioxal del Ejemplo Comparativo 1, El HEC tratado con glioxal del ejemplo comparativo 1 no se disuelve inicialmente como el HEC aglomerado del Ejemplo 3. Se observó que el Lavado Corporal comparativo final fuera ligeramente granuloso, levemente nebuloso y libre de cualquier gel. La viscosidad del Jabón líquido para cuerpo comparativo final fue de aproximadamente de 5,000 CPS.

Ejemplo 9 - Champú (Con La Adición Posterior De Hec)

50 Un ejemplo de un champú fue producido usando el HEC aglomerado descrito en los ejemplos precedentes. Este ejemplo fue producido para determinarse si el HEC aglomerado de la presente invención permitiría que la adición posterior de HEC en el champú formara un producto estable.

Ingredientes:

55 HEC aglomerado del Ejemplo 3 (hidroxietilcelulosa - HEC 250 HH-GF Natrosol®, disponible de Hercules incorporated)

Ejemplo Comparativo 1

Ejemplo Comparativo 5

Lauret Sulfato de Sodio (SLES): Steol® CS330 de Stepan

Cocoamidopropil betaina (CAPB): Amphosol® CA de Stepan

60 Guar catiónico: Guar CG AquaCat® de Hercules Incorporated

Gluceth metílico 20: Glucam® E20 Noveon

Conservador: Glydant®, Lonza

Se produjo un champú con las siguientes proporciones:

65

5	102,00	de Agua desionizada
	84,00 g	de Lauret sulfato de sodio (SLES)
	6,00 g	de Cocoamidopropil betaina (CAPB)
	4,0 g	de guar catiónico
	1,0 g	de Gluceth metílico 20
	2,00 g	de HEC aglomerado del Ejemplo 3
	1,00 g	de conservador

10 Los ingredientes se agregaron en el orden enumerado al vórtice del agua creado por el agitador dando un tiempo para el mezclado homogéneo entre cada adición. El pH del champú final fue ajustado de 5.0 a 6.0 con el ácido cítrico. Se observó que el champú final es uniforme, levemente nebuloso y libre de cualquier gel. La viscosidad del champú final era cerca de 6.100 CPS.

15 Para fines comparativos, el procedimiento para producir el champú del Ejemplo 9 se repitió substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado glioaxal del Ejemplo Comparativo 5. El HEC tratado glioaxal del Ejemplo Comparativo 5 no disolvió completamente. El champú comparativo final tenía capa del gel. La viscosidad del champú comparativo final era cerca de 7,200 CPS.

20 Para fines comparativos, el procedimiento para producir el champú del Ejemplo 9 se repitió otra vez substituyendo el HEC aglomerado del Ejemplo 3 por el HEC tratado con glioaxal del Ejemplo Comparativo 1, El HEC tratado con glioaxal del Ejemplo Comparativo 1 no disolvió. El champú comparativo final tenía una capa del gel. La viscosidad del champú comparativo final *no* se midió debido a la capa del gel.

25 Este ejemplo demuestra que el HEC aglomerado del Ejemplo 3 se puede agregar en un champú para hacer un producto estable del champú mientras que el HECs tratado con glioaxal Comparativo de los Ejemplos Comparativos 1 y 5 no da lugar a productos estables del champú cuando se agrega posteriormente a un producto del champú.

Ejemplo 10 - Limpiador De Pisos

30 Un ejemplo de un limpiador del piso fue producido usando HEC aglomerado descrito en los ejemplos precedentes. Ingredientes:

- Aceite de soya, éster metílico: Steposol® SB-W de Stepan
- D-limoneno: Chemical Co. Florida
- 35 Alcanolamida graso: Ninol® 11-CM de Stepan
- Trietanol Amina: Arcos
- Propilenglicol
- HEC aglomerado del Ejemplo 3 (hidroxietilcelulosa hidroxietilica - Natrosol® 250 HH-GF
- HEC, disponibles de Hercules Incorporated)
- 40 Conservador: Hydantoina de DMDM, Glydant® de Lonza

Un limpiador del piso se produjo con las siguientes proporciones:

45		<u>Parte I</u>
	7,95 g	de aceite de soya, éster metílico
	1,98 g	D-limoneno
	68,41 g	Alcanomida grasa
	3,42 g	de Trietanol amina
50	6,08 g	de agua desionizada
	6,08 g	de propilenglicol
		<u>Parte II</u>
	238,80 g	de agua desionizada
55	1,50 g	de HEC aglomerado del Ejemplo 3
	1,20 g	de conservador
		<u>Parte III</u>
	60,00 g	parte I
60	241,5 g	parte II

Un limpiador de pisos se produjo usando el siguiente procedimiento: Los ingredientes de la parte I se combinaron en el orden enumerado antes y se mezcló cerca de 10 minutos entre cada adición.

