República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0911380-0 A2

(22) Data do Depósito: 07/04/2009

(43) Data da Publicação Nacional: 15/10/2009

(54) Título: MÉTODO DE RETICULAÇÃO E POLISSACARÍDEO RETICULADO FEITO POR TAL MÉTODO

(51) Int. Cl.: A61K 47/00; C08B 35/00.

(30) Prioridade Unionista: 07/04/2008 US 61/123,364; 22/07/2008 US 61/135,560.

(71) Depositante(es): RHODIA OPERATIONS.

(72) Inventor(es): KRAIG LUCZAK; CAROLINE MABILLE.

(86) Pedido PCT: PCT US2009002171 de 07/04/2009

(87) Publicação PCT: WO 2009/126256 de 15/10/2009

(85) Data da Fase Nacional: 01/10/2010

(57) Resumo: MÉTODO DE RETICULAÇÃO E POLISSACARÍDEO RETICULADO FEITO POR TAL MÉTODO Um método para reticular um polissacarídeo inclui a etapa de colocar em contato as partículas do polissacarídeo com um composto de titânio em meio aquoso sob condições apropriadas para reticular as partículas discretas de modo intraparticular.

MÉTODO DE RETICULAÇÃO E POLISSACARÍDEO RETICULADO FEITO POR TAL MÉTODO

Referência Cruzada aos Pedidos Relacionados

Este pedido reivindica o benefício do Pedido Provisório Americano n° 61/135.560, depositado no dia 22 de julho de 2008, e o Pedido Provisório Americano n° 61/123.364, depositado no dia 7 de abril de 2008, aqui incorporados por referência.

Campo da Invenção

Esta invenção se refere a um método de reticulação e a um polissacarídeo reticulado feito por meio dele.

Antecedentes da Invenção

Polissacarídeos, incluindo polissacarídeos derivados como carboximetil goma guar, hidroxipropil goma guar e hidroxipropiltrimetilamônio goma guar, são materiais comercialmente disponíveis usados em uma variedade de aplicações, inclusive como ingredientes em composições de cuidados pessoais.

No processamento de tais polissacarídeos, às vezes é desejável formar partículas reticuladas de polissacarídeos que sejam relativamente insolúveis em água, a fim de permitir a formação de uma dispersão aquosa de partículas de polissacarídeos que permanecem fluidas e facilmente tratáveis. Por exemplo, guares são tipicamente feitos por um processo de "divisão com água" ("water -splits"), onde o material, conhecido como "partes" de guar, derivado de sementes de guar, sofre reação com um agente de derivação em meio aquoso. Bórax (tetraborato de sódio) é comumente utilizado como um adjuvante de processamento na etapa reacional do processo de divisão com água para reticular

parcialmente a superfície das partes de guar e, deste modo, reduzir a quantidade de água absorvida pelas partes de guar durante a lavagem. A reticulação do borato ocorre sob condições alcalinas e é reversível, permitindo que o produto se hidrate em condições ácidas. Manter o conteúdo de umidade das partes derivadas em um nível relativamente baixo, tipicamente um conteúdo de umidade inferior a ou igual a cerca de 90 por cento em peso, simplifica o manuseio e moagem das partes derivadas lavadas. Na ausência de reticulação, o conteúdo de umidade das partes derivadas lavadas é relativamente alto, e a manipulação e processamento adicional das partes de conteúdo de alta umidade é difícil. Antes da aplicação para uso final, por exemplo, como espessante em uma composição de cuidados pessoais aquosa, como um xampu, o guar reticulado é tipicamente disperso em água, e a reticulação do boro então revertida pelo ajuste do pH da dispersão guar, para permitir a dissolução do guar para formar uma solução aquosa viscosa.

No entanto, o uso de agentes de reticulação de borato pode ser indesejável em algumas aplicações de uso final, devido à evolução das exigências de regulamentação dos produtos.

O que é necessário é uma alternativa para a reticulação do boro como um adjuvante de processamento para simplificar a produção e manipulação de espessantes de polissacarídeo, incluindo espessantes de polissacarídeo derivatizados, como guars derivatizados.

Resumo da Invenção

Em um primeiro aspecto, a presente invenção é direcionada a

um método para reticular um polissacarídeo, compreendendo o contato das partículas do polissacarídeo com um composto de titânio em meio aquoso, sob condições apropriadas para reticular as partículas discretas de modo intraparticular. A etapa de reticulação do polissacarídeo ocorre antes ou depois de uma etapa de lavagem ser realizada nas partículas de polissacarídeo, normalmente após uma etapa de lavagem ser realizada.

Em um segundo aspecto, a presente invenção é direcionada a um método para fazer polissacarídeos derivatizados reticulados, compreendendo: (a) colocar as partículas de um polissacarídeo em contato com um composto de titânio em meio aquoso, sob condições adequadas para reticular dentro das partículas as partículas; (b) reagir, antes ou após a etapa de contato das partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante em condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeos derivatizadas, e (c) lavar as partículas reticuladas e derivatizadas.

Em outro aspecto, a presente invenção é um método para fazer polissacarídeos derivatizados reticulados, compreendendo: (a) colocar as partículas de um polissacarídeo em contato com um composto de titânio em meio aquoso, sob condições adequadas para reticular as partículas de modo intraparticular, (b) reagir, antes de ou subsequente à etapa de contatar as partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições apropriadas para produzir partículas de polissacarídeo

derivatizado; (c) despolimerizar as partículas de polissacarídeos (i) antes de ou posterior à etapa de contatar as partículas com o composto de titânio, ou (ii) antes ou após a etapa de reagir as partículas com o agente de derivatização, e (d) lavar as partículas reticuladas e derivatizadas.

Em um outro aspecto, a presente invenção é um método para fazer polissacarídeos derivatizados reticulados, compreendendo: (a) reagir as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante em condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeo derivatizadas; (b) lavar as partículas derivatizadas; (c) contatar, concomitantemente ou após a etapa de lavagem das partículas derivatizadas, as partículas derivatizadas com um composto de titânio em condições adequadas para reticular as partículas de modo intraparticular.

Em uma modalidade, a reticulação do polissacarídeo reticulado de titânio é reversível e a cinética de desreticulação é sensível ao pH. A taxa em que a desreticulação do polissacarídeo ocorre normalmente aumenta com a redução do pH. Normalmente, uma dispersão aquosa do polissacarídeo reticulado é mantida em um pH maior ou igual a cerca de 8, mais tipicamente maior do que ou igual a cerca de 10, mais tipicamente maior do que ou igual a cerca de 12, para manter o polissacarídeo na forma de partículas reticuladas insolúveis em água e assim manter a fluidez da dispersão aquosa de polissacarídeo reticulado e a reticulação pode normalmente ser rapidamente revertida pelo ajuste do pH do meio aquoso até um valor menor do que ou igual a cerca de 8, mais geralmente menor do que ou igual a

cerca de 7 para desreticular o polissacarídeo e permitir a dissolução do polissacarídeo desreticulado em meio aquoso, tipicamente para formar uma solução aquosa viscosa do polissacarídeo no meio aquoso.

Em outro aspecto, a presente invenção é direcionada ao polissacarídeo derivatizado feito pelo método acima descrito.

Em ainda outro aspecto, a presente invenção é direcionada a uma composição aquosa compreendendo polissacarídeos derivatizados feitos por qualquer um dos métodos descritos acima. Em uma modalidade, a composição aquosa compreende, com base em 100 partes em peso (ppp) da composição, de cerca de 1 a cerca de 30 ppp de polissacarídeos derivatizados reticulados feitos por qualquer um dos métodos acima mencionados, de cerca de 65 a cerca de 95 ppp de água , e de cerca de 5 a cerca de 20 ppp de um eletrólito.

Em outra modalidade, a composição aquosa compreende, com base em 100 partes em peso (ppp) da composição, de cerca de 1 a cerca de 15 ppp de polissacarídeos derivatizados reticulados feitos por qualquer dos métodos acima mencionados e de cerca de 85 a cerca de 98 ppp de água.

Descrição detalhada da Invenção e Modalidades Preferidas

Conforme aqui usado, a terminologia "meio aquoso" geralmente significa um meio líquido que contém água, normalmente com mais ou igual a 10% em peso de água, mais tipicamente com mais do que ou igual a 25% em peso de água, ainda mais tipicamente com mais do que ou igual a 50% em

peso de água e menos do que 90% em peso, mais tipicamente menos do que 75% em peso, e ainda mais tipicamente menos do que 50% em peso de um ou mais líquidos orgânicos miscíveis em água como, por exemplo, um álcool, como etanol ou isopropanol, e pode opcionalmente conter um ou mais solutos dissolvidos em meio aquoso. Em uma modalidade, a porção líquida de um meio aquoso consiste essencialmente de água. Conforme aqui utilizado, a terminologia "solução aquosa" se refere mais especificamente a um meio aquoso, que compreende ainda um ou mais solutos dissolvidos no meio aquoso.

