



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

(11) BR 112012020147-6 B1



(22) Data do Depósito: 12/01/2011

(45) Data de Concessão: 22/12/2020

(54) Título: COMPOSIÇÃO COSMÉTICA CONTENDO ÉSTER PARCIAL DE POLIGLICEROL, E SEUS USOS

(51) Int.Cl.: A61K 8/37; A61Q 5/12; A61Q 9/02; A61Q 19/10.

(30) Prioridade Unionista: 12/02/2010 EP 10153429.5.

(73) Titular(es): EVONIK DEGUSSA GMBH.

(72) Inventor(es): HANS HENNING WENK; PETER LERSCH.

(86) Pedido PCT: PCT EP2011050304 de 12/01/2011

(87) Publicação PCT: WO 2011/098311 de 18/08/2011

(85) Data do Início da Fase Nacional: 10/08/2012

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO COSMÉTICA CONTENDO ÉSTER PARCIAL DE POLIGLICEROL. A presente invenção refere-se a composições cosméticas contendo ésteres parciais de poliglicerol de ácidos carboxílicos lineares não substituídos e ácidos carboxílicos bifuncionais com as condições de que o éster parcial de poliglicerol compreenda um valor de HLB de 2 a 8 e que o poliglicerol obtido por hidrólise ou alcoólise do éster parcial de poliglicerol compreenda um grau de polimerização médio de 2 a 8 e pelo menos 1% do poliglicerol compreenda estruturas cíclicas. A presente invenção também se refere ao uso dos ésteres de poliglicerol mencionados acima para a produção de composições cosméticas e uso nas mesmas.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**COMPOSIÇÃO COSMÉTICA CONTENDO ÉSTER PARCIAL DE POLIGLICEROL, E SEUS USOS**".

Campo da Invenção

[0001] A presente invenção se refere a composições cosméticas contendo ésteres parciais de poliglicerol de ácidos carboxílicos lineares não substituídos e ácidos carboxílicos bifuncionais com as condições de que o éster parcial de poliglicerol compreenda um valor de HLB entre 2 e 10 e que o poliglicerol obtido por hidrólise ou alcoólise do éster parcial de poliglicerol compreenda um grau de polimerização médio de 2 a 8 e pelo menos 1% do poliglicerol compreenda estruturas cíclicas. A presente invenção também se refere ao uso dos ésteres de poliglicerol mencionados acima para a produção de composições cosméticas e uso nas mesmas.

Antecedentes da Invenção

[0002] O uso de ésteres de poliglicerol em aplicações cosméticas é conhecido *per se*:

[0003] A Publicação de Patente Alemã DE 38 18 292 A1 se refere a um processo para a preparação de ésteres de ácidos graxos ou de hidróxi ácidos graxos de derivados de isopropilideno de um poliglicerol e seu uso para preparações cosméticas e agentes para o cuidado da pele.

[0004] A Publicação Europeia EP 0 451 461 B1 descreve o uso de misturas de ésteres de poliglicerol de ácidos graxos como emulsificantes em preparações cosméticas e farmacêuticas. Estes são obteníveis pela esterificação parcial de poligliceróis com pelo menos um ácido graxo saturado tendo 12 a 22 átomos de C ou pelo menos um ácido graxo insaturado tendo 16 a 22 átomos de C, onde a mistura de ácidos graxos insaturados ou ácidos graxos empregada pode conter adicionalmente até 10% em peso de ácidos graxos saturados tendo 16 a 22

átomos de C. O grau de esterificação dos ácidos graxos saturados ou insaturados na mistura varia entre 20 e 70%.

[0005] O documento JP2008308415 descreve cremes de enxaguar para os cabelos, tratamentos para os cabelos, ou condicionadores para os cabelos que diminuem o volume aumentado dos cabelos em ambientes de muita umidade e contêm polímeros de metacrilato, ésteres de poliglicerina com ácidos graxos, alditóis, e tensoativos catiônicos. Diglicerol di-isoestearato é dado como um exemplo adequado de éster de poliglicerol.

[0006] O documento JP2008280329 descreve ésteres de poliglicerina com ácidos graxos como agentes gelificantes para óleos cosméticos.

[0007] O documento JP2008208050 descreve detergentes contendo derivados de polialquil glicosídeo e ésteres de monoácidos graxos com poliglicerina (grau de monoesterificação $\geq 70\%$) tendo propriedades espumantes excelentes e boa compatibilidade com a pele.

[0008] O documento JP2008195689 descreve composições para o cuidado da pele e dos cabelos compreendendo microemulsões e contendo ésteres de poliglicerina com C8-22 ácidos graxos e tendo um valor de HLB ≥ 13 .

[0009] O documento WO2005115328 divulga produtos para o cuidado da pele e dos cabelos tendo um perfil de desempenho aprimorado contendo polímeros catiônicos e ésteres de poliglicerina com ácidos graxos.

[00010] Mashiko et al. descrevem o uso de isoestearatos de poliglicerina em produtos para o cuidado dos cabelos (Fragrance Journal 1998, 26(5), 64-70).

[00011] Takano et al. descrevem o uso de Nikkomulse 61H (contendo poligliceril-10 pentaestearato) para aplicações em condicionadores de cabelo.

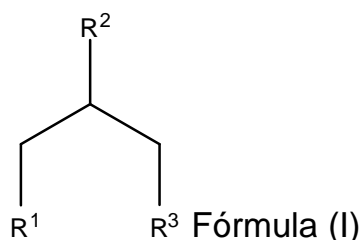
[00012] O documento EP780117 divulga emulsões de condicionamento dos cabelos contendo um éster de C6-22 ácido graxo com poliglicerol.

[00013] O documento DE3533600 divulga preparações para os cabelos contendo tensoativos não iônicos solúveis em água contendo poliglicerol.

