

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 176**

51 Int. Cl.:

A61Q 5/12 (2006.01)

A61K 8/73 (2006.01)

A61Q 5/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.11.2013 PCT/EP2013/074279**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.02.2014 WO14027120**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.11.2013 E 13807946 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2019 EP 3041585**

54 Título: **Composiciones para el cuidado cosmético y del hogar**

30 Prioridad:

04.09.2013 IT VA20130048

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

30.10.2019

73 Titular/es:

**LAMBERTI SPA (100.0%)
Ufficio Brevetti via Piave 18
21041 Albizzate (VA), IT**

72 Inventor/es:

**LANGELLA, VALENTINA;
RICCABONI, MAURO;
BIASOTTI, BARBARA;
FUMAGALLI, CHIARA;
FLORIDI, GIOVANNI y
LI BASSI, GIUSEPPE**

74 Agente/Representante:

MARTÍN SANTOS, Victoria Sofia

ES 2 729 176 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

Composiciones para el cuidado cosmético y del hogar

5

La presente invención se refiere a composiciones para el cuidado personal y a composiciones para el cuidado del hogar que comprenden un galactomanano catiónico o un xiloglucano catiónico que tiene un grado de sustitución catiónico comprendido entre 0,01 y 3, libre de cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetil-amonio y libre de (cloruro de 2,3-epoxipropil) trimetil amonio.

10

El procedimiento para la preparación del galactomanano o xiloglucano catiónico comprende la reacción de un galactomanano o xiloglucano con cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetil-amonio o cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio y una etapa posterior en la que el agente catiónico sin reaccionar, conocido por ocasionar preocupación toxicológica, se convierte en el ingrediente no nocivo, beneficioso y aceptado cosméticamente (2,3-dihidroxiopropil) trimetil amonio cloruro.

15

Este procedimiento proporciona un acondicionador y un modificador reológico que comprende i) de 60 a 90% en peso de un galactomanano catiónico, o un xiloglucano catiónico, que tiene un grado de sustitución catiónico entre 0,01 y 3, ii) de 1% a 10% en peso de (cloruro de 2,3-dihidroxiopropil) trimetil amonio, iii) menos del 0,15% en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetilamonio y iv) de 2 a 15% en peso de cenizas determinadas a 650°C.

20

25 CAMPO DE LA INVENCION

Los polisacáridos catiónicos son derivados de orígenes naturales que se usan comúnmente como aditivos industriales, debido a su propiedad de acondicionamiento (es decir, mejoran las características sensoriales del sustrato al que se aplican, generalmente papel, piel, cabello o tejido).

30

Esta característica los hace industrialmente útiles para la preparación de champús y acondicionadores para el cabello, cremas y detergentes para el cuidado personal o del hogar y para los suavizantes que confieren un toque suave y propiedades antiestáticas a las telas (véase como ejemplo "*Conditioning Agents for Hair & Skin*" [*Agentes acondicionadores para el cabello y la piel*], Ed. R. Schueller and P. Romanowski, Marcel Dekker Inc, NY, 1999). Además de su poder acondicionador, la capacidad de estos polisacáridos para espesar y regular la reología de las soluciones en las que se disuelven también es útil a nivel industrial. En particular, entre los polisacáridos catiónicos, los derivados catiónicos de la goma guar y la goma cassia (que son ambos galactomananos) han mostrado resultados óptimos para mejorar la capacidad de peinado en seco y húmedo del cabello lavado con champú formulado con tales productos.

35

40

Durante los últimos años, se ha prestado especial atención a la toxicidad de las materias primas utilizadas para la fabricación de productos cosméticos. El Reglamento 1223/2009 de la UE que sustituyó a la Directiva 76/768 / CEE de la CE desde el 11 de julio de 2013, limita o prohíbe la presencia de ciertas sustancias como ingredientes cosméticos con el objetivo de salvaguardar la salud del consumidor.

45

En particular, el Reglamento mencionado en el Artículo 15 prohíbe el uso de las sustancias clasificadas como CMR de las categorías 1A, 1B o 2 de la Parte 3 del Anexo VI del Reglamento (CE) n°. 1272/2008 sobre productos cosméticos.

50

La síntesis de derivados catiónicos industrialmente útiles de polisacáridos, generalmente requiere la reacción del cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio o cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetil-amonio en presencia de catalizadores alcalinos (como el hidróxido de sodio) con los grupos hidroxilo del polisacárido. La reacción se realiza generalmente en presencia de agua o mezclas de agua y solventes, con rendimientos que oscilan entre el 40% y el 90%, dando como resultado una mezcla de polisacárido catiónico, agente de cationización sin reaccionar y algo de (2,3-dihidroxiopropil) trimetilo cloruro de amonio procedente de la hidrólisis del agente de cationización.

55

El reactivo (2,3-epoxipropil) trimetil amonio se clasifica como una sustancia cancerígena CMR 1B; el reactivo (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetil amonio cloruro, incluso siendo menos tóxico que el epóxido correspondiente, se clasifica como CMR 2.

60

Por lo tanto, deben evitarse los residuos de reactivos sin reaccionar y los polisacáridos catiónicos para el uso en formulaciones cosméticas o en formulaciones que entran en contacto directo con la piel, como las composiciones para el cuidado en el hogar, generalmente se purifican, generalmente con agua y/o disolventes, para eliminar los subproductos de reacción y los residuos de las materias primas sin reaccionar. Esta purificación aumenta los costos de producción y tiene varios problemas tecnológicos

65

relacionados con la necesidad de agregar una etapa más a la síntesis y de administrar una gran cantidad de aguas residuales y/o reciclar el solvente. Por lo tanto, todavía existe la necesidad de proporcionar un polisacárido catiónico que esté desprovisto de reactivos tóxicos sin reaccionar y que no requiera etapas adicionales de purificación.

5

ESTADO DE LA TÉCNICA

10 Los derivados catiónicos de guar son conocidos desde principios de los años 70, citándose su uso en la producción de papel impermeable (patente US 3,589,978); los derivados catiónicos de la cassia para usos industriales se preparaban a principios de los años 80 (patente FR 2513265).

15 Los primeros usos de los derivados catiónicos de guar en cosméticos se remontan a 1977, cuando se usó un derivado catiónico de guar en la preparación del llamado champú "dos en uno", con características de acondicionamiento del cabello además del poder detergente normal (US 4,061,602).

20 Los derivados catiónicos de galactomananos utilizados en cosmética son conocidos, por ejemplo, con los nombres INCI de: Hidroxipropil Guar Cloruro de hidroxipropiltrio (químicamente, es goma de guar, 2-hidroxipropil 2-hidroxi-3- (trimetilamonio) propilcloruro de cloruro); cloruro de hidroxipropiltrio guar (químicamente, es goma guar, 2-hidroxi-3- (trimetilamonio) propil éter, cloruro); Caesalpinia Spinosa cloruro de hidroxipropiltrimonio (químicamente, es la goma de tara, 2-hidroxi-3- (trimetilamonio) propil éter, cloruro); cloruro de hidroxipropiltrimonio de Cassia; cloruro de hidroxipropiltrimonio de algarrobo; cloruro de hidroxipropiltrimonio de Trigonella Foenum-Graecum. La mayoría de las patentes que describen la
25 síntesis de los derivados catiónicos citados anteriormente, ignoran la posible presencia de impurezas en el producto final o sugieren eliminarlas lavando con agua y/o con solventes.

30 De acuerdo a lo descrito en la patente anterior US 3,589,978, la reacción de cationización se puede llevar a cabo en un disolvente tal como isopropanol, metanol, etanol y terc-butanol; en el ejemplo A de la misma patente, al final de la reacción y después de la neutralización del exceso de álcali, el producto se seca, se muele y se lava con metanol, que es en sí mismo un producto tóxico, en un intento por eliminar el reactivo cuaternario sin reaccionar.

35 En la patente US 4,031,307 se describe la preparación de derivados catiónicos de guar en un sistema bifásico; después de la reacción, el producto obtenido se separa por centrifugación o filtración y, preferiblemente, se purifica por medio de una primera etapa de lavado con la mezcla de agua y solvente usada en la síntesis, y con una segunda etapa de lavado con una forma más anhidra del mismo solvente.

40 En la patente US 2001/0051143, la preparación de derivados de guar catiónicos comprende al final de la reacción una primera etapa de lavado con isopropanol acuoso al 85% en peso y una segunda etapa de lavado con isopropanol puro; en la patente US 2001/0051140 la preparación de derivados catiónicos de guar que comprende, al final de la reacción, dos etapas de lavado con isopropanolis acuosa descrita al 85% en peso.

45 Los derivados catiónicos de la cassia para el hogar y la aplicación de cuidado personal se prevén, por ejemplo, en las patentes US 7,262,157 y US 7,759,296.

50 En su síntesis, el método de funcionalización según US 4,753,659 y US 5,733,854 que se divulga en estas patentes no dice nada sobre la presencia de impurezas derivadas de los reactivos de cationización.

En la patente US 7,759,296 la preparación detallada de la cassia catiónica para la aplicación de fijador del
cabello se presenta en el ejemplo 1; después de la reacción con cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio, el producto se lava con isopropanol.