Conforme aqui utilizado, o termo "intraparticular" significa, dentro de cada partícula discreta do polissacarídeo e reticulação do intraparticulado, deste modo, refere-se à reticulação entre as moléculas de polissacarídeo de uma partícula de polissacarídeo discreta, geralmente entre as hidroxilas de tais moléculas de polissacarídeo, sem reticulação significativa entre as partículas.

Polissacarídeos adequados contêm cadeias poliméricas de unidades constitutivas sacarídicas e incluem, por exemplo, amidos, celuloses, xantanas, tais como goma xantana, polifrutoses como levana, e galactomananas como goma guar, goma de alfarroba e goma tara. Os polissacarídeos não são completamente solúveis em meio aquoso e, portanto, permanecem tipicamente como uma fase sólidas discreta dispersa em meio aquoso.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é um amido ou uma celulose.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é uma polifrutose

tal como insulina ou levana. Em uma modalidade, o polissacarídeo é uma levana, que é uma polifrutose compreendendo anéis de 5 membros ligados por ligações β-2,6, com ramificações através de ligações β-2,1. Levana exibe uma temperatura de transição de vidro de 138 °C e está disponível na forma particulada. Com um peso de peso molecular médio de 1-2 milhões, o diâmetro das partículas esferulíticas densamente empacotadas é de cerca de 85 nm.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é uma xantana. Xantanas incluem, mas não estão limitadas, a goma xantana e gel xantana. A goma xantana é uma goma de polissacarídeo produzida por Xathomonas campestris e contém D-glicose, D-manose, ácido D-glicurônico como as principais unidades de hexose, e também contém ácido de piruvato, e é parcialmente acetilada.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é uma galactomanana. Galactomananas são polissacarídeos consistindo principalmente dos monossacarídeos manose e galactose. Os elementos de manose formam uma cadeia composta de muitas centenas de resíduos (1,4)-β-D-manopiranosil, com resíduos de galactopiranosil 1,6-D-ligados em distâncias variadas, dependendo da planta de origem. Galactomananas de ocorrência natural estão disponíveis a partir de várias fontes, incluindo a goma guar, partes de guar, goma de alfarroba e goma tara. Além disso, galactomananas podem também ser obtidas por rotas sintéticas clássicas, podem ser obtidas por modificação química de galactomananas naturais ou outras rotas conhecidas de modo geral.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é uma goma de

alfarroba. Goma de alfarroba ou goma de alfarrobeira é o endosperma refinado das sementes da alfarrobeira, Ceratonia siliqua. A proporção de galactose em relação à manose para este tipo de goma é de cerca de 1:4.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é goma tara. Goma tara é derivada da goma da semente refinada da árvore tara. A proporção de galactose em relação à manose é de cerca de 1:3.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é uma goma guar. Goma guar, muitas vezes chamada de "farinha guar", refere-se à mucilagem encontrada na semente da planta leguminosa Cyamopsis tetragonolobus. A fração solúvel em água (85%) é chamada de "guarana", que consiste de cadeias lineares de unidades (1,4)-beta-D-manopiranosílicas com unidades de α-D-galactopiranosil ligadas por ligações (1,6). A proporção de D-galactose em relação à D-manose na guarana é de cerca de 1:2. A goma guar pode assumir a forma de um pó esbranquiçado, que é dispersável em água quente ou fria. Goma guar natural tem tipicamente um peso de peso molecular médio entre cerca de 2.000.000 e cerca de 5.000.000 de gramas por mol.

Sementes de guar são compostas de um par de seções de endosperma resistentes e não-quebradiças, doravante referidas como "partes de guar", entre as quais está imprensado o embrião quebradiço (embrião). Após a debulha, as sementes são divididas, o embrião (43-47% da semente) é removido por triagem, e as divisões são moídas. As partes moídas são relatada como contendo cerca de 78-82% de polissacarídeo galactomanano e quantidades menores de certo material protéico, sais inorgânicos, goma insolúvel em água

e membranas celulares, bem como certa quantidade de tegumento residual e embrião.

Em uma modalidade, as partículas de polissacarídeo são partes de guar e estão na forma de partículas tendo um tamanho de partículas médio, medido utilizando uma escala e um microscópio ótico, de cerca de 2 a cerca de 5 milímetros.

Compostos de titânio adequados são aqueles compostos de titânio (II), titânio (III), titânio (IV) e titânio (VI) que são solúveis em meio aquoso.

Em uma modalidade, o composto titânio é um composto de titânio (IV), isto é, um composto de titânio em que os átomos de titânio do composto estão no estado de oxidação +4.

Em uma modalidade, o composto de titânio é um sal de titânio, mais tipicamente um sal de titânio solúvel em água, como tetracloreto de titânio, tetrabrometo de titânio ou tetraminotitanato.

Em uma modalidade, o composto de titânio compreende um ou mais quelatos de titânio. Quelatos de titânio adequados são disponíveis comercialmente e incluem, por exemplo, acetilacetonatos de titânio, titanatos de trietanolamina e lactatos de titânio.

Em uma modalidade, o composto de titânio compreende um ou mais ésteres de titânio. Ésteres de titânio adequados são disponíveis comercialmente e incluem, por exemplo, n-butilpolititanatos, tetrapropanolato de titânio, octilenoglicoltitanatos, tetra-n-butiltitanatos, teta-2-etilexiltitanatos, tetraisopropiltitanatos e tetraisopropiltitanatos.

Em uma modalidade, o composto de titânio é selecionado a partir de diisopropilditrietanolaminotitanato, titanato (2-), diidroxibis[2-hidroxipropanato(2-)-O1,O2], sal de amônio, acetilacetonato de titânio, ortoéster de titânio, cloreto de titânio (IV) e suas misturas.

Em uma modalidade, as partículas de polissacarídeo são entram em contato com o composto de titânio em meio aquoso, sob condições adequadas para pelo menos parcialmente reticular os grupos hidroxila das respectivas partículas de partes de guar. A reticulação tipicamente ocorre dentro das partículas, ou seja, dentro de cada partícula discreta de partes de guar, entre os grupos hidroxila da partícula, sem qualquer reticulação significativa entre as partículas das partes de guar.

Em uma modalidade, as partículas de polissacarídeo entram em contato com uma solução do composto de titânio em meio aquoso.

Em uma modalidade, o meio aquoso compreende, com base em 100 partes em peso ("ppp") do meio, de cerca de 0,1 a cerca de 15 ppp, mais tipicamente de cerca de 0,5 a cerca de 10 ppp, e ainda mais tipicamente de cerca de 1 a cerca de 5 ppp do composto de titânio.

Em uma modalidade, o meio aquoso tem um pH de cerca de 6 a cerca de 14, mais tipicamente, de cerca de 6 a cerca de 8.

Em uma modalidade, o meio aquoso e as partes de guar na etapa (a) compreendem, com base em 100 ppp da quantidade combinada do meio aquoso e partículas de polissacarídeos, de cerca de 20 a cerca de 90 ppp, mais tipicamente de cerca de 30 a cerca de 60 ppp de meio aquoso, e de cerca de 10 a

cerca de 80 ppp, mais tipicamente, de cerca de 40 a cerca de 70 ppp de partículas de polissacarídeos.

Em uma modalidade, as partículas de polissacarídeos entram em contato com o composto de titânio no meio aquoso em uma temperatura de cerca de 10 a cerca de 90 °C, mais tipicamente, de cerca de 15 a cerca de 35 °C, e ainda mais tipicamente, de cerca de 20 a cerca de 30 °C.

Em uma modalidade, as partículas de polissacarídeos entram em contato com o composto de titânio no meio aquoso por um período de tempo de cerca de 1 minuto a cerca de 2 horas, mais tipicamente, de cerca de 5 minutos a cerca de 60 minutos, e ainda mais tipicamente de cerca de 15 a cerca de 35 minutos.

Processos para fazer derivados de polissacarídeos são geralmente conhecidos. Tipicamente, o polissacarídeo reage com um ou mais agentes derivatizantes sob condições reacionais apropriadas para produzir um polissacarídeo guar tendo os grupos substituintes desejados. Reagentes derivatizantes adequados são disponíveis comercialmente e tipicamente contêm um grupo reativo funcional, como um grupo epóxi, um grupo cloridrina ou um grupo etilenicamente insaturado, e pelo menos um outro grupo substituinte, tal como um grupo substituinte catiônico, não-iônico ou aniônico, ou um precursor de um grupo substituinte por molécula, em que o grupo substituinte pode estar ligado ao grupo funcional reativo do agente derivatizante pelo grupo de ligação bivalente, como um grupo alquileno ou oxialquileno. Grupos substituintes catiônicos adequados incluem grupos primários, secundários ou terciários ou grupos amônio quaternário, sulfônico ou fosfínico. Grupos

substituintes não-iônicos adequados incluem grupos hidroxialquila, tal como grupos hidroxipropila. Grupos aniônicos adequados incluem grupos carboxialquil, tais como grupos carboximetil. Os grupos substituintes catiônicos, não-iônicos e/ou aniônicos podem ser introduzidos nas cadeias polissacarídicas de guar através de uma série de reações ou por reações simultâneas com os respectivos agentes derivatizantes apropriados.