65 Entonces el agua desionizada se agregó muy lentamente a la mezcla y se permitió que la mezcla se mezclara alrededor de una hora. La velocidad de mezclado se ajustó asegurar para el completo mezclado de los ingredientes. Finalmente, se agregó propilenglicol y la mezcla resultante fue mezclada durante aproximadamente 30 minutos,

hasta que pareció ser homogénea. Esto dio lugar a un concentrado del limpiador de pisos de la parte I.

Para producir la parte II, el HEC aglomerado del Ejemplo 3 se agregó mientras que mezclaba el agua desionizada. La solución fue mezclada por cerca de 15 minutos y entonces se agregó Hidantoina DMDM de conservador a la solución. Esta mezcla se mezcló durante aproximadamente 5 minutos.

Parte III (Parte Combinada 1 y Parte 2). El concentrado del limpiador de pisos (Parte I) se agregó al HEC aglomerado de la solución del Ejemplo 3 (Parte II). La solución se mezcló durante aproximadamente 15 minutos para producir el limpiador final de pisos.

La viscosidad final del limpiador de pisos fue 4760 cps y su pH fue de 9.16. El limpiador de pisos terminado tuvo color amarillo claro.

Un ejemplo de control del limpiador de pisos del Ejemplo 10 fue producido sin la adición del HEC aglomerado del Ejemplo 3. Este limpiador de pisos comparativo tuvo una viscosidad solamente de 350 cps.

Ejemplo 11 - Líquido Lava Vajillas

Se produjo un ejemplo de un líquido lava vajillas usando el HEC aglomerado descrito en los ejemplos precedentes. Ingredientes:

HEC aglomerado del Ejemplo 3 (hidroxietilcelulosa -HEC250 HH-GF Natrosol®, disponibles de Hercules Incorporated)
 Lauret Sulfato de Amonio Steol® CA460 de Stepan
 Ester alfasulfometilido de sodio de C12-18 (y) Sal de Acido graso de alfasulfo de disocio de C12: Alpha-Step MC-48 de Stepan
 Cocoamidopropil betaina (CAPB): Amphosol CG de Stepan
 Óxido de Lauramina: Ammonyx® de Stepan
 Etanol
 Conservador: Hydantoin de DMDM, Glydant® de Lonza

Se produjo un líquido lava vajillas con las siguientes proporciones:

159,94 g	de agua desionizada
0,32 g	HEC aglomerado del Ejemplo 3
0,81 g	de Conservador
80,85 g	de Lauret Sulfato de Amonio (Steol CA460, Stepan)
26,10 g	de éster metílico C12-18 del alphasulfo de sodio (y) Sal del ácido graso de Alphasulfo Disodio C12-18
12,99 g	de Cocamidopropil betaina (CAPB)
12,99 g	de Óxido de Lauramine
6,00 g	de etanol

Un líquido lava vajillas fue producido usando el siguiente procedimiento. El HEC aglomerado del Ejemplo 3 se agregó al agua desionizada mientras que se mezclaba. Esta solución se dejó mezclar durante aproximadamente 15 minutos. Después, se agregó hidantoina de DMDM a la solución y esta solución se dejó mezclar durante aproximadamente 5 minutos adicionales. El resto de ingredientes en el orden en que aparecen en la lista anterior con agitación continua. Después de cada adición de ingredientes, la solución resultante se dejó mezclar durante aproximadamente 10 minutos o hasta que estaba homogénea, antes de la adición del siguiente ingrediente. Al terminar, el pH del líquido lava vajillas final se ajustó con ácido cítrico a 7.6.

El líquido lava vajillas final tuvo una viscosidad de 99 CPS. Su pH fue 7.55 y tuvo un aspecto claro.

Un ejemplo del control del líquido lava vajillas del ejemplo 11 fue producido sin la adición del HEC aglomerado del ejemplo 3. Este material de Líquido lava Vajillas comparativo tuvo una viscosidad únicamente de 30 cps y tuvo una apariencia transparente.