55 Las patentes EP 1739095 y EP 1630176 describen la preparación de derivados catiónicos de galactomananos a partir de goma de tara (de semillas de caesalpinia spinosa), goma de algarrobo (de semillas de ceratonia siliqua) y goma de fenogreco (de semillas de trigonelle foenum-graecum, y su uso en aplicaciones de cuidado personal). Éstas no dicen nada sobre la presencia de impurezas y, en los ejemplos, los derivados catiónicos después de la preparación se disolvieron y luego se precipitaron utilizando metanol.

60

En la patente EP 2089435 la eliminación del reactivo tóxico de la mezcla de reacción se realiza mediante lavados con agua o disolvente.

65 Las patentes WO 2008/058768, EP 2 343 322 y US 2010/093584 también se refieren a galactomananos catiónicos que se purifican por etapas de lavado que consumen tiempo y energía y que eliminan el cloruro de impureza (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetilamonio. Durante la purificación, también se elimina el cloruro de (2,3-hidroxipropil) trimetil-amonio.

Ninguna de las publicaciones de patentes citadas anteriormente describe una etapa en la que el agente de cationización residual se convierte en un ingrediente cosméticamente aceptable.

- 5 Muchos derivados de guar catiónicos que se encuentran actualmente en el mercado, se purifican por reticulación con boratos y se lavan solo con agua, como se describe, por ejemplo, en la patente CA 2,023,324; pero los derivados de guar catiónicos así obtenidos contienen pequeñas cantidades de boro (guares borados).
- 10 El objetivo de la reticulación con ácido bórico o cualquier otro reticulante es formar enlaces entre las cadenas de polisacáridos, que hacen que el producto sea insoluble en agua y, por lo tanto, lavable.

Como alternativa al bórax, se han desarrollado otros agentes de reticulación, como las sales de glioxal y titanio.

- 15 Desafortunadamente, todos estos procedimientos de purificación involucran grandes cantidades de agua y solventes, y en algunos casos, el uso de sustancias tóxicas como los derivados del bórax.

- 20 Además, es realmente difícil, casi imposible, purificar industrialmente lavando polisacáridos catiónicos con un alto grado de sustitución, por ejemplo, superior a 0,4, o derivados catiónicos que han sido despolimerizados, debido a su solubilidad relativamente más alta.

- 25 La solicitante ha encontrado ahora un procedimiento para la preparación de galactomananos y xiloglucanos catiónicos que comprende un segundo tratamiento alcalino adicional, que tiene lugar después de la reacción con cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio, o con cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil amonio, y convierte los reactivos residuales sin reaccionar en el ingrediente (2,3-dihidroxipropil) trimetilamonio no nocivo, beneficioso y cosméticamente aceptado.

- 30 postratamiento alcalino permite evitar las etapas de lavado y produce galactomananos y xiloglucanos catiónicos que son solubles a todos los pH y libres de contaminantes tóxicos que comprometerían las características toxicológicas de las formulaciones cosméticas en las que se utilizan como ingrediente.

- 35 Además, a pesar de lo que se reporta en la literatura científica, por ejemplo, en *Starch/Stärke* 33 (1981) Nr. 9, S. 310-312, la adición de un segundo tratamiento alcalino después de la cationización no afecta negativamente la eficiencia de la reacción y el grado de sustitución catiónica, que se mantienen en el nivel más alto.

- 40 En una realización preferente de esta invención, también es posible usar el postratamiento alcalino para disminuir la viscosidad del producto final, sin la necesidad de añadir una etapa de despolimerización adicional.

- 45 Un proceso para la preparación de guar catiónico que incluye una etapa de purificación con un álcali después de la síntesis se ha descrito genéricamente en la patente WO 2001/097761. De acuerdo con esta solicitud de patente, la cantidad de álcali que se usa totalmente en todo el proceso puede variar de aproximadamente 10 a 100% en peso, basado en el peso del galactomanano.

- 50 No se dice nada más sobre este tratamiento posterior a la derivación, cuánto y cuándo se agrega el álcali, las condiciones del tratamiento y la influencia de este tratamiento sobre las impurezas, sobre el grado de sustitución y sobre la viscosidad final del guar catiónico. Además, en el ejemplo I, después del tratamiento con hidróxido de sodio y la posterior neutralización, la capa catiónica se purifica mediante lavados con solventes, como es habitual.

- 55 Con las expresiones "galactomanano catiónico" o "xiloglucano catiónico" en el presente texto nos referimos a los cloruros del 2-hidroxi-3- (trimetilamonio) propil éter de un galactomanano o de un xiloglucano, (que también se conocen como los cloruros del 2-hidroxi-3- (trimetilamonio) propil éter del galactomanano o xiloglucano, que posiblemente tenga otros sustituyentes.

- 60 En el presente texto, con la expresión "grado de sustitución catiónico", (DS_{cat} por sus siglas en inglés de "*cationic degree of substitution*") nos referimos al número promedio de grupos hidroxilo sustituidos con un grupo catiónico en cada unidad anhidroglicosídica del polisacárido determinada por medio de 1H -RMN.

- 65 Con la expresión "sustitución molar de hidroxialquilo" (MS por sus siglas en inglés de "*hydroxyalkyl molar substitution*"), nos referimos al número promedio de sustituyentes de hidroxialquilo en cada unidad anhidroglicosídica del polisacárido medido por medio de 1H -RMN.

Con la expresión "grado de sustitución hidrófobo" (DS_H por sus siglas en inglés de "*hydrophobic degree of substitution*"), nos referimos al número promedio de sustituyentes hidrófobos en cada unidad

anhidroglicosídica del polisacárido medido por medio de cromatografía de gases.

5 Con la expresión "grado de sustitución carboxialquilo" (DS_{AN} por sus siglas en inglés de "*carboxyalkyl degree of substitution*"), nos referimos al número promedio de grupos hidroxilo sustituidos con un grupo carboxialquilo en cada unidad anhidroglicosídica del polisacárido medido por medio de la titulación.

10 Con las expresiones "composiciones cosméticas" o "composiciones para el cuidado personal" nos referimos a las composiciones normalmente utilizadas para el cuidado personal, como productos para el cuidado del cabello, productos para el cuidado de la piel y composiciones para el cuidado bucal.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

15 Por lo tanto, es un objeto fundamental de la presente invención una composición para el cuidado personal y una composición para el cuidado del hogar que comprende un galactomanano catiónico o xiloglucano catiónico que tiene un grado de sustitución catiónico comprendido entre 0,01 y 3 que se prepara con el siguiente procedimiento:

20 a) se hacen reaccionar 100 partes en peso de galactomanano o xiloglucano con 1 a 600 partes en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil-amonio o de cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio y con de 0,4 a 200 partes en peso de sodio hidróxido (o cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino) en 5 a 500 partes de agua o en una mezcla de agua / alcohol que contenga de 20 a 100% en peso de agua, durante 1 a 4 horas a una temperatura de 40°C a 80°C, antes de la etapa b) tenga lugar;

25 b) se agregan de 0,1 a 400 partes en peso de hidróxido de sodio (o una cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino) a la mezcla obtenida y la mezcla se agita de 10 a 300 minutos, preferiblemente de 60 a 150 minutos, a una temperatura comprendida entre 30°C y 90°C, preferiblemente entre 45°C y 80°C;

c) opcionalmente, el pH de la mezcla se corrige con un ácido;

30 d) la mezcla obtenida de la etapa b) o c) directamente se seca y se muele.

35 Otro objeto de la presente invención es un procedimiento para la preparación de un galactomanano catiónico o un xiloglucano catiónico que tiene un grado de sustitución catiónico comprendido entre 0,01 y 3 que comprende las siguientes etapas:

40 a) se hacen reaccionar 100 partes en peso de galactomanano o xiloglucano con 1 a 600 partes en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil-amonio o de cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio y con de 0,4 a 200 partes en peso de sodio hidróxido (o una cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino) en 5 a 500 partes de agua o de una mezcla de agua / alcohol que contenga de 20 a 100% en peso de agua, durante 1 a 4 horas a una temperatura de 40°C a 80°C, antes de que tenga lugar la etapa b);

45 b) se añaden de 0,1 a 400 partes en peso de hidróxido de sodio (o una cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino) a la mezcla obtenida y la mezcla se agita de 10 a 300 minutos, preferiblemente de 60 a 150 minutos, a una temperatura comprendida entre 30°C y 90°C, preferiblemente entre 45°C y 80°C;

c) opcionalmente, el pH de la mezcla se corrige con un ácido;

50 d) la mezcla obtenida de la etapa b) o c) directamente se seca y se muele.

55 El procedimiento descrito anteriormente para la preparación de un galactomanano catiónico o un xiloglucano catiónico proporciona un acondicionador y un modificador de la reología, útil como ingrediente de composiciones para el cuidado personal y composiciones para el cuidado del hogar, que comprende i) de 60 a 90% en peso de un galactomanano catiónico, o un xiloglucano catiónico, con un grado de sustitución catiónico entre 0,01 y 3, preferiblemente entre 0,05 y 0,7 ii) de 1% a 10% en peso de cloruro de (2,3-dihidroxipropil) trimetil amonio, iii) menos de 0,15% en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio y iv) de 2 a 15% en peso de cenizas determinadas a 650°C, que es un objeto adicional de la presente invención.