Em uma modalidade, o polissacarídeo reage com um agente de derivatização de óxido de alquileno, como óxido de etileno, óxido de propileno ou óxido de butileno, sob condições de alcoxilação conhecidas para adicionar grupos substituintes hidroxialquila e/ou poli(alquilenóxi) nas cadeias de polissacarídeos de guar.

Em uma modalidade, o polissacarídeo reage com um agente derivatizante de ácido carboxílico, como monocloroacetato de sódio, em condições de esterificação conhecidas, para adicionar grupos carboxialquila nas cadeias de polissacarídeo guar.

Em uma modalidade, o agente derivatizante compreende um grupo substituinte catiônico que compreende um radical de nitrogênio catiônico, mais tipicamente, um radical de amônio quaternário. Radicais de amônio quaternários típicos são radicais de trialquilamônio, como radicais de trimetilamônio, radicais de trietilamônio, radicais de tributilamônio, radicais de arildialquilamônio, como radicais de benzildimetilamônio, e os radicais de amônio em que o átomo de nitrogênio é um membro de uma estrutura de anel, como os radicais piridínio e os radicais imidazolina, cada um em combinação com um contra-íon, tipicamente um

conta-íon de cloreto, brometo ou iodeto. Em uma modalidade, o grupo substituinte catiônico é ligado ao grupo funcional reativo do agente cationizante por um alquileno ou grupo de ligação oxialquileno.

Reagentes cationizantes adequados incluem, por exemplo:

compostos de nitrogênio catiônicos epóxi-funcionais como, por exemplo, cloreto de 2,3-epoxipropiltrimetilamônio

compostos de nitrogênio catiônicos cloridrina funcionais como, por exemplo, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropillaurildimetilamônio, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropilestearildimetilamônio e

compostos de nitrogênio vinil, ou (met)-acrilamida funcionais, tais como cloreto de metacrilamidopropil trimetilamônio.

Em uma modalidade, o polissacarídeo reage com um composto de amônio quaternário cloridrina-funcional na presença de uma base, em meio aquoso sob condições relativamente brandas, tais como aquecimento até uma temperatura de 40 °C a 70 °C, para produzir partes de guar catiônicas, isto é, partes de guar derivatizadas com grupos catiônicos funcionais.

Em uma modalidade, o polissacarídeo compreende moléculas de polissacarídeo tendo um ou mais grupos substituintes por molécula, em que pelo menos uma parte dos grupos substituintes foram adicionados pela reação do polissacarídeo com um ou mais agentes derivatizantes em meio aquoso sob condições reacionais apropriadas.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado é

composto por moléculas de polissacarídeo com um ou mais grupos substituintes por molécula, em que todos ou quase todos os grupos substituintes foram adicionados pela reação do polissacarídeo com um ou mais agentes derivatizantes em meio aquoso sob condições reacionais apropriadas em uma ou mais etapas de reação de derivatização.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado é composto por moléculas de polissacarídeo com um ou mais grupos substituintes por molécula, em que uma primeira porção dos grupos substituintes foi adicionada pela reação do polissacarídeo com um ou mais agentes derivatizantes sob condições reacionais apropriadas em um primeiro meio líquido, e uma segunda porção dos grupos substituintes foram adicionados pela reação do polissacarídeo com um ou mais segundos agentes de derivatização em um segundo meio líquido sob condições reacionais apropriadas, onde pelo menos um primeiro meio líquido e o segundo meio líquido é um meio aquoso.

Em uma modalidade, o primeiro e o segundo meio líquido são meios aquosos. Em uma modalidade, o primeiro e o segundo meio líquido são cada um o mesmo meio aquoso. Em uma modalidade na qual o primeiro e o segundo meio líquido são o mesmo meio aquoso, as reações de derivatização com o primeiro e o segundo agente de derivatização podem ser realizadas simultaneamente ou em série no mesmo meio aquoso.

Em uma modalidade, um dentre o primeiro e o segundo meio líquido é um meio aquoso e o outro do primeiro e segundo meio líquido é um meio líquido diferente de um meio aquoso e a reação de derivatização no primeiro meio líquido

é realizada antes da reação de derivatização no segundo meio líquido. Em uma modalidade, o primeiro meio de líquido é um meio aquoso e o segundo meio líquido é um meio líquido diferente de um meio aquoso como, por exemplo, um solvente orgânico polar, mais tipicamente, um solvente orgânico miscível em água. Em uma modalidade, o primeiro meio líquido é um meio líquido diferente de um meio aquoso e o segundo meio líquido é um meio aquoso.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado é produzido pela reação de partes de guar com um agente de derivatização em meio aquoso que estão na forma de goma inchável com água compreendendo de cerca de 30 a 60 ppp, mais tipicamente de 30 a 50 ppp, partes de guar e 40 a 70 ppp, mais tipicamente de 50 a 70 ppp, água por 100 ppp de goma inchável com água.

Em uma modalidade, a etapa de contatar o polissacarídeo derivatizado com o meio de lavagem aquoso é realizada após a etapa de reação da polissacarídeo com um agente de derivatização em meio reacional aquoso sob condições reacionais apropriadas. Em uma modalidade, uma goma inchável com água produzida pela reação de partes de guar com um agente de derivatização em meio reacional aquoso entra em contato com o meio de lavagem aquoso.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado é deixado esfriar, tipicamente até uma temperatura inferior ou igual a cerca de 50 °C antes de lavar as partes de guar derivatizadas.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado é lavado com o meio aquoso, pelo contato do polissacarídeo derivatizado com o meio aquoso e, em seguida, separando

fisicamente o meio de lavagem aquoso, sob a forma de uma solução de rinsagem aquosa, a partir do polissacarídeo derivatizado, onde as etapas de contato e separação em conjunto constituem uma "etapa de lavagem".

Uma ou mais etapas de lavagem são realizadas em qualquer recipiente de processo adequado. Cada etapa de lavagem pode ser realizada como um processo em lote como, por exemplo, em uma frasco de mistura agitado, ou como um processo contínuo como, por exemplo, em uma coluna em que um jato de partes de guar derivatizadas entra em contato com um jato de co-corrente ou contra-corrente do meio de lavagem aquoso.

Em uma modalidade, o meio de lavagem aquoso consiste essencialmente de água, ainda mais tipicamente, de água deionizada.

Em uma modalidade, polissacarídeo derivatizado entra em contato com de cerca de 2 a cerca de 30 quilogramas ("Kg"), mais tipicamente de cerca de 5 a cerca de 20 Kg, ainda mais tipicamente de cerca de 5 a cerca de 15 Kg de meio de lavagem aquoso por cada quilograma de sólidos de polissacarídeo derivatizados por etapa de lavagem.

Em uma modalidade, cada etapa de lavagem compreende o contato do polissacarídeo derivatizado com um meio de lavagem aquoso por um tempo de contato de até cerca de 30 minutos, mais tipicamente de cerca de 30 segundos a cerca de 15 minutos, ainda mais tipicamente de cerca de 1 minuto a cerca de 8 minutos por etapa de lavagem.

O polissacarídeo derivatizados lavado é separado do meio de lavagem aquoso por qualquer meio adequado de remoção de água como, por exemplo, filtração e/ou

centrifugação. Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado lavado é separado do líquido de lavagem por centrifugação.

Em uma modalidade, as partes de guar derivatizadas reticuladas de titânio sem água têm um conteúdo de água inferior ou igual a cerca de 80 por cento em peso ("% em peso"), mais tipicamente inferior ou igual a cerca de 70% em peso.

As partículas de polissacarídeos derivatizadas sem água são secas e moídas para produzir partículas de guar derivatizadas.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado é seco por qualquer meio de secagem adequado como, por exemplo, secagem ao ar, secagem em leito fluidizado, trituração por esguicho, liofilização, até um conteúdo de umidade inferior a ou igual a cerca de 20% em peso, mais tipicamente menor ou igual a cerca de 15% em peso.