[00014] Constitui um objetivo da invenção fornecer agentes que superem pelo menos uma das desvantagens listadas da técnica anterior.

[00015] Foi agora surpreendentemente constatado que composições cosméticas contendo ésteres parciais de poliglicerol, como aqui reveladas, satisfazem as exigências.

[00016] A presente invenção se refere, portanto, a composições cosméticas contendo éster parcial de poliglicerol tendo a estrutura de Fórmula (I)



com R^1 , R^2 e R^3 sendo, independentemente um do outro, iguais ou diferentes e selecionados do grupo que consiste em:

-OH,

-OR⁴, com R⁴ sendo um radical acil linear não substituído com um comprimento de cadeia de 16 a 22 átomos de carbono com a condição de que os ácidos monocarboxílicos obtidos do radical acil por saponificação contenham um índice de iodo inferior a 50, de preferência inferior a 30, mais preferivelmente de cerca de 1-25,

-OR⁵, com R⁵ sendo um radical tendo a estrutura de Fórmula (I) onde um de R^1 , R^2 e R^3 é uma ligação direta ao oxigênio de -OR⁵

onde cada molécula do éster parcial de poliglicerol compre-

ende pelo menos um de cada um de $-OR^4$ e $-OR^5$,

com as condições de que o poliglicerol obtido por hidrólise ou alcoólise do éster parcial de poliglicerol compreenda um grau de polimerização médio de 2 a 8 e o índice de polidispersidade do referido poliglicerol seja superior a 0,75, de preferência superior a 1,0, particularmente de preferência superior a 1,2, conforme especificado mais adiante.

[00017] A invenção se refere ainda ao uso dos ésteres parciais de poliglicerol em preparações cosméticas.

[00018] Uma vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas de acordo com a invenção são estáveis ao armazenamento prolongado.

[00019] Uma outra vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas compreendendo os ésteres parciais de poliglicerol são estáveis à alta temperatura e também suportam diversos ciclos de congelamento-descongelamento.

[00020] Ainda uma outra vantagem é que as preparações cosméticas de acordo com a invenção devem proporcionar uma sensação leve e não gordurosa à pele.

[00021] Ainda uma outra vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas podem melhorar a penteabilidade dos cabelos.

[00022] Ainda uma outra vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas podem melhorar o movimento dos cabelos.

[00023] Ainda uma outra vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas podem melhorar o aspecto dos cabelos.

[00024] Ainda uma outra vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas podem melhorar a elasticidade dos cabelos.

[00025] Ainda uma outra vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas podem proteger os pelos humanos ou ani-

mais contra danos causados pelo calor.

[00026] Ainda uma outra vantagem da presente invenção é que os ésteres parciais de poliglicerol podem precisar de pouco auxiliar de deposição para se fixarem às fibras.

[00027] Ainda uma outra vantagem da presente invenção é que as preparações cosméticas de acordo com a invenção podem ter uma maior deposição do éster parcial de poliglicerol na presença de um tensoativo aniônico.

[00028] Uma outra vantagem é que as composições cosméticas de acordo com a invenção podem proporcionar excelente controle estático nas fibras.

[00029] Uma outra vantagem é que os ésteres parciais de poliglicerol usados na invenção podem ter excelentes propriedades emulsificantes.

[00030] Uma outra vantagem é que as composições cosméticas de acordo com a invenção podem ser biodegradáveis e podem apresentar pouca toxicidade para o homem e para o ambiente.

[00031] Ainda uma outra vantagem é que as composições cosméticas de acordo com a invenção podem possibilitar a formulação com materiais que não são estáveis a um pH baixo tais como enzimas e certos perfumes.

[00032] O especialista na técnica vai reconhecer que ésteres de poliglicerol devido a sua natureza polimérica e devido aos métodos pelos quais eles são preparados são misturas estatísticas de diferentes estruturas.

[00033] Assim sendo, uma molécula de poliglicerol pode compreender ligações éter entre duas posições primárias, uma posição primária e uma secundária, ou duas posições secundárias das unidades monoméricas glicerol. Estruturas cíclicas compreendendo um ou mais ciclos também podem estar presentes. Para tetraglicerol e oligômeros

superiores, estruturas ramificadas compreendendo pelo menos uma unidade monomérica glicerol ligada a outras três unidades monoméricas glicerol via uma ligação éter podem estar presentes. Uma mistura de poliglicerol pode conter diferentes oligômeros e isômeros do mesmo, e pode ser caracterizada pela distribuição de oligômeros, i.e., a proporção de estruturas mono-, di-, tri-, ...-glicerol na mistura. Esta distribuição pode ser determinada por exemplo por cromatografia gasosa à alta temperatura da mistura de poliglicerol depois da derivatização. A síntese de isômeros de oligoglicerol simples está descrita em "Original synthesis of linear, branched and cyclic oligoglycerol standards", Cas-sel et al., Eur. J. Org. Chem. 2001, 875-896.

[00034] Adicionalmente, a esterificação de misturas de poliglicerol resulta tipicamente em uma distribuição de poliglicerol não esterificado, monoéster, diéster, triéster, etc., onde o grau de esterificação médio é determinado pela proporção de ácido graxo (ou seu derivado) para poliglicerol usada na síntese. Se uma mistura de ácidos graxos diferentes for usada para a esterificação, mais de um resíduo de ácidos graxos iguais ou diferentes podem ser estar ligados a uma molécula de poliglicerol via uma ligação éster.

[00035] Para a presente invenção é essencial que o esqueleto poliglicerol do éster parcial de poliglicerol compreende um grau de polimerização médio de 2 a 8, de preferência 2,5-6, particularmente de preferência de cerca de 3 a 5.