60 Otros objetos adicionales de la presente invención son composiciones para el cuidado personal y composiciones para el cuidado en del hogar, preferiblemente composiciones para el cuidado personal, que

comprenden el acondicionador y el modificador de la reología descritos anteriormente.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

- 5
- De acuerdo con una realización preferente de la presente invención, en la etapa a) del procedimiento para la preparación del galactomanano o xiloglucano catiónico, se añaden de 1 a 600 partes en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio y de 0,4 a 200 partes en peso de hidróxido de sodio;
- 10 preferentemente, en la etapa a) del procedimiento, se agregan de 10 a 180 partes en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil-amonio y de 3 a 60 partes en peso de hidróxido de sodio, obteniendo así al final de la preparación es un galactomanano catiónico o xiloglucano que tiene un DS comprendido entre 0,05 y 0,7.
- 15 El procedimiento anterior es particularmente adecuado para la preparación de galactomananos catiónicos o xiloglucanos con DS_{cat} comprendido entre 0,4 y 0,7, cuya purificación sería difícil con los procedimiento de lavado del estado de la técnica anterior.
- 20 El alcohol útil para el procedimiento de la invención es preferiblemente etanol, isopropanol o mezclas de los mismos.
- Preferiblemente, en la etapa a) del procedimiento se utilizan de 50 a 200 partes en peso de agua o de una mezcla de agua / alcohol por cada una de las 100 partes en peso de galactomanano o xiloglucano.
- 25 En la etapa a), el galactomanano o xiloglucano, el hidróxido alcalino y el agente de cationización (cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio o cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil amonio se hacen reaccionar durante aproximadamente 1 a 4 horas a temperatura de aproximadamente 40°C a aproximadamente 80°C, antes de que tenga lugar la etapa b).
- 30 Preferentemente, el hidróxido alcalino se agrega al galactomanano o al xiloglucano que se ha premezclado con el agua o con la mezcla de agua / solvente y se agita durante aproximadamente 15 a 45 minutos; posteriormente, se agrega el agente de cationización y se hace reaccionar a aproximadamente 40°C a 70°C durante aproximadamente 1 a 3 horas, antes de que tenga lugar la etapa b).
- 35 Los galactomananos útiles para la preparación de los derivados catiónicos de la invención incluyen todos los polisacáridos que están hechos de unidades de galactosa y manosa y pueden tener además pequeñas cantidades de otros tipos de unidades de azúcar.
- 40 Se presentan principalmente en el endospermo de semillas de diversas leguminosas, como *Cyamopsis tetragonolobus* (Guar), *Ceratonia siliqua* (frijol o algarrobo), *Caesalpinia spinosa* (Tara), *Cassia occidentalis* (Cassia), *Sesbania* y *Trigonella foenum-graecum* (Fenugreek).
- En particular, los galactomananos consisten en una cadena principal de unidades de manosa unidas entre sí por enlaces 1-4-β-glicosídicos de los cuales se ramifican unidades de galactosa por medio de enlaces 1-6-α-glicosídicos. La proporción de unidades de manosa a unidades de galactosa puede variar de una fuente a otra. En orden creciente, la goma de fenogreco tiene una proporción de manosa a galactosa de aproximadamente 1:1, goma de sesbania aproximadamente 1,6:1, goma de guar aproximadamente 2:1, goma de tara aproximadamente 3:1, goma de algarrobo o goma de algarroba aproximadamente 4:1 y goma de cassia alrededor de 5:1.
- 45
- 50 Los galactomananos más conocidos son los de *Cyamopsis tetragonoloba* L. (guar), *Cesalpinia spinosa* L. (tara) y *Ceratonia siliqua* L. (algarrobo). Los mananos no sustituidos son completamente insolubles en agua. La unión de unidades de galactosa a los grupos hidroxilo primarios de las unidades de manosa (átomo C-6 de la molécula de manosa) mediante enlaces 1,6-α-glicosídicos aumenta la solubilidad en agua, particularmente la solubilidad en agua fría.
- 55
- Los galactomananos catiónicos descritos en el presente documento pueden prepararse usando la goma en forma de harina (polvo) o en forma de gránulos ("*splits*").
- 60 Los gránulos se obtienen por separación mecánica del endospermo del casco y el germen de la semilla en la forma más pura e intacta posible sin ninguna otra etapa de procesamiento. Estos gránulos contienen, como impurezas en porcentaje que varía de una especie a otra, de aproximadamente 6 a 12 por ciento de humedad, de 2 a 7 por ciento de proteínas y de 2 a 7 por ciento de residuos insolubles en ácido.
- 65 Por lo general, la harina tiene un rango de tamaño de partícula de aproximadamente 4 a aproximadamente 400 de malla [mesh] (serie de tamices estándar ASTM).

- El galactomanano adecuado para obtener el derivado catiónico de la invención tiene preferiblemente una viscosidad Brookfield@ RVT, medida a 25°C y 20 rpm en una solución de agua al 1,0% en peso, comprendida entre 50 y 10.000 mPa*s y un peso molecular promedio en peso (M_w) típicamente entre 50.000 y 3.000.000 Dalton.
- 5 En una realización preferente, la composición para el cuidado personal y la composición para el cuidado del hogar comprenden un galactomanano catiónico preparado por el procedimiento descrito anteriormente. En la realización más preferente, el galactomanano catiónico es goma guar.
- 10 Los xiloglucanos son hemicelulosa que se producen en la pared celular primaria de todas las plantas vasculares. Un ejemplo típico de xiloglucano útil para la realización de la invención es la goma de tamarindo.
- 15 El tamarindo (*Tamarindus Indica*) es un árbol leguminoso de hoja perenne producido en los trópicos. La goma de tamarindo (polvo de tamarindo o polvo de grano de tamarindo) se obtiene al extraer y purificar el polvo obtenido moliendo las semillas de tamarindo.
- 20 Su estructura consiste en unidades de D-glucosa unidas con enlaces (1-4) - β similares a la de la celulosa, con una cadena lateral de unidad de xilosa única unida a cada segundo, tercero y cuarto de la unidad de D-glucosa a través del enlace α -D-(1-6). Una unidad de galactosa está unida a una de las unidades de xilosa a través del enlace β -D- (1-2). La relación molar entre glucosa, galactosa y xilosa es de aproximadamente 3:1: 2.
- 25 La goma de xiloglucano adecuada para obtener el derivado catiónico de la invención tiene preferiblemente una viscosidad Brookfield @ RVT, medida a 25°C y 20 rpm en una solución de agua al 1,0% en peso, comprendida entre 50 y 10.000 mPa*s y un peso promedio del peso molecular (M_w) normalmente de entre 100.000 y 1.000.000 Dalton.
- 30 El procedimiento de la invención puede comprender una o más etapas de derivación adicionales, por ejemplo, hidroxialquilación, carboxialquilación, etapas de hidrofobización, o una combinación de las mismas.
- 35 En este caso, el galactomanano catiónico y el xiloglucano de la invención también pueden contener grupos sustituyentes adicionales tales como sustituyentes hidroxialquilo, en donde el alquilo representa un resto hidrocarburo lineal o ramificado que tiene de 1 a 5 átomos de carbono (por ejemplo, hidroxietilo o hidroxipropilo, hidroxibutilo) sustituyentes hidrófobos, sustituyentes carboxialquilo, o sus combinaciones.
- El proceso para introducir un sustituyente hidroxialquilo en un polisacárido es bien conocido en la técnica.
- 40 Habitualmente, la hidroxialquilación de un polisacárido se obtiene por reacción con reactivos tales como óxidos de alquilo, por ejemplo óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno y similares, para obtener grupos hidroxietilo, grupos hidroxipropilo o grupos hidroxibutilo, etc.
- 45 El hidroxialquil galactomanano y el xiloglucano catiónicos resultantes pueden tener una MS comprendida entre 0,1 y 3,0, preferiblemente entre 0,1 y 2,0, más preferiblemente entre 0,1 y 1,5.
- La hidrofobización del galactomanano catiónico y el xiloglucano de la invención se obtiene mediante la introducción de grupos hidrófobos.
- 50 La introducción de grupos hidrófobos en galactomananos se describe, por ejemplo, en EP 323627 y EP 1786840. Los mismos métodos pueden usarse en xiloglucanos.
- 55 Los agentes de derivación típicos que traen un grupo hidrófobo incluyen haluros de alquilo y alqueno C_2 - C_{24} lineales o ramificados, epóxidos de alquilo y alqueno lineales o ramificados que contienen un grupo hidrocarbonado C_6 - C_{24} y alquil y alqueno glicidil éteres que contienen un grupo hidrocarburo lineal o ramificado C_4 - C_{24}
- 60 Un agente hidrofobizante de glicidil éter adecuado puede ser, por ejemplo, butil glicidil éter, t-butil glicidil éter, 2-etilhexil glicidil éter, dodecil glicidil éter, hexadecil glicidil éter, behenil glicidil éter y nonilfenil glicidil éter.
- 65 Los alquenos epóxidos representativos incluyen, pero no se limitan a, 1,2-epoxi hexano, 1,2-epoxi octano, 1,2-epoxi decano, 1,2-epoxi dodecano, 1,2-epoxi tetradecano, 1,2- hexadecano epoxi, 1,2-epoxi octadecano y 1,2-epoxi eicosano.
- Los ejemplos de agentes hidrofobizantes de haluro incluyen, pero no se limitan a, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, t-butilo, pentilo, neopentilo, hexilo, octilo, decilo, dodecilo, miristilo, hexadecilo, estearilo y behenilo,

cloruros, y yoduros.