Em uma modalidade, partes de guar derivatizadas reticuladas de titânio seco são trituradas por qualquer meio de redução de tamanho de partícula adequado como, por exemplo, um moinho de trituração. Em uma modalidade, as partes de guar são simultaneamente secas e moídas em um procedimento de "moagem por esguicho", em que um jato de partes de guar e um jato de ar aquecido são simultaneamente introduzidos em um moinho de trituração.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado reticulado de titânio de acordo com a presente invenção compreende um polissacarídeo galactomanano que é substituído em um ou mais sítios do polissacarídeo com um grupo substituinte que é independentemente selecionado para

cada sítio do grupo consistindo de grupos substituintes catiônicos, grupos substituintes não-iônicos e grupos substituintes aniônicos.

Em uma modalidade, o polissacarídeo derivatizado reticulado de titânio de acordo com a presente invenção é selecionado a partir de hidroxipropiltrimetilamonioguar, hidroxipropil-laurildimetilamonioguar, hidroxipropilestearildimetilamonioguar e hidroxipropilguar, carboximetilguar, guar com grupos hidroxipropila e grupos de hidroxipropiltrimetilamônio e suas misturas.

Em uma modalidade, goma de guar reticulada derivatizada de titânio de acordo com a presente invenção apresenta um grau total de substituição ("DST") de cerca de 0,001 a cerca de 3,0, onde:

DST é a soma de DS para os grupos substituintes catiônicos ("DScatiônico"), o DS para os grupos substituintes não-iônicos ("DSnão-iônico") e o DS para grupos substituintes aniônicos ("DSaniônicos"),

DScatiônico é de 0 a cerca de 3, mais tipicamente, de cerca de 0,001 a cerca de 2,0, e ainda mais tipicamente de cerca de 0,001 a cerca de 1,0,

DSnão-iônico é de 0 a 3,0, mais tipicamente de cerca de 0,001 a cerca de 2,5, e ainda mais tipicamente de cerca de 0,001 a cerca de 1,0, e

DSaniônico é de 0 a 3,0, mais tipicamente de cerca de 0,001 a cerca de 2,0.

Em uma modalidade, o peso molecular da goma guar pode ser reduzido por meios conhecidos, por exemplo, por tratamento com peróxido. A redução do peso molecular pode ser realizada antes ou após o tratamento com o composto de

titânio e antes ou após o tratamento com o agente de derivatização. Na modalidade, a goma guar é tratada para reduzir o seu peso molecular subsequente à reticulação do guar com o composto de titânio e antes de tratar o guar com um agente de derivatização.

Em uma modalidade, o conteúdo de boro do polissacarídeo reticulado com titânio de acordo com a presente invenção varia de uma quantidade não-detectável baixa até menos de cerca de 50 ppm, mais tipicamente de uma quantidade não-detectável baixa até menos de cerca de 20 ppm, e ainda mais tipicamente de uma quantidade não-detectável baixa até menos de cerca de 10 ppm, conforme medido por espectroscopia de massa.

Em uma modalidade, as partículas de guar derivatizadas reticuladas com titânio de acordo com a presente invenção têm uma média de tamanho de partícula médio ("D50") de cerca de 10 a cerca de 300 micrômetros ("μm"), mais tipicamente de cerca de 20 a cerca de 200 μm, conforme medido por espalhamento de luz.

As reticulações do polissacarídeo reticulado com titânio são reversíveis e o polissacarídeo reticulado tende a ser desreticulado, na presença de água.

Em uma modalidade, as partículas polissacarídeo reticulado com titânio são dispersas em água em um pH maior ou igual a cerca de 10, mais tipicamente maiores do que ou iguais a cerca de 12, para formar uma dispersão aquosa de partículas de polissacarídeos, geralmente compreendendo, com base em 100 ppp da dispersão, de cerca de 2 a cerca de 15 ppp, mais tipicamente 5 a 12 ppp, partículas de polissacarídeos reticuladas e de cerca de 85 a cerca de 98

ppp, mais tipicamente de cerca de 88 a cerca de 95 ppp de água. Em um pH maior ou igual a 10, mais tipicamente maior ou igual a cerca de 12, as partículas do polissacarídeo reticulado tendem a se desreticular lentamente. A lenta desreticulação permite que as partículas de polissacarídeo permaneçam pelo menos parcialmente reticuladas por algum tempo, durante o que a dispersão aquosa tende a permanecer fluida e facilmente tratável e não formam um gel inchável em água relativamente intratável.

Em uma modalidade, uma dispersão aquosa de 10% em peso de partículas de guar reticulado com titânio em pH maior ou igual a 10, mais tipicamente maior ou igual a cerca de 12, permanece fluida por um período de tempo maior ou igual a cerca de 10 minutos, mais tipicamente, maior ou igual a cerca de 15 minutos.

Em uma modalidade, o período de tempo durante o qual a dispersão aquosa de partículas de polissacarídeo reticuladas com titânio permanece fluida é prolongado pela redução da concentração de partículas de polissacarídeo reticuladas na dispersão. Em uma modalidade, uma dispersão de 5% em peso das partículas de guar reticulado com titânio em pH maior ou igual a 10, mais tipicamente maior ou igual a cerca de 12, permanece fluida por um período de tempo maior ou igual a cerca de 15 minutos, mais tipicamente, maior ou igual a cerca de 30 minutos.

Em uma modalidade, o período de tempo durante o qual uma dispersão de partículas de polissacarídeo reticuladas com titânio em um meio aquoso permanece fluida é prolongado através do aumento da força iônica do meio aquoso. Em uma modalidade, uma dispersão aquosa de partículas de

polissacarídeo reticulado com titânio compreende, com base em 100 ppp da dispersão, de cerca de 2 a cerca de 15 ppp de partículas de polissacarídeo reticulado com titânio e de cerca de 85 a cerca de 98 ppp de água. Em uma modalidade, a dispersão aquosa de polissacarídeos reticulados com titânio compreende, com base em 100 ppp da dispersão, de cerca de 1 a cerca de 30 ppp de partículas de polissacarídeo reticulado com titânio, de cerca de 65 a cerca de 96 ppp de água, e de cerca de 5 a cerca de 20 ppp de um eletrólito, tipicamente um metal alcalino ou sal de amônio, mais tipicamente NaCl. Em uma modalidade, uma dispersão 10% em peso de partículas de polissacarídeo reticuladas com titânio em uma solução salina aquosa em um pH maior ou igual a 10, mais tipicamente maior ou igual a cerca de 12, permanece fluida por um período de tempo maior ou igual a cerca de 15 minutos, mais tipicamente maior ou igual a cerca de 20 minutos, e ainda mais tipicamente por um período de tempo maior do que 30 minutos.

Em um pH acima de cerca de 10, mais tipicamente maior ou igual a cerca de 12, a reticulação do polissacarídeo reticulado com titânio efetivamente oferece uma rede de polímeros que não é facilmente inchável ou solúvel em água. A reticulação não é permanente e pode ser rapidamente revertida por ajuste do pH para fornecer moléculas de guar não-reticuladas. No caso de polissacarídeo guar, as moléculas guar não-reticuladas normalmente apresentam um peso de peso molecular médio entre cerca de 500.000 a cerca de 15.000.000 gramas por mole, mais tipicamente um peso de molecular médio de cerca de 1.000.000 e cerca de 10.000.000 gramas por mole, mais tipicamente um peso de peso molecular

médio entre cerca de 2.000.000 e cerca de 5.000.000 gramas por mol, e são capazes de serem dissolvidas em água para produzir uma solução aquosa viscosa.

Embora não se deseje se ater à teoria, acredita-se que uma porção do polissacarídeo permanece sob a forma de complexos solúveis em água que compreende duas ou mais moléculas de polissacarídeo ligadas por reticulações de titânio não-revertidas e exibindo um peso molecular que é maior, por exemplo, por um fator de 2 a 5 do que o peso molecular das moléculas de polissacarídeo não-reticuladas individuais.

Um polissacarídeo reticulado com titânio de acordo com a presente invenção é capaz de ser desreticulado, isto é, através da liberação das reticulações de titânio, e hidratado em meio aquoso com pH abaixo de cerca de 10, mais tipicamente menor do que cerca de 9, e ainda mais tipicamente menor ou igual a cerca de 7.

Em uma modalidade, partículas de guar reticuladas com titânio são dispersas, tipicamente em uma quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 2 ppp de partículas de guar por 100 ppp de dispersão aquosa, antes do ajuste de pH para reverter a reticulação. Em uma modalidade, tal dispersão é formada por diluição de uma dispersão mais concentrada aquosa de partículas guar derivatizadas reticuladas com titânio.

Em uma modalidade, o pH do meio aquoso é ajustado até um pH eficaz para permitir a rápida desreticulação e hidratação da guar derivatizado, adicionando uma quantidade eficaz de um ácido adequado. Em uma modalidade, o ácido é selecionado a partir do ácido cítrico, ácido acético ou

ácido clorídrico. Em uma modalidade, o pH do meio aquoso é ajustado pela adição de ácido cítrico.