Mientras que se ha descrito la invención, tratado, ilustrado y demostrado en varios términos de las ciertas modalidades o modificaciones que se ha supuesto en la práctica, no se piensa que el alcance de la invención sea, ni se considera que sea, limitado a los mismos y dichas otras modificaciones o modalidades como se puede sugerir por las enseñanzas presente se reservan particularmente especialmente dado que están dentro de la amplitud y alcance de las reivindicaciones anexas.

REIVINDICACIONES

1. Un producto de consumo que comprende:
- 5 a) una composición aglomerada de hidroxietilcelulosa,
 b) un material del ingrediente activo del producto de consumo y
 c) agua,
- 10 en donde la composición aglomerada de hidroxietilcelulosa comprende
- (i) una hidroxietilcelulosa en partículas y
 (ii) una hidroxietilcelulosa,
- 15 en donde la hidroxietilcelulosa (ii) tiene un peso molecular más bajo que la hidroxietilcelulosa particulada (i),
 en donde la hidroxietilcelulosa (ii) muestra una viscosidad en una solución acuosa del 2% de menos de 350 mPa·s
 y donde el producto de consumo se selecciona del grupo que consiste en composiciones farmacéuticas, para el
 cuidado personal (excluyendo composiciones para el cuidado oral) y aplicaciones para el cuidado doméstico
- 20 2. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde la hidroxietilcelulosa (ii) muestra una viscosidad en una
 solución acuosa del 2% de 15 mPa·s
3. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde el producto de consumo comprende un acondicionador
 para cabello.
- 25 4. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde el producto de consumo comprende una loción para la
 piel
5. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde el producto de consumo comprende un champú.
- 30 6. El producto de consumo de la reivindicación 5, en donde el producto de consumo comprende un champú
 acondicionador.
7. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde el producto de consumo comprende un jabón líquido
 para cuerpo.
- 35 8. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde el producto de consumo comprende un limpiador de
 pisos.
9. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde el producto de consumo comprende un líquido lava
 vajillas.
- 40 10. El producto de consumo de la reivindicación 1, en donde la composición aglomerada de hidroxietilcelulosa tiene
 un rango de tamaño de partícula de 400-800 micras.

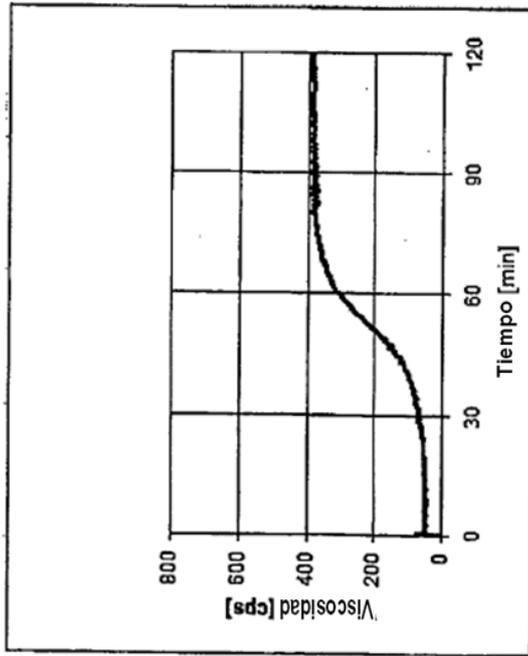
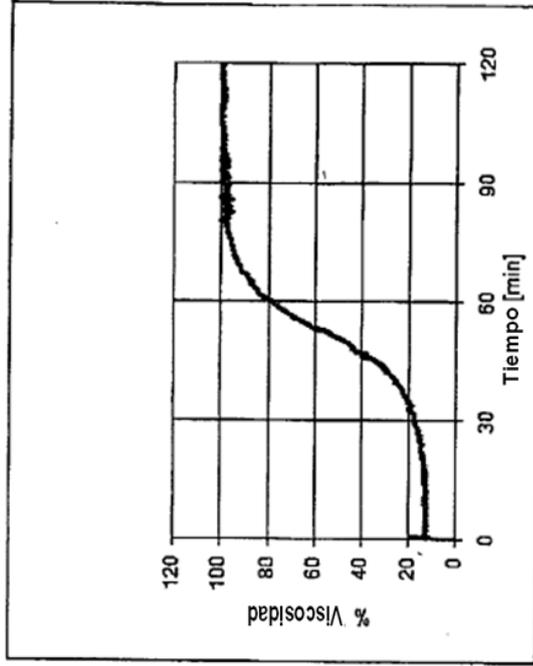