Otros agentes de derivación adecuados para introducir la modificación hidrófoba incluyen alquil- y alquenil- β -hidroxi- γ -cloropropil éteres y derivados epoxi de triglicéridos.

5

En una realización preferente de la invención, el sustituyente catiónico es cloruro de 2-hidroxi-3-(trimetilamonio) propil éter y el sustituyente hidrófobo contiene una cadena de alquilo o alquenilo lineal que contiene entre 6 y 24 átomos de carbono o una mezcla de tales alquilos o alquenilos.

10

El galactomanano o xiloglucano catiónico modificado hidrofóticamente de la invención puede tener un grado de sustitución hidrófobo (DS_H) de $1 \cdot 10^{-5}$ a $5 \cdot 10^{-1}$, preferiblemente de $1 \cdot 10^{-4}$ a $1 \cdot 10^{-1}$.

15

En una realización particular adicional, el galactomanano catiónico y el xiloglucano de la invención pueden contener tanto sustituyentes hidroxialquílicos como sustituyentes hidrófobos. En este caso la MS está comprendida entre 0,1 y 3,0 y el DS_H entre $1 \cdot 10^{-5}$ y $5 \cdot 10^{-1}$.

20

En otra realización, el galactomanano catiónico y el xiloglucano de la invención están carboxialquilados. Los polisacáridos catiónicos de carboxialquilo de la invención tienen un grado de sustitución de carboxialquilo (DS_{UN}) que va desde 0,01 a 1,0.

Los ácidos halo-carboxílicos o sus sales se pueden usar para la preparación de carboxialquil galactomananos catiónicos y xiloglucanos. El ácido halo-carboxílico preferido es el ácido cloroacético.

25

En una realización más preferente, el galactomanano catiónico y el xiloglucano contienen solo sustituyentes catiónicos y tienen un DS_{cat} comprendido entre 0,05 y 0,7, lo más preferiblemente entre 0,4 y 0,7.

30

Detalles adicionales sobre la preparación de galactomananos y xiloglucanos catiónicos adecuados para la realización de la presente invención se pueden encontrar en la bibliografía, por ejemplo, en "*Industrial Gums: Polysaccharides and their Derivatives [Gomas industriales: polisacáridos y sus derivados]*", 3ª ed., Whistler, Roy L., y BeMiller, James N., Academic Press (1993).

Las reacciones de derivación (cationización, carboxialquilación, hidroxialquilación, hidrofobización) pueden seguir cualquier orden.

35

A modo de ejemplo, cuando el galactomanano catiónico y el xiloglucano de la invención también contienen sustituyentes hidroxialquilo, este último puede introducirse en la última etapa, después de la etapa de cationización a) y se ha producido la hidrofobización opcional.

40

La etapa de caracterización del procedimiento de la invención es la etapa b).

La etapa b) puede realizarse en cualquier momento después de la cationización de los polisacáridos, pero preferiblemente se realiza después de que se hayan llevado a cabo todas las reacciones de derivatización.

45

En una realización preferida de la invención, de 1 a 180 partes en peso, más preferiblemente de 2 a 90 partes en peso, de hidróxido de sodio (o una cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino), cada una de las 100 partes de galactomanano o xiloglucano se agregan en la etapa b).

50

Después de la etapa b), el pH del polisacárido catiónico puede ajustarse oportunamente. Se puede seleccionar cualquier ácido para ajustar el pH de la mezcla de reacción, incluidos ácidos fuertes como el ácido clorhídrico y ácido sulfúrico o ácidos débiles como el ácido acético, ácido láctico, ácido cítrico, dióxido de carbono y ácido fumárico. En realizaciones preferidas se usan ácido acético o ácido fumárico.

55

En otra realización preferida, el pH de la mezcla de reacción obtenida después de la etapa b) se reduce mediante la adición de dióxido de carbono. La cantidad de ácido utilizada es la cantidad necesaria para alcanzar el valor de pH deseado, que suele ser de 4 a 11.

60

El procedimiento de la invención puede comprender tratamientos adicionales con varios reactivos y métodos conocidos, por ejemplo: ácidos; oxidantes bioquímicos, tales como galactosa-oxidasa, mananasa u otras enzimas; oxidantes químicos, tales como el peróxido de hidrógeno; métodos físicos, tales como agitación a alta velocidad, máquinas de cizallamiento, métodos térmicos; combinaciones de estos reactivos y sus métodos. También se pueden incluir opcionalmente reactivos tales como metabisulfito de sodio o sales inorgánicas de bisulfito.

65

También se puede realizar una ligera reticulación del galactomanano o xiloglucano (por ejemplo, con bórax, glioxal, titanio o sales de aluminio), para obtener la dispersabilidad de los polisacáridos catiónicos y la solubilización retardada.

ES 2 729 176 T3

Todos los tratamientos adicionales anteriores también se pueden realizar en el galactomanano y el xiloglucano antes de la etapa a) o poco después de la etapa b).

- 5 En otra realización, el galactomanano catiónico y el xiloglucano se despolimerizan mediante métodos conocidos, tales como oxidación, por ejemplo, con álcali o peróxido de hidrógeno, o mediante otras reacciones de despolimerización, tales como despolimerización enzimática o térmica, o hidrólisis ácida. El galactomanano o xiloglucano catiónico despolimerizado usado en esta invención se prepara preferiblemente mediante tratamientos con álcali.
- 10 En una realización preferida, el galactomanano y xiloglucano catiónicos despolimerizados de la invención se preparan reduciendo el peso molecular del galactomanano o xiloglucano antes de cualquier derivación. La despolimerización se puede realizar utilizando los métodos ya mencionados.
- 15 Al final del procedimiento de preparación, el galactomanano catiónico o el xiloglucano se secan y se recuperan usando medios conocidos en la técnica. Ejemplos de tales medios incluyen secado al aire, secado en lecho fluidizado, filtración, centrifugación, adición de disolventes, secado por congelación y similares. El uso de lecho fluidizado de secado es particularmente recomendado.
- 20 De acuerdo con el aspecto novedoso de la invención, no se contempla ninguna purificación por lavado con agua o disolventes en el procedimiento descrito que proporciona el acondicionador y el modificador reológico que es un objeto adicional de la presente invención.
- 25 El acondicionador y el modificador reológico comprenden i) aproximadamente de 60 a aproximadamente 90% en peso, preferiblemente de aproximadamente 70 a aproximadamente 85% en peso, del galactomanano catiónico o xiloglucano catiónico que tiene un grado de sustitución catiónico entre 0,01 y 3, preferiblemente entre 0,05 y 0,7, más preferiblemente entre 0,4 y 0,7, ii) de 1% a 10% en peso, más preferiblemente de 2,5% a 8% en peso, de cloruro de (2,3-dihidroxiopropil) trimetil amonio y iii) menos de 0,15% por peso, más preferiblemente menos de 0,05% en peso, de cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetil amonio.
- 30 El acondicionador y el modificador de la reología pueden además contener algo de agua residual, normalmente entre 1 y 10% en peso de agua; también pueden estar presentes cantidades menores adicionales de subproductos no nocivos derivados de otras reacciones de derivación adicionales, como glicoles y poliglicoles derivados del óxido de propileno, normalmente en una cantidad entre 0 y 15% en peso.
- 35 Otros ingredientes que pueden presentarse son sales derivadas del hidróxido alcalino y posiblemente del ácido que se agrega para ajustar el pH, normalmente en una cantidad de entre 1 y 15% en peso.
- 40 El acondicionador y el modificador de la reología tienen un contenido de cenizas de 2 a 15% en peso (determinado a 650°C), generalmente de 8 a 15%.
- 45 Sorprendentemente, se ha encontrado que, al menos en las formulaciones típicas de limpieza de la piel y el cabello, el acondicionador y el modificador de la reología de la invención proporcionan un rendimiento de espesamiento superior al que se espera sobre la base de su contenido de polisacárido activo (que por supuesto es más baja que la del galactomanano o xiloglucano catiónico purificado análogo).
- 50 El galactomanano catiónico del acondicionador y el modificador de la reología tiene un peso molecular promedio en peso (M_w) entre 50.000 y 2.000.000; el xiloglucano catiónico tiene un peso molecular promedio en peso (M_w) típicamente de entre 100,000 y 1,000,000 Dalton.
- 55 El acondicionador y los modificadores reológicos tienen una viscosidad RVT Brookfield de 15 a 5000, preferiblemente de 30 a 3000, al 1% en peso en agua, a 20 rpm y 20°C.
- 60 En caso de que los galactomananos o xiloglucanos catiónicos sean despolimerizados, tienen una viscosidad RVT Brookfield al 1% en peso en agua, 20°C, 20 rpm de 15 a 800 mPa*s, preferiblemente de 30 a 500 mPa*s. De acuerdo con un aspecto particularmente ventajoso de la invención, el tratamiento con el álcali de la etapa b) permite eliminar las impurezas tóxicas provenientes del reactivo de cationización sin la necesidad de purificación adicional por lavado y obtener un acondicionador y un modificador de reología útil para uso en el cuidado personal, y para aplicaciones en el cuidado del hogar.
- 65 El acondicionador y el modificador de la reología y el galactomanano o xiloglucano catiónico de la invención están libres de disolventes tóxicos, del cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetil-amonio y del cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio. Además, el acondicionador y el modificador de la reología contienen del 1% al 10% en peso de cloruro de (2,3-dihidroxiopropil) trimetil amonio, formado a partir de la reacción del cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetilamonio o de cloruro (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio, que es en sí mismo un ingrediente cosmético conocido con el nombre INCI de cloruro de dihidroxiopropil trimonio.