Em uma modalidade, a goma guar derivatizada reticulada com titânio de acordo com a presente invenção é capaz de formar uma solução substancialmente homogênea em um pH menor do que cerca de 7 por agitação de uma mistura de água e 1% da goma guar por menos do que ou igual a 8 horas, mais tipicamente, menos do que ou igual a 4 horas, e ainda mais tipicamente, menos de ou igual a 2 horas. Conforme aqui utilizado, a terminologia "solução pelo menos substancialmente homogênea" significa uma mistura aquosa compreendendo a goma que parece, por exame visual, como sendo uma fase única.

Em uma modalidade, uma solução 1% da goma guar derivatizada hidratada desreticulada de acordo com a presente invenção em água deionizada exibe uma viscosidade de cerca de 50 a cerca de 6000 centiPoise ("cP"), mais tipicamente de cerca de 100 a cerca de 5000 cP, conforme medido utilizando um viscosímetro Brookfield RV (Brookfield Engineering Laboratories Inc. Middleboro, MA).

Polissacarídeos que foram reticulados de acordo com o método da presente invenção são úteis em aplicações de cuidados pessoais como, por exemplo, xampus, lavagens corporais, sabonetes, loções, cremes, condicionadores, produtos para barbear, lavagens faciais, xampus neutralizantes, géis para estilizar o cabelo, lenços pessoais e tratamentos de pele.

Em uma modalidade, a composição de cuidados pessoais da presente invenção compreende um polissacarídeo que foi reticulado de acordo com o método da presente invenção e um

ou mais "agentes de benefício", isto é, materiais conhecidos na técnica que proporcionam um benefício de cuidado pessoal, como hidratação ou condicionamento, ao usuário da composição de cuidados pessoais como, por exemplo, agentes de limpeza, tais como tensoativos aniônicos, tensoativos catiônicos, tensoativos anfotéricos, tensoativos zwiteriônicos e tensoativos não-iônicos, bem como emolientes, hidratantes, condicionadores, polímeros, vitaminas, abrasivos, absorvedores de UV, agentes antimicrobianos, agentes anti-caspa, fragrâncias, agentes de despigmentação, refletores, espessantes, agentes para desembaraçar/pentear cabelo úmido, polímeros formadores de filme, umectantes, agentes de aminoácidos, agentes antimicrobianos, inibidores de alergia, agentes anti-acne, agentes anti-envelhecimento, agentes anti-rugas, antissépticos, analgésicos, antitussígenos, antipruriginosos, anestésicos locais, agentes anti perda de cabelo, agentes promotores de crescimento de cabelo, agentes inibidores de crescimento de cabelo, antiistamínicos, agentes antiinfecção, inibidores da inflamação, anti-eméticos, anticolinérgicos, vasoconstritores, vasodilatadores, promotores de cicatrização de feridas, peptídeos, polipeptídeos e proteínas, desodorantes e antitranspirantes, agentes medicamentosos, amaciadores de cabelo, agentes de bronzeamento, os agentes de clareamento da pele, agentes de depilação, preparações para barbear, analgésicos externos, contra-irritantes, agentes para hemorróidas, inseticidas, produto de hera venenosa, produtos de carvalho venenoso, produtos para queimadura, agentes anti-exantema de fralda,

agentes de fofagem, preparações de maquiagem, aminoácidos e seus derivados, extratos de ervas, retinóides, flavóides, sensitivos, anti-oxidantes, clareadores de cabelo, intensificadores da renovação celular, corantes, e misturas dos mesmos.

Em uma modalidade, a composição de cuidados pessoais da presente invenção compreende um ativo anti-caspa como, por exemplo, sais de piridinotiona, azóis, sulfeto de selênio, partículas de enxofre, agentes queratolíticos e misturas dos mesmos.

Em uma modalidade, a composição de cuidados pessoais de acordo com a presente invenção é uma composição aquosa que compreende, com base em 100 ppp da composição:

(a) mais do que cerca de 0,001 ppp, mais tipicamente de cerca de 0,01 a cerca de 0,8 ppp, e ainda mais tipicamente de cerca de 0,1 a cerca de 0,4 ppp de um polissacarídeo que foi reticulado de acordo com o método da presente invenção, e

(b) mais do que cerca de 1 ppp, tipicamente de cerca de 5 a cerca de 20 ppp, e ainda mais tipicamente de cerca de 10 a cerca de 15 ppp de um tensoativo selecionado de tensoativos catiônicos, tensoativos aniônicos, tensoativos anfotéricos, tensoativos zwiteriônicos, tensoativos não-iônicos e suas misturas.

Em uma modalidade, o componente de polissacarídeo da composição de cuidados pessoais foi pelo menos parcialmente desreticulado.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é um guar que foi reticulado pelo método da presente invenção.

Em uma modalidade, o polissacarídeo é um guar

derivatizado que foi reticulado pelo método da presente invenção.

Em uma modalidade, a composição de cuidados pessoais inclui ainda um agente de benefício de cuidados pessoais, mais tipicamente, um agente condicionador, um agente anti-caspa ou uma mistura dos mesmos.

Em uma modalidade, o componente tensoativo (b) da composição de cuidados pessoais de acordo com a presente invenção compreende um tensoativo zwiteriônico, mais tipicamente um tensoativo zwiteriônico selecionado dentre alquilbetaínas e amidoalquilbetaínas.

Em uma modalidade, o componente tensoativo (b) da composição de cuidados pessoais de acordo com a presente invenção compreende uma mistura de um tensoativo zwiteriônico, mais tipicamente um tensoativo zwiteriônico selecionado dentre alquilbetaínas e amidoalquilbetaínas, e um tensoativo aniônico, mais tipicamente selecionado a partir de sais de alquilsulfatos e alquiletersulfatos.

Os tensoativos catiônicos adequados para uso na composição de cuidados pessoais são bem conhecidos na técnica e incluem, por exemplo, tensoativos de amônio quaternário e tensoativos de amina quaternária que não são somente carregados positivamente no pH da composição de cuidados pessoais, que geralmente é de cerca de pH 10 ou menor, e solúveis na composição de cuidados pessoais. Em uma modalidade, o tensoativo catiônico compreende pelo menos um óxido de N-acilamidopropildimetilamina, como o óxido de cocamidopropilamina.

Tensoativos aniônicos apropriados para o uso na composição de cuidados pessoais são bem conhecidos na arte

e incluem, por exemplo, laurilsulfato de amônio, lauret sulfato de amônio, laurilsulfato de trietilamina, lauretsulfato de trietilamina, laurilsulfato de trietanolamina, lauretsulfato de trietanolamina, laurilsulfato de monoetanolamina, lauretsulfato de monoetanolamina, laurilsulfato de dietanolamina, lauretsulfato de dietanolamina, sulfato de monoglicerídeo de sódio láurico, lauril sulfato de sódio, lauret sulfato de sódio , lauril sulfato de potássio, lauret sulfato de potássio, lauril sarcosinato de sódio, lauroil sarcosinato de sódio, lauril sarcosina, cocoil sarcosina, cocoil sulfato de amônio, lauroil sulfato de amônio, cocoil sulfato de sódio, lauroil sulfato de sódio, cocoil sulfato de potássio, lauril sulfato de potássio, lauril sulfato de trietanolamina, lauril sulfato de trietanolamina, cocoil sulfato de monoetanolamina, lauril sulfato de monoetanolamina, tridecilbenzenossulfonato de sódio, dodecilbenzenossulfonato de sódio e suas misturas.

Tensoativos anfotéricos adequados para uso na composição de cuidados pessoais são bem conhecidos na técnica, e incluem aqueles tensoativos amplamente descritos como derivados de aminas secundárias e terciárias alifáticas em que o radical alifático pode ser uma cadeia linear ou ramificada e em que um dos substituintes alifáticos contém de cerca de 8 a cerca de 18 átomos de carbono e um contém um grupo de solubilização de água aniônico como carbóxi, sulfonato, sulfato, fosfato ou fosfonato. Em uma modalidade, o tensoativo anfotérico compreende pelo menos um composto selecionado de cocoanfoacetato, cocoanfodiacetato, lauroanfoacetato e

lauroanfodiacetato.