Figura 1

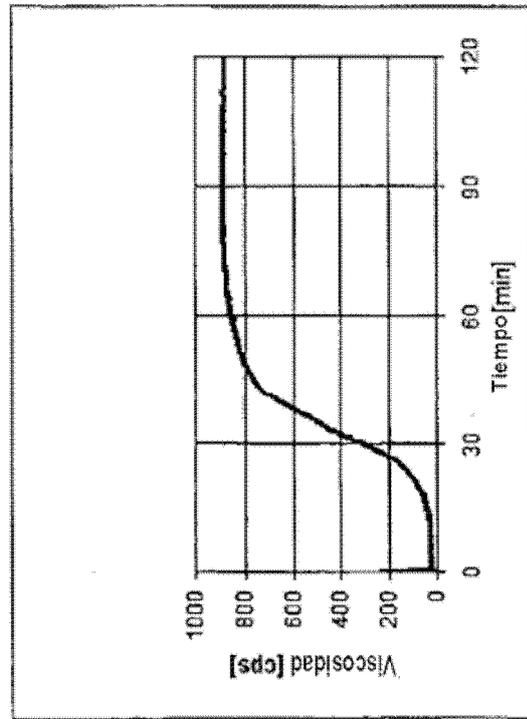
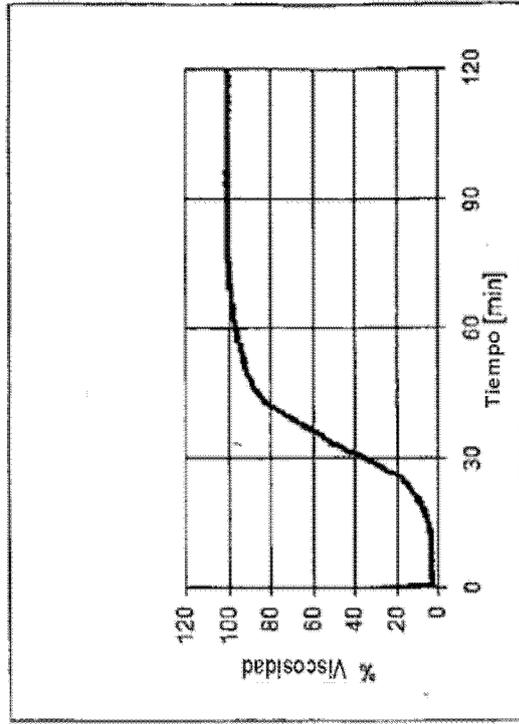


Figura 2

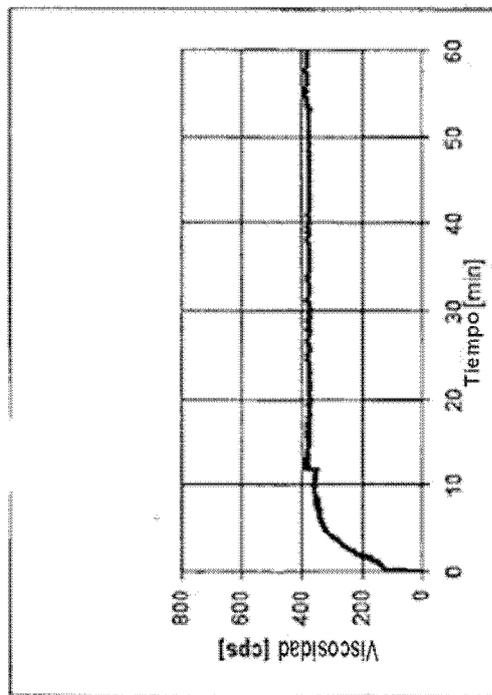
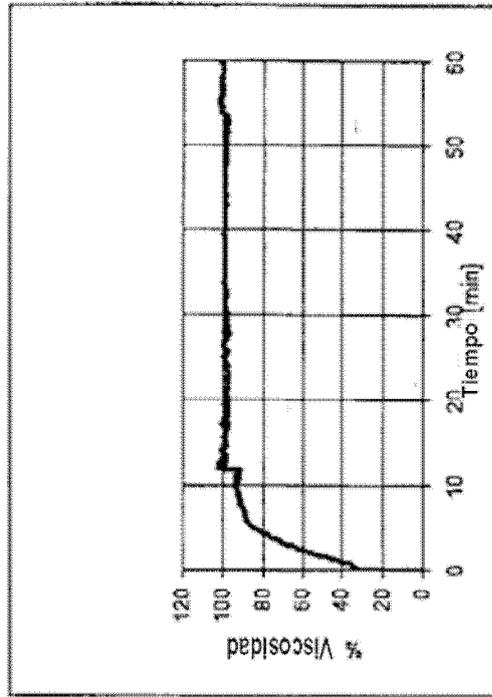