- Una clara ventaja del procedimiento según la invención es que permite obtener el acondicionador y el modificador de la reología con altos rendimientos, debido al hecho de que no es necesaria ninguna purificación por lavado.
- 5 Con la expresión "libre de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil-amonio", se quiere decir que la concentración residual de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil-amonio está por debajo del 0,15% en peso. Preferiblemente, el acondicionador y el modificador de la reología y el galactomanano y xiloglucano catiónicos de la invención contienen menos de un 0,05% en peso, más preferiblemente menos de un 0,01% en peso, de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio.
- 10 Con la expresión "libre de cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio", se quiere decir que la concentración residual de cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil-amonio está por debajo del 0,15% en peso. Preferiblemente, el acondicionador y el modificador de la reología y el galactomanano y el xiloglucano catiónicos contienen menos del 0,05% en peso, más preferiblemente menos del 0,01% en peso, de cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil amonio.
- 15 Ventajosamente, el acondicionador y el modificador de la reología y el galactomanano catiónico o xiloglucano de la invención también carecen de glioxal, boro u otros agentes de reticulación.
- 20 Los compuestos de glioxal y boro se usan a menudo en la preparación de derivados catiónicos de polisacáridos para facilitar la disolución del producto final y/o para insolubilizar temporalmente el producto bruto y dar su purificación mediante lavado con agua y/o con disolvente.
- 25 El galactomanano catiónico y el xiloglucano de la invención deben ser tratados con glioxal, compuestos de boro u otros agentes de reticulación, ya que se disuelven sin la formación de grumos mediante agitación de moderada a alta, y no es necesario lavarlos para liberarlos de subproductos tóxicos, tal y como se explicó anteriormente.
- 30 El galactomanano catiónico y el xiloglucano catiónico son, por lo tanto, preferiblemente no reticulados.
- Cuando se emplean bajas capacidades de agitación en la disolución del acondicionador y el modificador de la reología, y el galactomanano catiónico o el xiloglucano catiónico no están reticulados, para evitar la formación de grumos, puede ser aconsejable dispersarlo previamente en un medio orgánico adecuado y adecuado, como por ejemplo el glicerol, para formar una suspensión y agregar la suspensión a la composición para el cuidado personal o composiciones para el cuidado del hogar mientras se mezcla suavemente.
- 35 De acuerdo con una realización particularmente preferida, el acondicionador y el modificador de la reología están exentos de glioxal, boro y agentes de reticulación (como las sales de titanio) y tiene un DS_{cat} comprendido entre 0,05 y 0,7, más preferiblemente entre 0,4 y 0,7. El acondicionador y el modificador de la reología obtenidos por medio del procedimiento de la invención se pueden usar como ingredientes en las más diferentes composiciones cosméticas y para el cuidado del hogar, y especialmente en las composiciones para el cuidado del cabello, donde su capacidad de unirse mediante sus cargas positivas a sustratos que tienen cargas negativas débiles, junto con su capacidad para espesar y regular la reología de las soluciones de agua, son explotadas.
- 40 La capacidad de peinado del cabello tratado con un acondicionador y un modificador de la reología de acuerdo con la invención, basado en un galactomanano catiónico, en comparación con el cabello tratado con un galactomanano catiónico purificado de la técnica anterior se probó e, inesperadamente, el rendimiento del primero resultó ser sorprendentemente más alto, dando así evidencia de sus muy superiores propiedades acondicionadoras.
- 45 El acondicionador y los modificadores reológicos de la invención muestran sus características de acondicionamiento y viscosificación también cuando se dosifican en concentraciones bastante bajas, por ejemplo, a una concentración de alrededor del 0,3% en peso del cosmético formulado.
- 50 Los acondicionadores y los modificadores reológicos y los galactomananos y xiloglucanos catiónicos de la invención también son útiles en otros campos industriales, donde las características de toxicidad de las materias primas son de particular importancia, como por ejemplo en la industria del papel.
- 55 Pueden estar presentes en composiciones cosméticas y en composiciones para el cuidado del hogar en concentraciones que varían preferiblemente de 0,01 a 10% en peso con respecto al peso total de las composiciones, y más preferiblemente de 0,05 y 2% en peso.
- 60 El acondicionador y el modificador de la reología de la invención se pueden usar en composiciones cosméticas y en composiciones para el cuidado del hogar por sus propiedades de aumento de la
- 65

viscosidad, estabilizadoras y acondicionadoras, especialmente en la preparación de champús, acondicionadores para el cabello, cremas para la piel y detergentes y suavizantes para el cuidado personal o del hogar.

5 Ejemplos de composiciones cosméticas de acuerdo con la invención son las cremas para el cuerpo, las manos y la cara, acondicionadores para la piel, geles y lociones para el cabello (como lociones para la fijación del cabello, lociones y bálsamos para el cabello), cremas para blanquear y teñir el cabello, composiciones de protección solar, líquidos de limpieza, humectantes y transpirantes, champús, champús
10 dos en uno, perfumes, jabones y barras de limpieza, y otros productos para aplicaciones similares.

10 Las composiciones para el cuidado del hogar de la invención incluyen, pero no se limitan a: geles, barras, emulsiones y composiciones líquidas de limpieza de superficies duras, polvo seco o húmedo, toallitas de limpieza y/o desinfección, detergentes para telas y acondicionadores.

15 El acondicionador y el modificador de la reología y el galactomanano y xiloglucano catiónicos de la presente invención mejoran la deposición en el cabello y la piel de los ingredientes grasos de las composiciones cosméticas, como aceites, vitaminas y emolientes, y la persistencia de sus perfumes y fragancias, a la vez que proporcionan un eficaz acondicionamiento y, si se desea, efecto espesante.

20 [0119] Son fácilmente solubles en agua, y su efecto espesante no se ve afectado por la presencia de surfactantes, que normalmente están presentes en las composiciones cosméticas y para el cuidado del hogar.

25 Las composiciones cosméticas de la invención contienen los ingredientes habituales, tales como surfactantes, humectantes, emolientes, filtros solares, agentes activos hidrófilos o lipófilos tales como ceramidas, agentes anti-radicales libres, repelentes de insectos, refrigerantes para la piel, desodorantes, activos antiperspirantes, tratamientos capilares, agentes para el cuidado oral, agentes reductores, bactericidas, agentes aislantes, agentes anticasma, antioxidantes, agentes conservantes, agentes basificantes o acidificantes, fragancias, rellenos, colorantes, otros polímeros y emulsionantes, agentes gelificantes, agentes espumantes.

30 Además, las composiciones para el cuidado en el hogar comprenden los ingredientes utilizados convencionalmente en los campos, tales como tensioactivos, emolientes, repelentes de insectos, bactericidas, agentes aislantes, antioxidantes, agentes conservantes, agentes basificantes o acidificantes, fragancias, rellenos, colorantes, otros polímeros y emulsionantes, agentes gelificantes, agentes
35 espumantes, desodorantes, insecticidas, agentes de limpieza, desinfectantes, suavizantes, detergentes para ropa, detergentes para lavavajillas.

40 Las composiciones cosméticas y las composiciones para el cuidado en el hogar de la invención también suelen contener un medio líquido aceptable que, según el uso final de la composición, es compatible con cualquier sustancia de queratina, como piel, uñas, cabello, lana y similares.

45 El medio aceptable puede representar del 5% al 98% del peso total de las composiciones. El medio aceptable típico es el agua. Los disolventes orgánicos aceptables pueden reemplazar o sustituir parcialmente el agua. Los disolventes orgánicos pueden ser disolventes orgánicos hidrófilos, disolventes orgánicos lipófilos, disolventes anfífilicos o mezclas de los mismos.

50 Los ejemplos de disolventes orgánicos hidrófilos son monoalcoholes inferiores lineales o ramificados que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, tales como etanol, propanol, butanol, isopropanol e isobutanol; polietilenglicoles que tienen de 6 a 80 óxidos de etileno; polioles tales como propilenglicol, butilenglicol, glicerol y sorbitol; isosorbida mono o dialquílica en la que los grupos alquilo tienen de 1 a 5 átomos de carbono, tal como isosorbida de dimetilo; éteres de glicol tales como dietilenglicol monometil o monoetil éter y éteres de propilenglicol tales como dipropilenglicol metil éter.