Tensoativos zwiteriônicos adequados para uso na composição de cuidados pessoais são bem conhecidos na técnica e incluem, por exemplo, os tensoativos amplamente descritos como derivados de amônio quaternário alifático, fosfônio e compostos de sulfônico, nos quais os radicais alifáticos podem ser de cadeia linear ou ramificada, e em que um dos substituintes alifáticos contém de cerca de 8 a cerca de 18 átomos de carbono e um contém um grupo aniônicos, como carbóxi, sulfonato, sulfato, fosfato ou fosfonato. Exemplos específicos de tensoativos zwiteriônicos adequados incluem alquilbetaínas, como cocodimetilcarboximetilbetaína, laurildimetilcarboximetilbetaína, laurildimetilalfa-carboxietilbetaína, cetildimetilcarboximetilbetaína, laurilbis-(2-hidroxietil)carboximetilbetaína, estearilbis-(2-hidroxipropil)carboximetilbetaína, oleildimetilgamacarboxipropilbetaína e lauril bis-(2-hidroxipropil)alfa-carboxietilbetaína, amidopropilbetaínas e alquilsultaínas, como cocodimetilsulfopropilbetaína, estearildimetilsulfopopilbetaína, laurildimetilsulfoetilbetaína, laurilbis-(2-hidroxietil)sulfopropilbetaína e alquilamidopropilidroxisultaínas.

Tensoativos não-iônicos adequados para uso na composição de cuidados pessoais são bem conhecidos na técnica e incluem, por exemplo, alquilglicosídeos de cadeia longa com grupos alquil contendo cerca de 8 átomos de carbono a cerca de 22 átomos de carbono, monoetanolamidas de ácido graxo de coco como cocoamida MEA, dietanolamidas

de ácido graxo de coco e suas misturas.

Em uma modalidade, a composição de cuidados pessoais compreende ainda um agente de condicionamento. Agentes de condicionamento adequados para uso na composição de cuidados pessoais são bem conhecidos na técnica, e incluem quaisquer materiais que sejam usados para fornecer um benefício de condicionamento particular aos cabelos e/ou pele. Nas composições de tratamento de cabelo, agentes condicionadores adequados são aqueles que proporcionam um ou mais benefícios relacionados ao brilho, maciez, propriedades antiestáticas, manipulação úmido, danos, gerenciamento e corpo. Agentes de condicionado úteis em composições de cuidados pessoais, de acordo com a presente invenção tipicamente compreendem um líquido insolúvel em água, dispersável em água, não-volátil que forma partículas líquidas emulsificadas ou são solubilizados pelas micelas de tensoativo, em um componente tensoativo aniônico, como descrito acima e incluem os agentes de condicionamento caracterizados de modo geral como silicones, tais como óleos de silicone, silicones catiônicos, gomas de silicone, silicones altamente refrativos e resinas de silicone e óleos condicionadores orgânicos, tais como os óleos de hidrocarbonetos, poliolefinas e ésteres graxos.

Agentes condicionadores de silicone adequados incluem fluidos de silicone, como poliorganossiloxanos, por exemplo, (poli)alquilsiloxano)s, como (poli)dimetilsiloxano(s), poli(alquilsiloxano(s) cíclico(s), tais como misturas de tetrâmero, pentâmero e hexâmero de ciclometicona, e (poli)alquilarilsiloxano(s), tais como (poli)metilfenilsiloxano(s).

Óleos de condicionamento orgânicos adequados para uso como agente condicionador nas composições de cuidados pessoais incluem ésteres de ácidos graxos, tipicamente aqueles que têm pelo menos 10 átomos de carbono. Estes ésteres graxos incluem ésteres com cadeias de hidrocarbila derivadas de ácidos graxos ou de alcoóis. Os radicais hidrocarbila de ésteres graxos seus podem incluir ou ter covalentemente ligados a eles outras funcionalidades compatíveis, tais como porções amida e alcóxi (por exemplo, etóxi ou ligações éter, etc.). Ésteres graxos adequados incluem, por exemplo, isoestearato de isopropila, laurato de hexila, laurato de isoexila, palmitato de isoexila, palmitato de isopropila, oleato de decila, oleato de isodecila, estearato de hexadecila, estearato de decila, isostearato de isopropila, adipato de diexildecila, lactato de laurila, lactato de miristila, lactato de cetila, estearato de oleíla, oleato de oleíla, miristato de oleíla, acetato de laurila, propionato de cetila e adipato de oleíla. Outros ésteres graxos adequados para uso nas composições de cuidados pessoais são aqueles conhecidos como ésteres de álcool poliídrico. Tais ésteres de álcool poliídrico incluem ésteres de alquilenoglicol. Ainda outros ésteres adequados para uso em composições de cuidados pessoais são glicerídeos incluindo, mas sem se limitar, a mono-, di- e triglicerídeos, de preferência di- e triglicerídeos, com mais preferência triglicerídeos. Uma variedade desses tipos de materiais pode ser obtida a partir de óleos e gorduras animais e vegetais, como óleo de castóreo, óleo de cártamo, óleo de algodão, óleo de milho, azeite, óleo de fígado de bacalhau, óleo de amêndoas, óleo

de abacate, óleo de palma, óleo de gergelim, lanolina e óleo de soja. Os óleos sintéticos incluem, mas não estão limitados, a trioleína e gliceril dilaurato de triestearina.

Em uma modalidade, uma goma guar derivatizada de acordo com a presente invenção fornece distribuição melhorada de um agente condicionador, mais tipicamente um agente condicionador de silicone, em e/ou na pele, cabelos e/ou unhas.

A composição de cuidados pessoais de acordo com a presente invenção pode, opcionalmente, compreender ainda outros ingredientes, além dos agentes de benefício como, por exemplo, os conservantes como o álcool benzílico, metilparabeno, propilparabeno, e imidazolinidiluréia, eletrólitos como cloreto de sódio, sulfato de sódio e citrato de sódio, espessantes, tais como álcool polivinílico, agentes de ajustamento do pH, como o ácido cítrico e hidróxido de sódio, agentes perolizantes ou opacificantes, corantes e agentes sequestrantes, tais como tetracetato de etilenodiamina dissódico.

Exemplo 1

Água de processo (cerca de 26 ppp) e o composto de titânio (cerca de 0,4 ppp) foram cada um carregados em um reator e o conteúdo do reator foi a seguir misturado por 5 minutos. Partes de guar (43 ppp) foram, então, carregadas no reator e os conteúdos do reator foram a seguir misturados por 30 minutos. Um agente derivatizante catiônico (Quat 188, cerca de 17 ppp) foi lentamente adicionado ao reator e os conteúdos do reator foram então misturados por 30 minutos. NaOH (cerca de 13 ppp) foi então

adicionado lentamente e os conteúdos do reator foram então misturados por 20 minutos. Os conteúdos do reator foram então aquecidos e mantidos em uma faixa de temperatura de 60-65 °C por 60 minutos. O conteúdo do reator foi então resfriado a menos de 40 °C e coletado. As partes derivatizadas reticuladas com titânio foram lavadas duas vezes por 2 minutos, cada uma com água na proporção de 10 ppp de água:1 ppp de partes, filtradas, coletadas e moídas por esguicho.

A viscosidade de uma dispersão 5% de goma guar derivatizada reticulada com titânio foi medida em um pH de 12. 95 gramas de água deionizada foram ajustados até pH 12 w/NaOH 0,5 N, 5 gramas de goma guar derivatizada reticulada com titânio foram adicionados e agitados. A viscosidade da dispersão foi medida a 25 °C, utilizando um viscosímetro Brookfield RV equipado com um fuso n° 3 em 20 rpm. Os resultados de viscosidade são definidas a seguir na TABELA I em centipoise (cP).

O pH de uma dispersão de 1% de goma guar derivatizada reticulada com titânio foi ajustado até um valor de 4 para reverter a reticulação e a viscosidade foi então medida. 25 gramas de uma dispersão de 5% da goma guar derivatizada reticulada com titânio foram diluídos até 125 g w/água DI, o pH da dispersão 1% resultante foi ajustado para 4 pela adição de ácido cítrico 50% e da viscosidade da dispersão 1% foi medida foi medida a 25 °C, utilizando um viscosímetro Brookfield RV, utilizando-se um fuso e em uma velocidade adequada para a faixa de viscosidade, imediatamente após o ajuste de pH e novamente após 2 horas da mistura. Os resultados de viscosidade são definidos a

seguir na TABELA I em centipoise (cP).