Figura 3

Figura 4

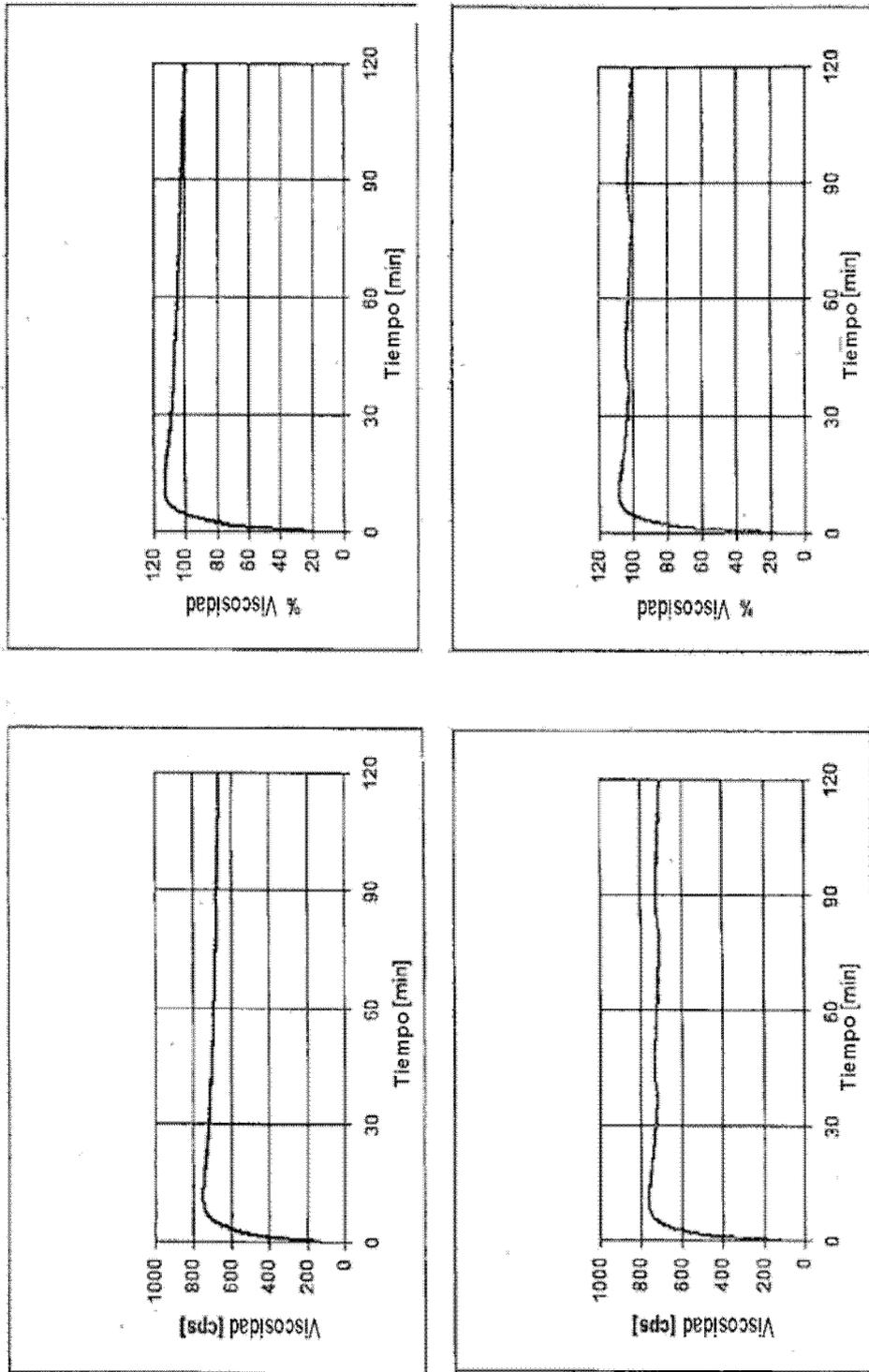