55 Entre los disolventes orgánicos anfífilicos utilizables, citamos polioles como los derivados de polipropilenglicol (PPG), como los ésteres de ácidos grasos de polipropilenglicol y los éteres de alcohol graso de PPG.

60 Los disolventes orgánicos lipófilos utilizables son, por ejemplo, ésteres grasos tales como adipato de diisopropilo, adipato de dioctilo y alquil benzoatos.

65 Las composiciones cosméticas y las composiciones para el cuidado en el hogar de la presente invención pueden estar en forma de solución, emulsión, dispersión, gel, crema, pasta, barras o toallitas húmedas.

Pueden contener un aceite, como un aceite mineral, un aceite vegetal, un aceite animal, un aceite sintético, aceites de silicona y mezclas de los mismos.

Ejemplos de aceites que se pueden utilizar son las parafinas, vaselina líquida, aceite de jojoba, aceite de

coco, aceite de almendras dulces, aceite de oliva, aceite de colza, aceite de sésamo, aceite de aguacate, aceite de cacahuete, isoparafinas, amodimeticonas, dimeticonoles, ciclopentasiloxanos y sus mezclas.

5 Para ilustrar mejor la invención, se informa que los siguientes ejemplos muestran la preparación de diversos acondicionadores y modificadores de la reología de acuerdo con la invención y el efecto de su adición en composiciones cosméticas ejemplares.

10 Los ejemplos se exponen simplemente con fines ilustrativos, siendo todas las partes y porcentajes en peso, a menos que se indique lo contrario.

EJEMPLOS

15 *Ejemplo 1 (comparativo)*

20 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de polvo de guar a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío / nitrógeno. Se añadieron 520 g de una solución de 1/2 agua/isopropanol con agitación vigorosa. Después de agitar durante 10 minutos, se agregaron 201 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 30% en peso y se agitó durante 15 minutos adicionales. Se añadieron a la mezcla 284 g de una solución acuosa al 65% en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio (QUAB 188) y se calentó a 50°C durante 2 horas. La masa de reacción se enfrió luego a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético. Se añadieron 40 g de glioxal (40% en agua) y la mezcla resultante se agitó a 50°C durante 1 hora.

25 El producto se purificó lavando con agua. Con ello, 200 g de la mezcla de reacción se dispersaron en 1400 g de agua del grifo a un pH por debajo de 7, se dejaron en agitación durante unos minutos, luego se filtraron al vacío en un filtro de tela. La capa catiónica en el filtro se lavó adicionalmente con 300 g de agua del grifo a un pH inferior a 7.

30 La capa catiónica así obtenida se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue de aproximadamente el 3% en peso y luego se molió.

35

Ejemplo 2

40 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de gránulos de guar a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte mediante lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 310 g de agua y 180 g de una solución acuosa al 30% en peso de hidróxido de sodio con agitación vigorosa. Después de agitar durante 30 minutos, se agregaron 256 g de una solución acuosa al 65% en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio (QUAB 188) y la mezcla se calentó a 50°C durante 2 horas. Se agregaron nuevamente 180 g de la solución acuosa al 30% en peso de hidróxido de sodio y la mezcla se agitó a 50°C durante 2 horas adicionales. La masa de reacción se enfrió luego a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido fumárico. Se agregaron 50 g de glioxal (40% en agua) disueltos en 80 g de agua y la mezcla resultante se agitó a 50°C durante 40 minutos. La capa catiónica así obtenida se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue de aproximadamente el 3% en peso y luego se molió.

50

Ejemplo 3

55 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de gránulos de guar a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 310 g de agua y 180 g de una solución acuosa al 30% en peso de hidróxido de sodio con agitación vigorosa. Después de agitar durante 30 minutos, se añadieron 256 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y 200 g de agua y la mezcla se calentó a 50°C durante 2 horas. Se agregaron otros 60 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 30% en peso a la mezcla, que luego se trató a 50°C durante 1 hora. La masa de reacción se enfrió luego a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético. Se agregaron 50 g de glioxal (40% en agua) disueltos en 80 g de agua y la mezcla resultante se agitó a 50°C durante 40 minutos. La capa catiónica así obtenida se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue de aproximadamente el 3% en peso y luego se molió.

65

Ejemplo 4 (comparativo)

5 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de gránulos de guar a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 430 g de agua y 240 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 30% en peso con agitación vigorosa. Después de agitar durante 30 minutos, se agregaron a la mezcla 256 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188, que luego se trató a 50°C durante 2 horas. Después del tratamiento, la masa de reacción se enfrió a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético. Se agregaron 50 g de glioxal (40% en agua) disueltos en 80 g de agua y la mezcla resultante se agitó a 50°C durante 40 minutos.

10 El guar catiónico se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue aproximadamente del 3% en peso y luego se molió.

15 *Ejemplo 5*

20 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de polvo de guar a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 180 g de agua y 220 g de alcohol isopropílico y se agitó a temperatura ambiente durante 10 minutos. Luego se agregaron 180 g de una solución acuosa al 30% en peso de hidróxido de sodio. Después de agitar durante 15 minutos, se añadieron a la mezcla 256 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la masa de reacción se calentó a 50°C durante 2 horas. Luego se agregaron 180 g de hidróxido de sodio acuoso al 30% y 180 g de agua y el tratamiento básico se continuó a 50°C durante 1 hora. La masa se enfrió luego a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido fumárico. Se agregaron 36 g de glioxal (40% en agua) disueltos en 63 g de alcohol isopropílico y la mezcla resultante se agitó a 50°C durante 40 minutos. El disolvente se eliminó por destilación. El guar catiónico se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue aproximadamente del 3% en peso y luego se molió.

30

Ejemplo 6

35 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de polvo de guar a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 245 g de una solución acuosa al 30% en peso de hidróxido de sodio y 314 g de alcohol isopropílico y se homogeneizó a temperatura ambiente durante 10 minutos. Luego, se agregaron 365 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la mezcla se calentó a 50°C durante 1 hora. La masa de reacción se enfrió a 35°C y se añadió una segunda porción de 245 g de hidróxido de sodio al 30% en peso. La mezcla se homogeneizó a 35°C durante 10 minutos, luego se agregaron otros 365 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la masa de reacción se mantuvo a 50°C durante 2 horas. La masa se enfrió luego a 40°C y se añadió una tercera porción de 200 g de una solución acuosa al 30% en peso de hidróxido de sodio. Después de agitarse a 50°C durante 2 horas, la masa de reacción se enfrió a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético. El disolvente se eliminó por destilación. El guar catiónico se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue aproximadamente del 3% en peso y luego se molió.

50 *Ejemplo 7*

55 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de polvo de guar a temperatura ambiente. La atmósfera de reacción se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno, y, bajo agitación vigorosa, se agregaron 171 g de una solución acuosa al 50% de NaOH diluida con una mezcla de agua (100 g) / isopropanol (316 ml). El reactor se evacuó y se rellenó tres veces con nitrógeno. Luego se agregaron lentamente 80 g de óxido de propileno y la mezcla de reacción se mantuvo durante 45 minutos de 70 a 75°C bajo agitación.

60 Después, la masa de reacción se enfrió a 40°C, se añadieron 470 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la mezcla se calentó a 50°C durante 2 horas. Luego se agregaron 171 g de hidróxido de sodio al 50% en peso y 100 g de agua y la masa de reacción se mantuvo bajo agitación a 50°C durante 2 horas. La masa de reacción se enfrió luego a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético. Se agregaron 50 g de glioxal (40% en agua) disueltos en 79 g de alcohol isopropílico y la mezcla resultante se agitó a 50°C durante 40 minutos. El disolvente se destiló. El guar de hidroxipropilo catiónico así obtenido se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente y se molió. Al final del proceso, el producto tenía un contenido de humedad de aproximadamente el 3% en peso.

65

Ejemplo 8 (comparativo)

5 En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de polvo de fenogreco (Fen) a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 200 g de agua y 320 g de alcohol isopropílico seguido de 201 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 30% en peso. Después de agitar durante 10 minutos a temperatura ambiente, se añadieron 284 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la mezcla se calentó a 50°C durante 2 horas. El pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético, se agregaron 40 g de glioxal (40% en agua) disueltos en 60 g de alcohol isopropílico y la mezcla resultante se agitó a 50°C durante 40 minutos. El disolvente se eliminó por destilación. El fenogreco catiónico se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue de aproximadamente el 3% en peso y luego se molió.

15

Ejemplo 9

20 Se cargaron 80 g de fenogreco catiónico preparado de acuerdo con el ejemplo 8 en un reactor de 0,5 litros. La atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno y el polvo se empapó con una mezcla de 20 ml de agua y 32 ml de alcohol isopropílico. Después de agitar durante 10 minutos, se añadieron 20 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 30% en peso y la mezcla resultante se agitó durante 1 hora a 50°C. La masa de reacción se enfrió a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 7 con ácido acético. El disolvente se eliminó por destilación. El fenogreco catiónico se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue de aproximadamente el 3% en peso y luego se molió.