TABELA I

Ex	Composto de titânio	Dispersão a 5%* (cPs)			Dispersão a 1%** (cPs)			Viscosidade inicial (%)	Viscosidade após 2 h (%)
		5 min	15 min	30 min	5 min	120 min	24 h		
1A	Ditrietanolaminotitanato de diisopropila (TYZOR® TE, DuPont)	260	1050	2680	2440	3280	4140	59%	79%
1B	Diidroxibis[2-hidroxipropanato(2-)-O1,O2] de titanato (2-), sal de amônio (TYZOR LA, Du Pont)	215	-	3700	2100	3150	3710	57%	85%
1C	Acetilacetonato de titânio (TYZOR AA75, DuPont)	150	-	2000	1505	2360	3000	50%	79%
1D	Cloreto de titânio (IV)	500	-	1600	750	2260	3050	25%	74%
1E	Ortoéster de titânio (TYZOR 131, DuPont)	1550	gel	-	2660	3035	3610	74%	84%
C1	Tetraborato de sódio	< 20	< 20	< 20	-	2970	3060	-	97%

*- 95 gramas de água DI ajustada em pH = 12 w/NaOH 0,5 N, adicionar 5 gramas de produto e agitar. Medir a viscosidade a 25 C, RV #3, 20 rpm

**- 25 gramas de dispersão a 5% diluída para 125 g w/DI de água, pH abaixado = 4% w/50% de ácido cítrico, viscosidade medida a 25 C, RV #3, 20 rpm

Exemplo 2

O guar reticulado com titânio do Exemplo 2 foi feito de maneira análoga à descrita acima em relação ao Exemplo 1A e foi desreticulado por diluição de 25 gramas de dispersão guar 5% até 125 g w/água destilada, ajustando o pH para o valor indicado na TABELA II abaixo com o ácido indicado na TABELA II abaixo e em seguida medindo a viscosidade resultante da composição conforme descrito acima em relação aos Exemplos 1A-1E, isto é, a 25 ° C, utilizando um viscosímetro Brookfield RV, utilizando-se um fuso e em uma velocidade adequada para a faixa de viscosidade, nos intervalos de tempo seguindo o ajuste de pH indicado na TABELA II abaixo.

TABELA II

Ex	Ácido	Viscosidade (cPs) em pH = 5			Viscosidade (cPs) em pH = 7			Viscosidade (cPs) em pH = 12 (controle)		
		0min	2h	24h	0min	2h	24h	0min	2h	24h
2	Hal	90	1050	2100	50	400	760	5	10	PS
	Acético	350	1230	1950	50	570	1050			
	Cítrico	1000	2450	2850	1000	2700	2900			

"PS" = fase separada

Os resultados apresentados na Tabela II acima indicam que o ajuste do pH da dispersão de guar reticulada com titânio com ácido cítrico inverteu as reticulações do guar reticulado de titânio de maneira mais rápida e eficiente do que o ácido acético ou Hal.

Exemplo 3

Guar reticulado com titânio feito de maneira análoga à descrita acima em relação ao Exemplo 1A, exceto variando a

quantidade de composto de titânio utilizada e o número de lavagens utilizadas, como observado na TABELA III abaixo, foi utilizado como ingrediente em xampus de condicionamento dos Exemplos 3A, 3B, 3C e 3D. Em cada caso, um xampu foi preparado pela combinação dos componentes listados em um frasco de mistura e misturados.

Componente	ppp/100 ppp de xampu
Mistura de tensoativos (34,6% de água deionizada, 7,2% em peso de MiraTaine BETC30 (30,74% em peso de substância ativa) tensoativo de cocoamidopropilbetaína, 58,1% em peso de Empicol ESB-3M (26,5% em peso de substância ativa) tensoativo de lauril éter sulfato de sódio, 0,055% em peso de biocida isotiazolinona)	90,9
Agente condicionador de silicone "dimeticona" uma emulsão de polidimetilsiloxano aquosa (65% de ingrediente ativo, tamanho de gota de 0,6 μm, emulsão Mirasil DM 500.000, Rhodia)	1,5
Pré-mistura de guar (5% de guar em água deionizada, pH ajustado para 12 e misturada por 15 minutos)	6
NaCl	1,6

Após a adição dos ingredientes listados, o pH foi verificado e ajustado para pH 6,0-6,5, se necessário, usando uma solução de ácido cítrico ou NaOH.

Os xampus dos Exemplos Comparativos C3A e C3B foram feitos de maneira análoga àquela usada para fazer Exemplos 3A, 3B, 3C e 3D, exceto que guar reticulado com boro foi

substituído pelo guar reticulado com titânio, análogo ao do Exemplo C1, foi usado como o componente de guar.

A eficiência com que cada um dos xampus foi capaz de depositar o agente condicionador de silicone no cabelo foi avaliada. A eficiência da deposição de silicone dos xampus foi medido em Cabelo Caucasiano Castanho Médio Virgem (peso dos cachos de cabelo: 4,5 gramas, comprimento abaixo do clipe azul de epóxi: 20 cm) fornecido por IHIP (International Hair Importers & Products Inc.). Duas medições foram feitas por xampu para derivar o valor médio e o desvio padrão. O método inclui as seguintes 4 etapas: (1) pré-tratamento dos cachos de cabelos com solução de SLES 10% (lauril éter sulfato de sódio), (2) tratamento dos cachos de cabelos com o xampu, (3) extração de dimeticona utilizando tetraidrofurano ("THF"), e (4) quantificação da dimeticona extraída por GPC, cada uma descrita em maiores detalhes abaixo.

(1) Cada uma das mechas de cabelo foi pré-tratada com solução 10% de lauret sulfato de sódio (SLES) por: (a) molhadura de cada uma das mechas de cabelo sob água corrente (vazão de água de 150 mililitros/segundo, temperatura da água de 38 °C) por 1 minuto, (b) aplicação de 3 mL de uma solução SLES 10% ao longo de cada mecha do cabelo com a mão, e então (c) enxágue das mechas com água corrente por 1 minuto.

(2) As mechas pré-tratadas foram a seguir tratadas com um dos xampus de condicionamento dos Exemplos da seguinte forma: (a) pesando a quantidade de 450 mg de xampu, (b) rolando as mechas de cabelo ao redor de um dos dedos do experimentador e estirando as mechas pela quantidade de

xampu, (c) massageando com as mãos o cabelo com o xampu por 45 segundos, certificando-se que o xampu foi distribuído uniformemente nas mechas, e depois (d) enxaguando as mechas sob água corrente (fluxo de água de 150 mililitros/segundo, temperatura da água de 38 °C) por 30 segundos, (e) removendo o excesso de água das mechas puxando as mechas pelos dedos médio e indicador do experimentador, e (f), deixando as mechas secarem e equilibrar de um dia para o outro em um ambiente controlado (21 °C, 50% de umidade relativa).

(3) O agente condicionador de silicone foi extraído de cada um dos cachos tratados com THF como a seguir: (a) introduzindo as mechas de cabelo em um frasco de polietileno de 250 mL mantendo as tiras de suporte dos cachos fora do frasco, (b) cortar os cabelos logo abaixo das tiras de suporte e registrando a quantidade de cabelo introduzida no frasco, (c) introduzir cerca de 100 mililitros de THF na garrafa, (d) tampar a garrafa, (e) agitar a garrafa em uma mesa de agitação durante 24 horas a 200 rpm, (f) transferir, sob uma capela, a solução de extrato de THF do frasco para uma placa de evaporação de 150 mL, e (g), deixar a placa sob a capela em uma taxa de ventilação máxima por 24 horas para evaporar o THF.

(4) A quantidade de agente condicionador de silicone extraído foi quantificada através de: (a) tara da placa de evaporação tampada com um vidro de relógio, (b) introdução, sob a capela, de cerca de 4 mililitros de THF na placa de evaporação, (c) usando uma espátula, redissolução da dimeticona na placa de evaporação, (d) uma vez que o silicone foi re-dissolvido, pesando a placa de evaporação

tampada com o vidro de relógio e registrando a quantidade de THF introduzido, (e) transferindo a solução de dimeticona com um seringa em um frasco de 2 mililitros e tampando o frasco, e (f) determinando a concentração de dimeticona da solução no frasco por GPC.

A quantidade de dimeticona depositada no cabelo, Q, expressa em partes por milhão (ppm, μg de dimeticona por g de cabelo) foi então calculada da seguinte forma:

$$Q = \frac{C_{dimeticona} \times m_{THF}}{m_{cabelo}}$$

em que

Cdimeticona é a concentração de dimeticona no frasco GPC expressa em ppm (μg de dimeticona por grama de THF),

mTHF é a quantidade de THF, expressa em gramas, utilizada para redissolver a dimeticona na placa de evaporação, e

mcabelo, a quantidade de cabelo, expressa em gramas, introduzida no frasco de polietileno.

A eficiência de deposição foi calculada da seguinte forma:

$$Y(\%) = \frac{Q \times m_{cabelo}}{10 \times \varphi \times m_{xampú}}$$

em que:

Q é a quantidade de silicone depositada no cabelo (expressa em ppm), mcabelo é a quantidade de cabelo, expressa em gramas, introduzida no frasco de polietileno,

φ é a fração em massa de dimeticona no princípio ativo na formulação de xampu (φ = 0,01 para os exemplos aqui considerados), e

mxampú é a quantidade de xampu, expressa em miligramas, usada para tratar os cabelos (aqui, mxampú ~

450 mg).

Os resultados são apresentados abaixo na TABELA III.