[00036] Um método adequado para determinar o grau de polimerização médio do poliglicerol em um dado éster parcial de poliglicerol compreende hidrólise ou alcoólise do éster parcial, separação do poliglicerol resultante dos compostos tipo ácido carboxílico formados, e análise por cromatografia gasosa (GC) depois da derivatização. O método de GC também permitir distinguir estruturas cíclicas de estruturas não cíclicas para oligômeros com até quatro unidades monoméricas

(i.e., glicerol a tetragliceróis).

[00037] Para o cálculo do índice de polidispersidade descrito abaixo, estruturas cíclicas e lineares são adicionados, por exemplo a proporção de diglicerol em uma mistura consiste na proporção de estruturas de diglicerol lineares e cíclicas.

[00038] Para tanto, 0,6 g de éster de poliglicerol é refluxado em 25 mL de KOH etanólico 0,5 N por 30 minutos e seu pH é ajustado em pH 2-3 com ácido sulfúrico. Os ácidos graxos são separados por três extrações com um volume equivalente de éter de petróleo. Os extratos combinados são evaporados até restar um volume de aproximadamente 10 mL. Uma alíquota de 0,5 mL é transferida para o frasco de um classificador automático e analisada por GC depois da adição de uma solução de 0,5 mL de MTBE e 1 mL de TMPAH (hidróxido de trimetilanilínio em metanol) como agente de derivatização.

[00039] A análise do ácido graxo por GC é realizada com um cromatógrafo a gás equipado com um injetor com divisão/sem divisão, uma coluna capilar e um detector de ionização de chama.

Condições:

Injetor:	290 °C, divisão 30 mL	
Volume de injeção:	1 µl	
Coluna:	30 m *0,32 mm HP1 0,25 µm	
Gás carreador:	hélio, pressão de entrada 70 kPa	
Programa de temperatura:	80 °C - 300 °C com 8°C/min;	
(condicionamento)		
Detector:	FID a	320 °C
	hidrogênio	35 mL/min
	ar	240 mL/min
	gás de recuperação	35 mL/min

[00040] Com a aplicação destas condições os ésteres metílicos de ácidos graxos são separados de acordo com o comprimento de sua

cadeia alquil.

[00041] O teor relativo dos ácidos graxos individuais (distribuição de comprimentos de cadeia) é avaliado pela percentagem de área de pico.

[00042] O resíduo depois da extração com éter de petróleo tem o pH ajustado em pH 7-8 por adição de uma solução de hidróxido de bário. O precipitado de sulfato de bário é separado por centrifugação. O sobrenadante é removido e o resíduo é extraído três vezes com 20 mL de etanol. Os sobrenadantes combinados são evaporados a 80 °C / 50 mbar.

[00043] O resíduo é dissolvido em piridina. 500 µl da solução são transferidos para o frasco de um classificador automático e 1 mL de MSTFA (N-metil-N-trifluoracetamida) é adicionado. O frasco é fechado e aquecido até 80 °C por 30 minutos.

[00044] A análise do componente poliglicerol por GC (como seu derivado trimetilsilílico) é realizado em um cromatógrafo a gás-líquido equipado com um injetor em coluna e um detector FID.

Condições:

Injetor:	em coluna, bandeja de forno
Volume de injeção:	0,1 µl
Gás carreador:	3 mL/min Hidrogênio (fluxo constante)
Coluna	SimDist 12 m x 0,32 mm x 0,1 µm (Varian)
Programa de temperatura:	65 °C – 365 °C, 10 °C/min
Detector (FID):	375 °C

[00045] Nessas condições, os poligliceróis são separados de acordo com seu grau de polimerização. Adicionalmente, os isômeros cíclicos são separados de seus isômeros lineares até um grau de polimerização de quatro.

[00046] As áreas de pico dos oligômeros individuais são separadas

por uma perpendicular aplicada ao ponto mais baixo do vale dos picos entre as mesmas.

[00047] Como a resolução de oligômeros superiores ao hexaglicerol é pobre, os picos de heptaglicerol e oligômeros superiores são resumidos como "heptaglicerol e superiores" e tratados como heptaglicerol para efeitos de cálculo do índice de polidispersidade. Também, para o cálculo do índice de polidispersidade isômeros lineares e cíclicos estão resumidos.

[00048] A proporção relativa dos oligômeros e isômeros individuais de poliglicerol é calculada a partir da área de pico da GC obtida como descrito.

[00049] Naturalmente, as análises por GC descritas do componente ácido graxo e do componente poliglicerol também podem ser realizadas nas matérias-primas que tenham sido usadas para a preparação dos ésteres de poliglicerol contidos nas composições cosméticas de acordo com a invenção.

[00050] Para a presente invenção é essencial que o poliglicerol obtido por hidrólise ou alcoólise do éster parcial de poliglicerol contido nas composições cosméticas de acordo com a invenção compreenda um índice de polidispersidade superior a 0,75, de preferência superior a 1,0, mais preferivelmente superior a 1,5.

[00051] Para os efeitos da presente invenção, o índice de polidispersidade é calculado como

$$\sum_i |n_i - \langle n \rangle| \cdot x_i,$$

onde n_i é o grau de polimerização do oligômero simples i , $\langle n \rangle$ é o grau de polimerização médio da mistura de poliglicerol, e x_i é a proporção do oligômero i na mistura de poliglicerol determinada pelo método de GC descrito acima. Para este cálculo, o grau de polimerização médio $\langle n \rangle$ é calculado a partir do índice de hidroxila (OHV, em mg KOH/g) de acordo com a Fórmula

$$\langle n \rangle = (112200 - 18 \cdot \text{OHV}) / (74 \cdot \text{OHV} - 56100).$$

[00052] O poliglicerol dependendo de sua maneira de preparação pode compreender diferentes percentagens de estruturas cíclicas. Um panorama de algumas estruturas cíclicas presentes em misturas comerciais de poliglicerol está dado em "Original synthesis of linear, branched and cyclic oligoglycerol standards", Cassel et al., Eur. J. Org. Chem. 2001, 875-896. Para os ésteres parciais de poliglicerol contidos nas composições cosméticas de acordo com a presente invenção é vantajoso que o poliglicerol no esqueleto poliglicerol do éster parcial compreenda pelo menos 1 %, de preferência pelo menos 2 % e ainda mais preferivelmente menos 3 % de estruturas cíclicas.