Figura 5

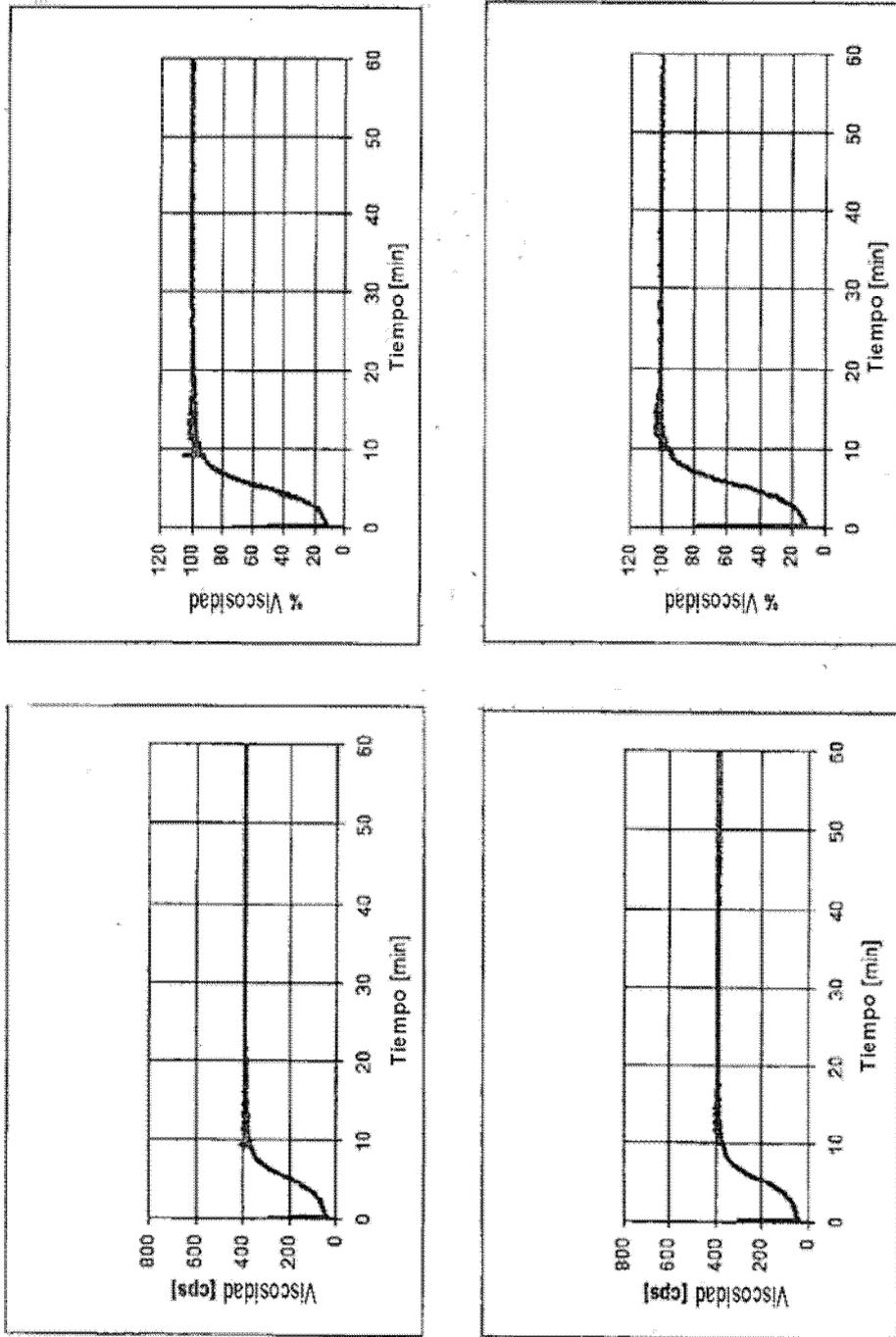


Figura 6