TABELA III

Ex		Rendimento da deposição	Desvio padrão	Quantidade depositada nos cabelos em ppm	Desvio padrão
3A	1% de ditrietanolaminotitanato de diisopropila (TYZOR® TE, DuPont) - 1 lavagem	59%	2%	598	20
3B	1% de ditrietanolaminotitanato de diisopropila (TYZOR® TE, DuPont) - 2 lavagens	63%	1%	632	14
3C	2% de ditrietanolaminotitanato de diisopropila (TYZOR® TE, DuPont) - 1 lavagem	59%	6%	595	56
3D	2% de ditrietanolaminotitanato de diisopropila (TYZOR® TE, DuPont)	65%	0,1%	655	9
C3A	Referência borda, lote 1	52%	3%	524	17
C3B	Referência borda, lote 2	52%	2%	530	12

Os resultados na TABELA III indicam que os xampus contendo os guars reticulados com titânio exibiram deposição significativamente melhorada do agente condicionador nas mechas de cabelo em comparação com os

xampus análogos contendo os guares reticulados com boro.

Exemplo 4

O guar reticulado com titânio do Exemplo 4 foi feito de maneira análoga à descrita acima em relação ao Exemplo 1A, exceto variando a quantidade de composto de titânio e a quantidade de lavagens utilizadas, como observado na TABELA IV abaixo, foi utilizado para preparar uma dispersão 10% aquosa.

O guar reticulado de titânio do Exemplo 4 foi utilizado para preparar duas dispersões aquosas, uma em água deionizada e outra em uma solução aquosa de NaCl a 10%, como a seguir: 108 gramas de água DI ou 108 gramas de uma solução de NaCl 10% foram ajustadas até pH 12 com NaOH 20%. 12 gramas de guar reticulado com titânio do Exemplo 4 foram adicionados e agitados. A viscosidade de cada uma das dispersões foi medida em função do tempo a 25 °C, utilizando um viscosímetro Brookfield RV a 20 rpm. Os resultados são apresentados abaixo na TABELA IV como o tempo (em minutos) necessário para atingir uma viscosidade de 5.000 centipoise.

TABELA IV

		Tempo em min para atingir 5000 cP @ 20 rpm	
Ex	Descrição	Água deionizada	NaCl 10%
4	1% de ditrietanolaminotitanato de diisopropila (TYZOR® TE, DuPont), 1 lavagem	13	30

Os resultados da TABELA IV indicam que a dispersão de

guar reticulado com titânio em água salgada ajuda a manter a dispersão fluida por mais tempo.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir polissacarídeos derivatizados reticulados **caracterizado** pelo fato de compreender:

(a) entrar em contato com partículas de um polissacarídeo com um composto de titânio em meio aquoso, sob condições adequadas para reticular as partículas de modo intra particular;

(b) reagir, antes ou após a etapa de contatar as partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeo derivatizada; e

(c) lavagem das partículas reticuladas e derivatizadas.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a etapa (b) compreende a reação, após a etapa de contatar as partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeos derivatizados.

3. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que a etapa (b) compreende a reação, antes da etapa de contatar as partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeos derivatizadas.

4. Método, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo consistindo de compostos de titânio (II), titânio (III), titânio (IV), titânio (VI) e suas misturas.

5. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo consistindo de um sal de titânio, um éster de titânio e misturas dos mesmos.

6. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo consistindo de tetracloreto de titânio, tetrabrometo de titânio, tetraminotitanato, acetilacetonato de titânio, trietanolaminotitanato, lactato de titânio, n-butilpolititanato, tetrapropanolato de titânio, titanato de octilenoglicol, tetra-n-butiltitanato, tetra-n-butiltitanato, tetra-2-etilexiltitanato, tetraisopropiltitanato tetraisopropiltitanato, ditrietanolaminotitanato de diisopropila, ortoéster de titânio, cloreto de titânio (IV) e suas misturas.

7. Composição de polissacarídeo derivatizada reticulada **caracterizada** pelo fato de compreender, com base em 100 partes por peso (ppp) da composição, de cerca de 1 a cerca de 30 ppp de polissacarídeos derivatizados reticulados feitos pelo método da reivindicação 1, de cerca de 65 a cerca de 95 ppp de água, e de cerca de 5 a cerca de 20 ppp de um eletrólito.

8. Composição de polissacarídeo, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizada** pelo fato de que o eletrólito é selecionado do grupo consistindo de um metal alcalino, sal de amônio, cloreto de sódio, citrato de

sódio, sulfato de sódio e suas misturas.

9. Composição de polissacarídeo derivatizada reticulada **caracterizada** pelo fato de compreender, com base em 100 partes por peso (ppp) da composição, de cerca de 1 a cerca de 15 ppp de polissacarídeos derivatizados reticulados feitos pelo método de acordo com a reivindicação 1, e de cerca de 85 a cerca de 98 ppp de água.

10. Método para fazer polissacarídeos derivatizados reticulados **caracterizado** pelo fato de compreender:

(a) entrar em contato com partículas de um polissacarídeo com um composto de titânio em meio aquoso, sob condições adequadas para reticular as partículas de modo intra particular;

(b) reagir, antes ou após a etapa de contatar as partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeo derivatizadas;

(c) despolimerizar as partículas de polissacarídeo (i) antes ou após a etapa de contatar as partículas com o composto de titânio, ou (ii) antes ou após a etapa de reagir as partículas com o agente de derivatização; e

(d) lavar as partículas reticuladas e derivatizadas.

11. Método, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que a etapa (b) compreende reagir, após a etapa de contatar as partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, as partículas de

polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeo derivatizadas.

12. Método, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que a etapa (b) compreende a reação, antes da etapa de contatar as partículas de polissacarídeo com o composto de titânio, das partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeo derivatizadas.

13. Método, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo consistindo de compostos de titânio (II), titânio (III), titânio (IV), titânio (VI) e suas misturas.

14. Método, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo consistindo de um sal de titânio, um quelante de titânio, um éster de titânio e suas misturas.

15. Método, de acordo com reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo consistindo de tetracloreto de titânio, tetrabrometo de titânio, tetraminotitanato, acetilacetonato de titânio, trietanolaminotitanato, lactato de titânio, n-butilpolititanato, tetrapropanolato de titânio, titanato de octilenoglicol, tetra-n-butiltitanato, tetra-n-butiltitanato, tetra-2-etilexiltitanato, tetraisopropiltitanato tetraisopropiltitanato, ditrietanolaminotitanato de diisopropila, ortoéster de titânio, cloreto de titânio (IV) e suas misturas.

16. Composição de polissacarídeo derivatizada reticulada **caracterizada** pelo fato de compreender, com base em 100 partes por peso (ppp) da composição, de cerca de 1 a cerca de 30 ppp de polissacarídeos derivatizados reticulados feitos pelo método de acordo com a reivindicação 10, de cerca de 65 a cerca de 95 ppp de água, e de cerca de 5 a cerca de 20 ppp de um eletrólito.

17. Composição do polissacarídeo, de acordo com a reivindicação 16, **caracterizada** pelo fato de que o eletrólito é selecionado do grupo consistindo de um metal alcalino, sal de amônio, cloreto de sódio, citrato de sódio, sulfato de sódio e suas misturas.

18. Método para fazer polissacarídeos derivatizados reticulados **caracterizado** pelo fato de compreender:

(a) reagir as partículas de polissacarídeo com um agente derivatizante sob condições adequadas para produzir partículas de polissacarídeos derivatizadas;

(b) lavagem as partículas derivatizadas;

(c) colocar em contato, simultaneamente ou após a etapa de lavagem das partículas derivatizadas, as partículas derivatizadas com um composto de titânio sob condições adequadas para reticular as partículas de modo intra particular.

19. Método, de acordo com a reivindicação 18, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo consistindo de compostos de titânio (II), titânio (III), titânio (IV), titânio (VI) e suas misturas.

20. Método, de acordo com a reivindicação 18, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é

selecionado do grupo consistindo de um sal de titânio, um quelato de titânio, um éster de titânio e suas misturas.

21. Método, de acordo com a reivindicação 18, **caracterizado** pelo fato de que o composto de titânio é selecionado do grupo constituído por tetracloreto de titânio, tetrabrometo de titânio, tetraminotitanato, acetilacetonato de titânio, trietanolaminotitanato, lactato de titânio, n-butilpolititanato, tetrapropanolato de titânio, titanato de octilenoglicol, tetra-n-butiltitanato, tetra-n-butiltitanato, tetra-2-etilexiltitanato, tetraisopropiltitanato tetraisopropiltitanato, ditrietanolaminotitanato de diisopropila, ortoéster de titânio, cloreto de titânio (IV) e suas misturas.

RESUMO

MÉTODO DE RETICULAÇÃO E POLISSACARÍDEO RETICULADO FEITO POR TAL MÉTODO

Um método para reticular um polissacarídeo inclui a etapa de colocar em contato as partículas do polissacarídeo com um composto de titânio em meio aquoso sob condições apropriadas para reticular as partículas discretas de modo intraparticular.