[00053] As percentagens dadas não são percentagens em peso nem em mol mas são determinadas pelo método de GC descrito acima e com base na quantidade de todo o poliglicerol.

[00054] Os radicais R^5 no éster parcial de poliglicerol podem ser iguais ou diferentes em uma molécula, de preferência eles são diferentes.

[00055] É óbvio que o resíduo- OR^4 é determinado pelo ácido monocarboxílico HOR^4 usado na reação de esterificação para preparar o éster parcial de poliglicerol.

[00056] Os resíduos $-OR^4$ preferidos são por conseguinte derivados dos ácidos selecionados do grupo que consiste em ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico, e ácido beênico. Misturas de diferentes ácidos também podem ser usadas, especialmente misturas técnicas como por exemplo ácidos graxos de palma completa ou parcialmente hidrogenados, ácidos graxos de palmiste, ácidos graxos de coco, ácidos graxos de soja, ácidos graxos de sebo, ácidos graxos de colza, ácidos graxos de colza com alto teor de ácido erúico ou frações destiladas destes contanto que seu índice de iodo seja inferior a 50, de preferência inferior a 30 e mais preferivelmente inferior a 25.

Dependendo do grau de hidrogenação e da matéria-prima, essas misturas técnicas podem conter certas quantidades de ácidos graxos insaturados que estão contidos no éster parcial de poliglicerol contido na composição cosmética de acordo com a invenção.

[00057] Exemplos típicos desses ácidos graxos insaturados são ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido elaídico, ácido erúcico, ácido linoleico, e ácido linolênico, onde ácido oleico e ácido elaídico são mais comumente encontrados como constituintes de misturas de ácidos graxos parcialmente hidrogenados. A quantidade deste subproduto pode ser determinada pelo índice de iodo dos ácidos graxos obtidos do radical acil por saponificação do éster parcial de poliglicerol. É essencial para o éster parcial de poliglicerol da presente invenção que seu índice de iodo seja inferior a 50, mais preferivelmente inferior a 30 e ainda mais preferivelmente entre 1 e 25.

[00058] O índice de iodo pode ser determinado pela norma DIN 53241-1:1995-05.

[00059] Os ésteres parciais de poliglicerol preferidos contidos na composição cosmética de acordo com a presente invenção compreendem um equilíbrio hidrofílico-lipofílico (valor de HLB) do entre 2 e 10, de preferência entre 2,5 e 8, mais preferivelmente entre 3 e 6. O valor de HLB é uma medida do grau até o qual a molécula é hidrófila ou lipofílica, determinado pelo cálculo dos valores para as diferentes regiões da molécula. Para efeitos da presente invenção, o valor de HLB dos ésteres parciais de poliglicerol é calculado da seguinte maneira:

$$HLB = (mp/(mp+ma))*20,$$

onde mp é a massa de poliglicerol, e ma é a massa da mistura de ácidos carboxílicos usada na síntese do éster de poliglicerol. Por exemplo, esterificação de 100 g de poliglicerol com 100 g de ácidos graxos vai resultar em um HLB de $(100 \text{ g} / (100 \text{ g} + 100 \text{ g})) * 20 = 10$, independente do grau de polimerização do poliglicerol e do tipo de ácidos car-

boxílicos usados.

[00060] Os ésteres parciais de poliglicerol preferidos contidos na composição cosmética de acordo com a invenção caracterizam-se por terem um ponto de fusão de pelo menos 25°C, de preferência de pelo menos 35°C, mais preferivelmente de pelo menos 38°C e ainda mais preferivelmente de 38°C a 75°C.

[00061] Os ésteres parciais contidos na composição cosmética de acordo com a presente invenção são obteníveis por um processo de esterificação de

a) uma mistura de poliglicerol compreendendo um grau de polimerização médio de 2 a 8, de preferência de 2,5 a 6, particularmente de preferência de 3 a 5, e um índice de polidispersidade superior a 0,75, de preferência superior a 1,0, mais preferivelmente superior a 1,5, com

b) pelo menos um ácido monocarboxílico compreendendo um ácido carboxílico HOR^4 , com R^4 sendo um radical acil linear não substituído com um comprimento de cadeia de 16 a 22 átomos de carbono com a condição de que pelo menos um ácido carboxílico tenha um índice de iodo inferior a 50, de preferência inferior a 30, mais preferivelmente cerca de 1-25.

[00062] Pode ser vantajoso aplicar um catalisador (por exemplo hidróxidos ou carbonatos de metais alcalinos; hidróxidos de metais alcalinos terrosos; catalisadores à base de ácido sulfônico como ácido p-toluenossulfônico, ácido metanossulfônico, ácido trifluormetanossulfônico; óxidos metálicos como óxido de zinco (II) ou óxido de estanho (II)) no processo de esterificação, no entanto a reação pode ser efetuada sem adição de um catalisador. A reação de esterificação é tipicamente efetuada a temperaturas entre 160 e 270 °C, de preferência entre 180 e 250 °C. Uma faixa de pressão adequada para a reação varia de cerca de 50 mbar a cerca de 1200 mbar, de preferência de cerca

de 600 mbar à pressão ambiente. A pressão aplicável mínima é limitada pela perda de ácidos carboxílicos da mistura reacional por destilação.