25

Ejemplo 10

30

En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de polvo de grano de tamarindo sin aceite (Tam) a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 100 g de agua y 316 g de alcohol isopropílico y se agitó durante 10 minutos. Luego se rociaron 171 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 50% en peso sobre la mezcla, que luego se homogeneizó durante 15 minutos. Se añadieron 396 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la mezcla se calentó a 50°C durante 2 horas. Se agregaron otros 171 g de una solución acuosa al 50% en peso de hidróxido de sodio y el tratamiento básico se continuó a 50°C durante 2 horas adicionales. La masa de reacción se enfrió luego a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético. El disolvente se eliminó por destilación y el tamarindo catiónico se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue de aproximadamente 3% en peso y luego se molió.

35

40

Ejemplo 11

45

En un reactor por agitación de 0,5 litros, se cargaron 80 g de polvo de cassia (Cas) a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 18 g de agua y 22 g de alcohol isopropílico y se agitó a temperatura ambiente durante 10 minutos. Se añadieron 18 g de una solución acuosa al 30% en peso de hidróxido de sodio. Después de 15 minutos de homogeneización, se añadieron 26 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la mezcla se calentó a 50°C durante 2 horas. Luego se agregaron 18 g de hidróxido de sodio al 30% y 18 g de agua y la masa de reacción se agitó a 50°C durante 1 hora. La masa de reacción se enfrió luego a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido acético. El casia catiónica se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue aproximadamente del 3% en peso y luego se molió.

50

55

Ejemplo 12

60

En un reactor por agitación de 5 litros, se cargaron 800 g de polvo de goma de algarrobo (Loc) a temperatura ambiente y la atmósfera se hizo inerte por medio de lavados al vacío/nitrógeno. Se añadió una mezcla de 210 g de una solución acuosa al 50% en peso de hidróxido de sodio y 316 g de alcohol isopropílico y se agitó a temperatura ambiente durante 10 minutos. Luego, se agregaron 485 g de una solución acuosa de QUAB 188 al 65% en peso y la mezcla se calentó a 50°C durante 1 hora. Se añadió una segunda parte de 210 g de hidróxido de sodio al 50% en peso y la mezcla se homogeneizó durante 10

65

5 minutos. Luego se agregaron otros 485 g de una solución acuosa al 65% en peso de QUAB 188 y la mezcla se calentó nuevamente a 50°C durante 2 horas. Se añadió una tercera parte de 210 g de una solución acuosa al 50% en peso de hidróxido de sodio. Después de agitarse a 50°C durante 1 hora, la masa de reacción se enfrió a 40°C y el pH se ajustó a aproximadamente 5 con ácido fumárico. El disolvente se eliminó por destilación. La goma de algarrobo catiónica así obtenida se secó en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente hasta que el contenido de humedad fue aproximadamente 3% en peso y luego se molió.

10 *Ejemplo 13*

15 Se preparó un guar catiónico siguiendo el procedimiento del ejemplo 2, excepto que no se añadió glioxal y el pH se ajustó a aproximadamente 10 con CO₂.

Ejemplo 14

20 Se preparó un guar catiónico siguiendo el procedimiento del ejemplo 2, excepto que no se añadió glioxal.

Caracterización de los productos de los ejemplos.

25 La determinación del contenido de cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetilamonio (clorohidrina) y cloruro de (2,3-dihidroxiopropil) trimetilamonio (glicol) se llevó a cabo mediante cromatografía de intercambio iónico. Se usó un cromatógrafo iónico DIONEX ICS 5000 DC (Thermo Scientific) equipado con un detector conductímetro, un IonPac CG-14, una precolumna de 50 x 4,0 mm y un IonPac CS-14, una columna de 250 x 4,0 mm. El eluyente fue una solución 95/5 de agua /0,1 M ácido metanosulfónico a un flujo de 1,0 ml / min. Se pesaron diferentes cantidades como muestra, dependiendo de la concentración esperada, en 5,0 ml de metanol y se agitaron vigorosamente durante 10 minutos. A continuación, la solución de muestra se centrifugó, se separó y se diluyó con agua 1:1 y se inyectó en el cromatógrafo. Se usó una solución de cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetil-amonio a una concentración conocida como patrón de referencia. El contenido de glicol se cuantificó utilizando el mismo factor de respuesta de la clorohidrina.

35 El DS_{cat} y la MS se determinaron mediante análisis de ¹H-RMN después de la purificación de los subproductos de la reacción mediante diálisis y liofilización.

40 La viscosidad RVT Brookfield se determinó en solución al 1% en peso en agua a 20 rpm y 20°C.

El DS_{cat}, la MS, la viscosidad RVT Brookfield en mPa*s (VB), el contenido de clorohidrina y glicol (% en peso) de los productos de los ejemplos 1-14 se muestran en la tabla 1.

45 La cantidad de NaOH utilizada en la etapa b) del procedimiento (p / 100p = partes en peso por 100 partes en peso de galactomanano o xiloglucano) y la duración del tratamiento básico del etapa b) también se presentan en minutos (Tiempo).

50 Los resultados de la tabla 1 muestran que el procedimiento de la invención puede reducir considerablemente el contenido residual de cloruro de (3-cloro-2-hidroxiopropil) trimetilamonio, hasta <0,01% (<100 ppm), sin afectar las propiedades reológicas de los diferentes polisacáridos.

Tabla 1

55

Ej.	PS	DS _{cat}	SRA	NaOH p / 100p	Tiempo (minutos)	VB	Clorohidrina%	Glicol%
1*	Guar	0,14	-	-	-	4750	0,13	0,35
2	Guar	0,14	-	6,75	120	1180	<0,01	3,37
3	Guar	0,14	-	2,25	60	1315	<0,01	4,16
4*	Guar	0,12	-	-	-	1110	1,43	3,84
5	Guar	0,14	-	6,75	60	1820	0,03	2,92

ES 2 729 176 T3

Ej.	PS	DS _{cat}	SRA	NaOH p / 100p	Tiempo (minutos)	VB	Clorohidrina%	Glicol%
6	Guar	0,44	-	7,5	120	267	<0,01	5,69
7	Guar	0,28	0,32	10,7	120	520	0,09	3,66
8*	Pantano	0,14	-	-	-	284	3,69	2,75
9	Pantano	0,14	-	7,5	60	40	0,13	3,15
10	Tam	0,29	-	10,7	120	85	0,07	3,66
11	Cas	0,14		6,75	60	13	<0,01	4,01
12	Loc	0,40	-	13,1	60	18	0,05	3,08
13	Guar	0,14	-	6,75	120	1935	<0,01	3,12
14	Guar	0,13	-	6,75	120	915	<0,01	3,19
*Comparativo PS = Galactomanano o xiloglucano								

Ensayos de aplicación

5

Ensayo 1

10

Se prepararon seis champús de acuerdo con la fórmula indicada en la tabla 2.

El guar catiónico de los ejemplos 2 y 5 se usó como agente acondicionador y se comparó con los galactomananos catiónicos del ejemplo 1 y con los acondicionadores de uso común Ucare JR-30M y Merquat 550 (comercializados por Dow Chemical Company y Lubrizol Corp., respectivamente).

15

Los champús se prepararon añadiendo el agente acondicionador al agua con agitación vigorosa; ajustando el pH a 8-8,5 y, para asegurar la completa hinchazón del polímero, y se agitó durante unos 20 minutos antes de agregar los otros ingredientes.

20

Tabla 2

Nombre INCI (o Función)	Partes en peso
Acondicionador	0,5
Laureth Sulfato de sodio (27% de materia activa)	30
Cocamidopropyl Betaine (30% de materia activa)	8
Cocamide MEA (80% de materia activa)	1,5
Preservante	0,2
Ácido cítrico (20% de solución acuosa)	a pH 5,5
Agua	a 100

25

Con el fin de evitar la interacción dañina entre la carga catiónica de los polisacáridos y la carga aniónica del surfactante primario, se añadió cocamidopropil betaína antes del lauril sulfato de sodio.

La mezcla se calentó luego a 60°C antes de añadir Cocamide MEA. Después de enfriar a 25°C, se añadió el conservante y, finalmente, el pH se ajustó a un valor comprendido entre 5 y 5,5.

30

Se preparó un champú de control utilizando la fórmula y el procedimiento sin la adición de ningún acondicionador.

La viscosidad RVT Brookfield (20 rpm a 25°C) de los diferentes champús se presenta en la tabla 3 junto con la estabilidad después de tres meses a 25°C.

5

Tabla 3

Ejemplo	Viscosidad (mPa*s)	Estabilidad (3 meses 25°C)
Control**	<100	-
Ejemplo 1*	2850	Sin separación
Ejemplo 2	7750	Sin separación
Ejemplo 5	1900	Sin separación
Ucare JR-30M *	5200	Sin separación
Merquat 550*	870	Sin separación
* Comparativo ** Sin acondicionador.		

10

Los polisacáridos catiónicos de la invención (ejemplos 2 y 5) muestran rendimientos de espesamiento similares o mejores que los rendimientos de guar catiónico de la técnica anterior, a pesar de su bajo rendimiento de espesamiento en agua.