[00063] O índice de iodo e o grau de polimerização médio podem ser determinados da maneira descrita acima.

[00064] É óbvio que no lugar dos ácidos monocarboxílicos b) e dos ácidos dicarboxílicos c) derivados adequados dos ácidos carboxílicos como seus anidridos, seus halogenetos, e seus ésteres, de preferência seus ésteres com álcoois de cadeia curta como metanol ou etanol, podem ser usados para obtenção dos ésteres de poliglicerol contidos na composição cosmética de acordo com a invenção.

[00065] Os poligliceróis preferidos usados no processo para obtenção do éster parcial de poliglicerol contido na composição cosmética de acordo com a presente invenção compreendem um grau de polimerização médio de 2,5 a 6, particularmente de preferência de 3 a 4,5.

[00066] Poligliceróis particularmente preferidos usados no processo para obtenção do éster parcial de poliglicerol contido na composição cosmética de acordo com a invenção são selecionados do grupo que consiste em poligliceróis com

quando o grau de polimerização está na faixa de 2,5-2,75, então a quantidade de diglicerol é superior a 40% em peso e a quantidade de pentaglicerol e oligômeros maiores é superior a 7% em peso,

quando o grau de polimerização está na faixa de 2,75-3,25, então a quantidade de diglicerol é superior a 35% em peso e a quantidade de pentaglicerol e oligômeros maiores é superior a 10% em peso,

quando o grau de polimerização está na faixa de 3,25-3,75, então a quantidade de diglicerol é superior a 30% em peso e a quantidade de pentaglicerol e oligômeros maiores é superior a 15% em peso,

quando o grau de polimerização está na faixa de 3,75-4,5, então a quantidade de diglicerol é superior a 25% em peso e a quantidade de pentaglicerol e oligômeros maiores é superior a 20% em peso e

quando o grau de polimerização está na faixa de 4,5-6,0, então a quantidade de diglicerol é superior a 20% em peso e a quantidade de pentaglicerol e oligômeros maiores é superior a 30% em peso,

onde % em peso se refere à quantidade total de poliglicerol.

[00067] O poliglicerol usado no processo de esterificação descrito acima pode ser produzido por vários métodos. Métodos adequados para a produção de poliglicerol incluem polimerização de glicidol (por exemplo com catálise básica), polimerização de epicloridrina (por exemplo na presença de quantidades equimolares de uma base como NaOH), ou policondensação de glicerol.

[00068] O método preferido para a finalidade desta invenção é a condensação de glicerol, em particular na presença de quantidades catalíticas de base, de preferência NaOH ou KOH. Condições reacionais adequadas incluem temperaturas de 220-260 °C e pressão reduzida (20-800 mbar, de preferência 50-500 mbar) para facilitar a remoção da água da reação da mistura. O progresso da reação de condensação pode ser acompanhado por medição do índice de refração, viscosidade, ou índice de hidroxila do produto reacional.

[00069] Um método particularmente preferido, que resulta em uma polidispersidade desejada mais ampla do produto, compreende as etapas de

- reagir glicerol em uma reação de condensação na presença de uma quantidade catalítica (0,2-5% em peso) de base a uma temperatura de cerca de 220-260 °C a uma pressão entre 250 e 1000 mbar com remoção simultânea da água da reação por destilação até

que a mistura reacional contenha menos 70% (de preferência menos de 60%) de glicerol

- continuar a reação de condensação a uma pressão mais baixa entre 20 e 200 mbar com remoção simultânea da água da reação e do glicerol por destilação até que o índice de hidroxila da mistura reacional seja inferior a 1400 (de preferência inferior a 1200), e

- opcionalmente neutralizar o catalisador com um ácido.

[00070] O índice de iodo e o índice de polidispersidade podem ser determinados da maneira descrita acima.

[00071] Um método preferido para preparar o éster parcial de poliglicerol contido na composição cosmética de acordo com a presente invenção faz uso da condição de que a relação em peso da mistura de poliglicerol para ácido monocarboxílico varia na faixa de 0,11 a 1, de preferência na faixa de 0,11 a 0,67.

[00072] As composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção contêm os ésteres parciais de poliglicerol mencionados acima em uma quantidade de 0,1% em peso a 10,0% em peso, mais preferivelmente de 0,15% em peso a 5,0% em peso, ainda mais preferivelmente de 0,2% em peso a 4,0% em peso com base no peso total da composição.

[00073] As composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção são emulsões, de preferência emulsões de óleo em água ou de água em óleo ou emulsões múltiplas na forma de loções, cremes, sprays ou microemulsões.

[00074] A composição cosmética de acordo com a invenção pode, por exemplo, compreender pelo menos um componente adicional selecionado do grupo de

- emolientes,

- emulsificantes e tensoativos,

- espessantes/reguladores da viscosidade/estabilizantes,

filtros fotoprotetores contra UV,
antioxidantes e vitaminas,
hidrótropos (ou polióis),
sólidos e cargas,
formadores de filmes,
aditivos peroléscentes,
ingredientes ativos desodorantes e antiperspirantes,
repelentes de insetos,
agentes de autobronzeamento,
preservativos,
condicionadores,
perfumes,
corantes
ingredientes ativos biogênicos,
aditivos para a saúde,
agentes superdesengordurantes e solventes.

[00075] As substâncias a serem usados como componentes adicionais são bastante conhecidas pelo especialista na técnica, e para outras substâncias exemplificativas a lista constante por exemplo no documento DE 102008001788 pode ser consultada.

[00076] As composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção contêm pelo menos um componente adicional selecionado de tensoativos catiônicos e polímeros contendo pelo menos um grupo amônio quaternário. Tensoativos catiônicos preferidos são selecionados dentre sais de amônio quaternário contendo cadeias de carbono orgânicas como por exemplo cloreto de cetrimônio, cloreto de beentrimônio, cloreto de dicetildimônio, quaternium-18, metossulfato de beentrimônio, cloreto de diestearoiletil dimônio, cloreto de palmitamido-propiltrimônio, metossulfato de ricinoleamidopropiltrimônio, cloreto de diestearildimônio e quaternium-87.

[00077] As composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção podem, portanto, conter:

0% em peso a 10% em peso, de preferência de 0,1% em peso a 7,5% em peso de pelo menos um emulsificante,

0% em peso a 10% em peso, de preferência de 0,1% em peso a 7,5% em peso de pelo menos um melhorador de consistência,

0,1% em peso a 10% em peso, de preferência de 0,1% em peso a 7,5% em peso de pelo menos um tensoativo catiônico e/ou um pelo menos um polímero contendo pelo menos um grupo amônio quaternário

0% em peso a 20% em peso, de preferência de 0,1% em peso a 17,5% em peso de pelo menos um óleo ou emoliente cosmético, onde todas as percentagens baseiam-se no peso total da composição.

[00078] De preferência, as composições cosméticas são composições de limpeza e cuidados.

[00079] Por composições de limpeza e cuidados entende-se principalmente aquelas composições que são usadas para o tratamento dos cabelos ou pele, em particular cabelos. Tais composições para o cuidado dos cabelos são, por exemplo, xampus para os cabelos, sabonetes líquidos, cremes de enxaguar para os cabelos, loções neutralizantes para permanentes, xampus tonalizantes para os cabelos, composições fixadores de cabelos, composições para pentear os cabelos, composições para penteado dos cabelos, loções para secagem dos cabelos com secador, composições de espuma fixadora, tratamentos para os cabelos, condicionadores sem enxague e outras formulações de limpeza e cuidados.

[00080] Um outro aspecto da invenção é o uso dos ésteres parciais de poliglicerol descritos acima contidos nas composições cosméticas de acordo com a invenção em composições cosméticas, especialmen-

te em composições para o cuidado dos cabelos, onde ésteres parciais de poliglicerol contidos nas composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção são particularmente de preferência usados.

[00081] Um outro aspecto da invenção é o uso dos ésteres parciais de poliglicerol descritos acima contidos nas composições cosméticas de acordo com a invenção como um agente condicionador para os cabelos, onde ésteres parciais de poliglicerol contidos nas composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção são particularmente de preferência usados.

[00082] Um outro aspecto da invenção é o uso dos ésteres parciais de poliglicerol descritos acima contidos nas composições cosméticas de acordo com a invenção como um agente protetor para os cabelos, especialmente para proteger contra o calor, onde ésteres parciais de poliglicerol contidos nas composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção são particularmente de preferência usados.

[00083] Um outro aspecto da invenção é o uso dos ésteres parciais de poliglicerol descritos acima contidos nas composições cosméticas de acordo com a invenção como um agente reparador para os cabelos, especialmente para reparar cabelos finos e delicados, onde ésteres parciais de poliglicerol contidos nas composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção são particularmente de preferência usados.

[00084] Um outro aspecto da invenção é o uso dos ésteres parciais de poliglicerol descritos acima contidos nas composições cosméticas de acordo com a invenção com um agente fortalecedor para os cabelos, especialmente para fortalecer cabelos finos e delicados, onde ésteres parciais de poliglicerol contidos nas composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção são particularmente de preferência usados.

[00085] Ainda um outro aspecto da invenção é o uso das composi-

ções cosméticas de acordo com a invenção nas áreas descritas em cada um dos usos para os ésteres parciais de poliglicerol acima, onde composições cosméticas preferidas de acordo com a invenção são particularmente de preferência usadas.

Exemplos:

Exemplo 1: PGE 24

[00086] 500 g de glicerol e 2,5 g de hidróxido de potássio foram aquecidos até 240 °C a uma pressão de 400 mbar com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura reacional. Quando o índice de refração atingiu 1,4910 a reação foi interrompida por resfriamento

[00087] O produto tinha um índice de hidroxila de 1170 mg KOH/g, um índice de polidispersidade de 1,33, e continha 5,5 % de poliglicéris cíclicos.

[00088] 240g deste produto foram reagidos com 551,6 g de ácido graxo de sebo parcialmente hidrogenado (C16/18) com um índice de iodo de 20 a uma temperatura de 240 °C com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura. Quando o índice de acidez atingiu < 1 mg KOH/g, a reação foi interrompida por resfriamento.

Índice de hidroxila: 210 mg KOH/g

Índice de acidez: 1,1 mg KOH/g

Índice de saponificação: 153 mg KOH/g

HLB (calculado): 6,1

Exemplo 2: PGE 25

[00089] 500 g de glicerol e 2,5 g de hidróxido de potássio foram aquecidos até 240 °C a uma pressão de 400 mbar com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura reacional. Quando o índice de refração atingiu 1,4840, a pressão foi reduzida para 50 mbar e a reação de condensação conti-

nuou por 1,5 horas enquanto o glicerol era destilado do produto.

[00090] O produto tinha um índice de hidroxila de 1156 mg KOH/g, um índice de polidispersidade de 1,17, e continha 5,2 % de poliglicé-
róis cíclicos.

[00091] 240 g deste produto foram reagidos com 275,8 g de ácido graxo de sebo parcialmente hidrogenado (C16/18) com um índice de iodo de 20 a uma temperatura de 240°C com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura. Quando o índice de acidez atingiu <1mg KOH/g, a reação foi interrompida por resfriamento.