15

Ensayo 2

20

Se prepararon cuatro composiciones de limpieza de la piel de acuerdo con la fórmula indicada en la tabla 4 y con el siguiente procedimiento de fabricación: se agregan uno a uno los ingredientes de la fase A y se calienta hasta 70°C. En un recipiente separado se calienta la fase B.

25

El acondicionador se disuelve bajo agitación vigorosa en glicerina.

Se emulsiona la fase B en la fase A, bajo agitación continua, se enfría hasta 40°C. Cuando se alcance la temperatura requerida, se añade la fase C al recipiente principal y se agita hasta que sea homogéneo.

30

Los guares catiónicos de los ejemplos 13 y 14 se usaron como acondicionadores y se compararon con los galactomananos catiónicos del ejemplo 1 y con una formulación de control.

35

Tabla 4

INCI	%
Fase A	
1 Agua	hasta 100
2 Tetrasodio EDTA	0,02
3 Laureth Sulfato de sodio, 30% a.m.	33,4
4 Cocamide MEA	1

ES 2 729 176 T3

INCI	%
Fase A	
5 Glicerina	2,6
6 Cocamidopropyl Betaine, 30% a.m.	5
Fase B	
1 Vaselina	3
2 Aceites de semilla	18
3 Acido láurico	2
4 Ácido esteárico	2
Fase C	
1 Acondicionador	0,6
2 Glicerina	2,4

Tabla 5

Ejemplo	Viscosidad (mPa*s)	Estabilidad (3 meses 25 ° C)
Control**	<100	Separación después de 1 día.
Ejemplo 1*	8050	Sin separacion
Ejemplo 13	7240	Sin separacion
Ejemplo 14	8400	Sin separacion
* Comparativo ** Sin acondicionador.		

5

Los guares barras catiónicos de los ejemplos 13 y 14 muestran un buen rendimiento de espesamiento a pesar de su menor rendimiento de espesamiento en agua.

10

Ensayo 3

15

Desenredante húmedo

Se prepararon cuatro champús de acuerdo con la fórmula indicada en la tabla 6.

20

Los champús se prepararon añadiendo el acondicionador al agua con agitación vigorosa; ajustando el pH a 8 - 8,5 (no requerido para el ejemplo 13) y, para asegurar la completa hinchazón del polímero, se agitó durante unos 20 minutos antes de agregar los otros ingredientes.

Tabla 6

Nombre INCI (o función)	Partes en peso
Acondicionador	0,5

Nombre INCI (o función)	Partes en peso
Laureth Sulfato de sodio (materia activa 27%)	37,5
Cocamidopropyl Betaine (materia activa 30%)	12,7
Agente perlado	3
Pantenol	1
Preservante	0,2
Ácido cítrico (20% solución en agua)	a pH 5,5
Agua	a 100

5 La cocamidopropilbetaína se añadió antes de que el Lauril Sulfato de Sodio y la mezcla se calentara a 60°C. Después de enfriar, se añadieron los ingredientes restantes y se ajustó el pH a 5-5,5.

Se preparó un champú de control utilizando la fórmula y el procedimiento sin la adición de ningún acondicionador.

10 La viscosidad RVT Brookfield (20 rpm a 25°C) de los diferentes champús se presenta en la tabla 7.

Se utilizaron cabellos de 25 cm de largo, blanqueados, europeos, ensamblados en muestras con un peso de 1 gramo y una anchura de aproximadamente 1,5 cm (Haarhaus Kerling, Alemania) para el ensayo con peine húmedo.

15 Las muestras de cabello se limpiaron primero humedeciendo con agua corriente a 37°C durante 60 segundos, se lavaron durante 60 segundos con 3,0 ml de la solución al 10% de Laureth Sulfate de Sodio y luego se enjuagaron con agua corriente a 37°C durante 60 segundos. En una segunda etapa, cada muestra de cabello se humedeció con agua corriente durante 60 segundos y se lavó con champú durante 45 segundos aplicando 0,5 gramos de champú por gramo de cabello a lo largo de la longitud del cabello y se enjuagó nuevamente con agua corriente a 37°C durante 60 segundos.

25 Las muestras de cabello lavadas con champú se peinaron a mano suavemente para eliminar los enredos principales y luego se peinaron seis veces a 300 mm / min utilizando un dinamómetro equipado con un peine de dientes finos. Entre cada ciclo de peinado, el cabello se volvió a humedecer con agua para mantenerlo húmedo.

30 Se registraron curvas de fuerza de peinado contra curvas de desplazamiento. Se calculó la fuerza de peinado promedio entre el intervalo de 30 y 70 mm. A partir de los 6 valores del ciclo de peinado, se calculó la fuerza de peinado en húmedo promedio del ciclo para cada muestra de cabello. Se trataron 5 muestras de cabello con cada champú y se usaron para determinar la fuerza de peinado promedio para las muestras lavadas con champú. Cuanto menor sea el valor de la fuerza, mayor será la eficiencia de acondicionamiento en húmedo del champú.

35 Como referencia, se determinó la fuerza de peinado promedio de 5 muestras de cabello sin tratar.

La Reducción de la Fuerza de Peinado (CFR% por sus siglas en inglés de "Combing Force Reduction") se calculó de acuerdo con la fórmula que se muestra a continuación:

$$CFR \% = \frac{ACF_t - ACF_u}{ACF_u} \times 100$$

40 en dónde

ACF_t = fuerza de peinado promedio de la muestra tratada [average combing force of the treated sample]; y

45 ACF_u = fuerza de peinado promedio de la muestra no tratada [average combing force of the untreated sample].

Los resultados se muestran en la tabla 7.

Tabla 7

	% de CFR
Control **	-8
Ejemplo 1*	-24
Ejemplo 13	-47
Polyquaternium 10*	-37
* Comparativo ** Sin acondicionador	

5

El acondicionador del ejemplo 13 tiene un efecto acondicionador mucho mejor que el acondicionador comparativo purificado del ejemplo 1 y que el acondicionador comercializado Polyquaternium 10, que tiene un DS catiónico de aproximadamente 0,3-0,6.

10

REIVINDICACIONES

- 5 1. Acondicionador y modificador reológico que comprende i) de 60 a 90% en peso de un galactomanano catiónico, o un xiloglucano catiónico, que tiene un grado de sustitución catiónica entre 0,01 y 3, ii) de 1% a 10% en peso de (2,3- cloruro de dihidroxipropil) trimetil amonio, iii) menos del 0,15% en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetilamonio y iv) de 2 a 15% en peso de cenizas determinado a 650°C.
- 10 2. Acondicionador y modificador reológico según la reivindicación 1, en el que el galactomanano catiónico, o xiloglucano catiónico, tiene un grado de sustitución catiónico entre 0,05 y 0,7.
3. 4. Acondicionador y modificador de la reología según la reivindicación 2, que comprende de 2,5 a 8,0% en peso de cloruro de (2,3-dihidroxipropil) trimetilamonio.
- 15 4. Acondicionador y modificador reológico según la reivindicación 3, en el que el galactomanano catiónico, o xiloglucano catiónico, tiene un grado de sustitución catiónico entre 0,4 y 0,7.
- 20 5. Acondicionador y modificador de la reología según la reivindicación 1, que comprende además de 1 a 10% en peso de agua.
6. Acondicionador y modificador reológico según la reivindicación 1 ó 3, que comprende menos de un 0,01% en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetilamonio.
- 25 7. Composiciones para el cuidado personal o composiciones para el cuidado del hogar que comprenden un acondicionador y un modificador de la reología de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.
8. Procedimiento para la preparación del acondicionador y modificador de la reología según la reivindicación 1, que comprende las siguientes etapas:
- 30 a) se hace reaccionar 100 partes en peso de galactomanano o xiloglucano con 1 a 600 partes en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil amonio o de cloruro de (2,3-epoxipropil) trimetil amonio y con 0,4 a 200 partes en peso de hidróxido de sodio (o una cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino) en 5 a 500 partes de agua o de una mezcla de agua / alcohol que contenga de 20 a 100% en peso de agua, durante 1 a 4 horas a una temperatura desde 40°C hasta 80°C, antes de que tenga lugar la etapa b);
- 35 b) se añaden de 0,1 a 400 partes en peso de hidróxido de sodio (o una cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino) a la mezcla obtenida y la mezcla se agita de 10 a 300 minutos, preferiblemente de 60 a 150 minutos, a una temperatura comprendida entre 30°C y 90°C, preferiblemente entre 45°C y 80°C;
- 40 c) opcionalmente, el pH de la mezcla se corrige con un ácido;
- d) la mezcla obtenida de la etapa b) o de la c) se seca y directamente se muele.
- 45 9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que, en la etapa a) se hacen reaccionar 100 partes en peso de galactomanano o xiloglucano con de 1 a 600 partes en peso de cloruro de (3-cloro-2-hidroxipropil) trimetil-amonio.
- 50 10. Procedimiento según la reivindicación 9, en el que, en la etapa b) del procedimiento se añaden de 2 a 90 partes en peso de hidróxido de sodio (o una cantidad equivalente de otro hidróxido alcalino).