Índice de hidroxila: 191 mg KOH/g

Índice de acidez: 0,1 mg KOH/g

Índice de saponificação: 156 mg KOH/g

HLB (calculado): 9,8

Exemplo 3: PGE 17

[00092] 500 g de glicerol e 2,5 g de hidróxido de potássio foram aquecidos até 240 °C a uma pressão de 400 mbar com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura reacional. Quando o índice de refração atingiu 1,4840, a pressão foi reduzida para 50 mbar e a reação de condensação continuou por 1,5 horas enquanto o glicerol era destilado do produto.

[00093] O produto tinha um índice de hidroxila de 1156 mg KOH/g, um índice de polidispersidade de 1,17, e continha 5,2 % de poliglicé-
róis cíclicos.

[00094] 254,8 g deste produto foram reagidos com 545,2 g de ácido palmítico (C16) a uma temperatura de 240 °C com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura. Quando o índice de acidez atingiu <1 mg KOH/g, a reação foi interrompida por resfriamento.

Índice de hidroxila: 209 mg KOH/g

Índice de acidez: 0,6 mg KOH/g

Índice de saponificação: 160 mg KOH/g

HLB (calculado): 6,4

Exemplo 4: PGE 18

[00095] 500 g de glicerol e 2,5 g de hidróxido de potássio foram aquecidos até 240 °C a uma pressão de 400 mbar com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura reacional. Quando o índice de refração atingiu 1,4840, a pressão foi reduzida para 50 mbar e a reação de condensação continuou por 1,5 horas enquanto o glicerol era destilado do produto.

[00096] O produto tinha um índice de hidroxila de 1156 mg KOH/g, um índice de polidispersidade de 1,17, e continha 5,2 % de poliglicérols cíclicos.

[00097] 236,3 g deste produto foram reagidos com 563,7 g de ácido esteárico (C18) a uma temperatura de 240 °C com borrifação simultânea de nitrogênio. A água da reação foi continuamente destilada da mistura. Quando o índice de acidez atingiu <1 mg KOH/g, a reação foi interrompida por resfriamento.

Índice de hidroxila: 194 mg KOH/g

Índice de acidez: 0,6 mg KOH/g

Índice de saponificação: 147 mg KOH/g

HLB (calculado): 5,9

Exemplos de Formulações:

[00098] Processamento a quente foi aplicado em todos os casos; todas as quantidades dadas estão em % em peso.

Formulações de creme de enxaguar para os cabelos

Exemplo de Formulação #	1	2	3	4
TEGINACID®C, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: Cetareth-25)	0,5	0,5	0,5	0,5
TEGO®Alkanol 16, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: álcool cetílico)	4	4	4	4

VARISOFT® 300, 30 %-ig, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: cloreto de cetrimônio)	3,3			
VARISOFT PATC, Evonik Goldschmidt (INCI: cloreto de palmitamidopropiltrimônio)		3,3		
VARISOFT EQ 65 Pellets, Evonik Goldschmidt (INCI: cloreto de diestearoiletil dimônio)			3,3	
VARISOFT BT 85 Pellets, Evonik Goldschmidt (INCI: cloreto de beentrimônio)				3,3
Água desmineralizada	ad 100			
Ácido cítrico	ad. pH 4,0±0,3			
Exemplo 1	0,5	0,5		
Exemplo 2			0,5	0,5

Formulações para o banho

Exemplo de Formulação #	5	6	7	8
TEXAPON® NSO, Cognis, 28%-ig (INCI: sulfato de laureth sódico)	30	30	30	30
TEGOSOFT® PC 31, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: poligliceril-3 caprato)	0,5	0,5	0,5	0,5
Perfume	0,3	0,3	0,3	0,3
Água	54,1	54,1	54,1	54,1
TEGOCEL® HPM 4000, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: hidroxipropil metilcelulose)	0,3	0,3	0,3	0,3
REWOTERIC® AM C, Evonik Goldschmidt GmbH, 32%-ig (INCI: cocoanfoacetato de sódio)	10	10	10	10
Ácido cítrico mono-hidratado	0,5	0,5	0,5	0,5
REWODERM® LI S 80, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: gliceril palmato hidrogenado com PEG-200; gliceril co-coato com PEG-7)	2	2	2	2
TEGO® Pearl N 300, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: glicol diestearato; laureth-4; cocamidopropil betaína)	2	2	2	2

Exemplo 1	0,3			
Exemplo 2		0,3		
Exemplo 3			0,3	
Exemplo 4				0,3

Banho de chuveiro suave ("Mild Shower Bath")

Exemplo de Formulação #	9	10	11	12
TEXAPON® NSO, Cognis, 28%-ig (INCI: sulfato de laureth sódico)	27	27	27	27
REWOPOL® SB FA 30, Evonik Goldschmidt GmbH, 40%-ig (INCI: sulfosuccinato de laureth dissódico)	12	12	12	12
TEGOSOFT® LSE 65 K SOFT, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: cocoato de sacarose)	2	2	2	2
Água	39	39	39	39
REWOTERIC® AM C, Evonik Goldschmidt GmbH, 32%-ig (INCI: cocoanfoacetato de sódio)	13	13	13	13
Ácido cítrico (30% em água)	3	3	3	3
ANTIL® 171 Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: PEG-18 gliceril oleato/cocoato)	1,5	1,5	1,5	1,5
TEGO® Pearl N 300 Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: glicol diestearato; Laureth-4; cocamidopropil betaína)	2	2	2	2
Exemplo 1	0,3			
Exemplo 2		0,3		
Exemplo 3			0,3	
Exemplo 4				0,3

Formulações para o banho

Exemplo de Formulação #	13	14	15	16
Água	93,75	93,75	93,95	93,95
Propileno glicol	1	1	1	1
Ácido cítrico mono-hidratado	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
TEGO® Alkanol 16, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: álcool cetílico)	3	3	3	3

VARISOFT® PATC, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: cloreto de palmitamidopropiltrimônio)	1,75	1,75	1,75	1,75
Exemplo 1	0,3			
Exemplo 2		0,3		
Exemplo 3			0,3	
Exemplo 4				0,3
Perfume, preservativo	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.

Musse condicionadora sem enxague

Exemplo de Formulação #	17	18	19	20
Exemplo 1	0,3			
Exemplo 2		0,3		
Exemplo 3			0,3	
Exemplo 4				0,3
ABIL® B 88183, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: PEG/PPG-20/6 dimeticona)	0,4	0,4	0,4	0,4
TAGAT® CH-40(INCI: óleo de rícino hidrogenado com PEG-40)	0,5	0,5	0,5	0,5
Perfume	0,2	0,2	0,2	0,2
TEGO® Betain 810, Evonik Goldschmidt GmbH, 38%-ig (INCI: capril/capramidopropil betaína)	4,2	4,2	4,2	4,2
Água	93,5	93,5	93,5	93,5
Pantenol	0,2	0,2	0,2	0,2
LACTIL®, Evonik Goldschmidt GmbH (INCI: lactato de sódio; PCA sódico; glicina; frutose; ureia; niacinamida; inositol; benzoato de sódio; ácido láctico)	0,3	0,3	0,3	0,3
Ácido cítrico (30% em água)	0,4	0,4	0,4	0,4

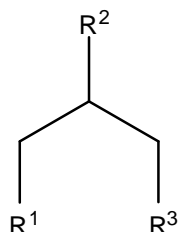
Espuma de barbear cremosa

Exemplo de Formulação #	Fase	21	22	23
Água	A	50	50	50
Ácido graxo de coco	A	1,4	1,4	1,4
Monoetanolamina	A	1,3	1,3	1,3
Ácido mirístico	A	3,5	3,5	3,5

TEGOSOFT® LSE 65 K Evonik Goldschmidt (INCI: cocoato de sacarose)	B	2	2	2
Exemplo 1	B	1,7		
Exemplo 2	B		1,7	
Exemplo 3	B			1,7
TEGO® Betain 810 Evonik Goldschmidt (INCI: capril/capramidopropil betaína)	C	7,6	7,6	7,6
Glicerina	C	5	5	5
Perfume	C	0,3	0,3	0,3
Água	C	26,5	26,5	26,5
TEGOCEL® HPM 50 Evonik Goldschmidt (INCI: hidroxipropil metilcelulose)	C	0,7	0,7	0,7

REIVINDICAÇÕES

1. Composição cosmética contendo éster parcial de poliglicerol apresentando a estrutura de Fórmula (I)



Fórmula (I)

com R^1 , R^2 e R^3 sendo, independentemente um do outro, iguais ou diferentes selecionados do grupo que consiste em:

-OH,

-OR⁴, com R⁴ sendo um radical acila linear, não substituído, com um comprimento de cadeia de 16 a 22 átomos de carbono, com a condição de que os ácidos monocarboxílicos obtidos do radical acila por saponificação contenham um índice de iodo inferior a 50,

-OR⁵, com R⁵ sendo um radical apresentando a estrutura de Fórmula (I), na qual um de R^1 , R^2 e R^3 é uma ligação direta ao oxigênio de -OR⁵

sendo que cada molécula do éster parcial de poliglicerol compreende pelo menos um de cada um de -OR⁴ e -OR⁵, com as condições de que o poliglicerol obtido por hidrólise ou alcoólise do éster parcial de poliglicerol compreende um grau de polimerização médio de 2 a 8, e o índice de polidispersidade do referido poliglicerol seja superior a 1,0,

o índice de polidispersidade sendo calculado como

$$\sum_i |n_i - \langle n \rangle| \cdot x_i ,$$

sendo que

n_i é o grau de polimerização do único oligômero i ,

$\langle n \rangle$ é o grau médio de polimerização da mistura de poliglicerol, e

x_i é a proporção do oligômero i na mistura de poliglicerol, a referida composição sendo caracterizado pelo fato de que o poliglicerol parcial contido éster compreende um valor de HLB de 2 a 10.

2. Composição cosmética, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que pelo menos 1% do poliglicerol obtido por hidrólise ou alcoólise do éster parcial de poliglicerol contido compreende estruturas cíclicas.

3. Composição cosmética, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que o éster parcial de poliglicerol contido apresenta um ponto de fusão de pelo menos 25°C.

4. Composição cosmética, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de que o éster parcial de poliglicerol contido é obtenível por um método compreendendo o processo de esterificação de:

(a) uma mistura de poliglicerol compreendendo um grau de polimerização médio de 2 a 8 com

(b) pelo menos um ácido monocarboxílico compreendendo um ácido carboxílico HOR^4 , com R^4 sendo um radical acila linear, não substituído, com um comprimento de cadeia de 16 a 22 átomos de carbono,

com a condição de que pelo menos um ácido carboxílico apresenta um índice de iodo inferior a 50.

5. Composição cosmética, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 4, caracterizada pelo fato de que é uma composição para cuidado dos cabelos.

6. Uso de pelo menos uma composição cosmética, como definida em pelo menos uma das reivindicações 1 a 5, ou de pelo me-

nos um éster parcial de poliglicerol, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que é em composições cosméticas, especialmente em composições para cuidado dos cabelos.

7. Uso de pelo menos uma composição cosmética, como definida em pelo menos uma das reivindicações 1 a 5, ou de pelo menos um éster parcial de poliglicerol, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que é como um agente condicionador para os cabelos, como um agente protetor para os cabelos, como um agente reparador para os cabelos ou como um agente fortalecedor para os cabelos.