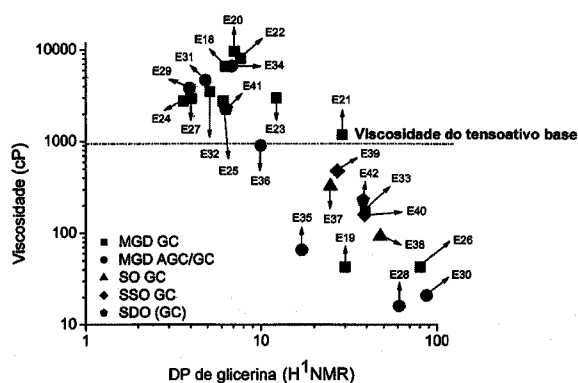


* B R P I 1 1 0 5 6 4 2 A 2 *

(43) Data da Publicação: 28/07/2015
(RPI 2325)

(57) Resumo: COMPOSTOS E COMPOSIÇÕES DE POLIGLICERILA. A presente invenção refere-se a composições que compreendem um ou mais compostos tendo uma estrutura de nó com quatro a doze átomos de carbono, um ou mais grupos (poli)glicerila, e uma ou mais porções hidrofóbicas, sendo que cada um dos um ou mais grupos (poli)glicerila é ligado á estrutura de nó por um primeiro grupo de ligação primário, as uma ou mais porções hidrofóbicas são cada uma independentemente ligadas á estrutura de nó por um grupo de ligação primário ou a um dos grupos (poli)glicerila por um grupo de ligação secundário, e sendo que o espessante de poliglicerila tem um grau médio de polimerização de glicerila de mais que 3 a menos que cerca de 11 e um número médio de grupos hidrofóbicos por grupo de ligação primário de cerca de 0,35 ou mais. São também fornecidos compostos e composições de poliglicerila que compreendem água, um tensoativo, e um espessante de poliglicerila, bem como, métodos de preparo de compostos e composições de poliglicerila da presente invenção.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"COMPOSTOS E COMPOSIÇÕES DE POLIGLICERILA"**.

REFERÊNCIA CRUZADA A PEDIDO RELACIONADO

O presente pedido reivindica o benefício de prioridade do pedido provisório, pedido de nº de série 61/413712, depositado em 15 de novembro de 2010 e incorporado aqui, a título de referência, em sua totalidade.

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a composições e espessantes à base de poliglicerila que compreendem espessantes à base de poliglicerila que são úteis em uma variedade de aplicações incluindo limpeza do corpo humano.

DESCRIÇÃO DA TÉCNICA RELACIONADA

Os detergentes sintéticos, tais como tensoativos catiônicos, aniônicos, anfotéricos, e não-iônicos, são usados amplamente em uma variedade de composições detergentes e antissépticas para conferir propriedades de limpeza. Além disso, em determinadas composições (por exemplo, composições para cuidados pessoais como xampus, lavagens, etc.), pode ser desejável combinar tensoativos e ingredientes como espessantes para obter um equilíbrio relativamente desejável de propriedades como moderados, volume de espuma, estabilidade da espuma, e comportamento reológico.

Uma classe comumente usada de espessantes são moléculas anfífilas que possuem grandes grupos de cabeça hidrofílicos e são altamente etoxiladas, frequentemente compreendendo mais que 100 mols de óxido de etileno (OE). Infelizmente, a etoxilação exige grandes volumes de OE, um derivado petroquímico gasoso sintetizado através de oxidação pelo ar de gás etileno. Além de ser um produto químico de difícil manuseio com riscos significativos para a saúde e segurança, o OE é considerado por muitos como sendo insustentável a longo prazo devido às reservas finitas de óleo cru e gás natural no mundo. Além disso, um subproduto de processos de etoxilação é o éter cíclico 1,4-dioxano, um possível carcinógeno em altos níveis de exposição. Os materiais etoxilados contêm, tipicamente, quantidades-traço (10 a 100 ppm) de 1,4-dioxano, e processos de separação especi-

ais (por exemplo, esvaziamento a vácuo) devem ser empregados para reduzir o nível de 1,4-dioxano para níveis indetectáveis. Quando presente em composições de limpeza em quantidades-traço, o 1,4-dioxano não é considerado como um risco para a saúde ou segurança. Entretanto, a publicidade negativa associada ao 1,4-dioxano deu motivação para a busca de produtos que não possuem materiais etoxilados.

Os inventores reconheceram que seria desejável substituir espessantes etoxilados sintéticos por materiais mais naturais e renováveis. Entretanto, os espessantes naturais, como gomas vegetais, possuem, tipicamente, uma reologia fibrosa, pseudoplástica, e/ou elástica que é menos desejável esteticamente. Consequentemente, os inventores reconheceram que é altamente desejável formular composições que tenham espessantes derivados mais naturalmente e/ou renováveis para reduzir as desvantagens supracitadas. Os inventores ainda reconheceram que espessantes que não exigem etoxilação são altamente desejáveis, particularmente, espessantes que são capazes de espessar uma gama de formulações de produtos para cuidados pessoais de uma forma esteticamente aceitável aos consumidores.

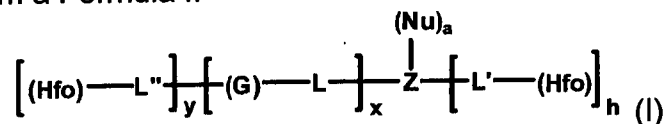
SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção apresenta espessantes de poliglicerila que superam as desvantagens da técnica anterior e são capazes de acentuar a viscosidade de composições às quais eles são adicionados.

De acordo com um aspecto, a presente invenção apresenta composições de poliglicerila que compreendem um ou mais compostos têm uma estrutura que compreende uma estrutura de nó com quatro a doze átomos de carbono, um ou mais grupos (poli)glicerila, e uma ou mais porções hidrofóbicas, sendo que cada um dos um ou mais grupos (poli)glicerila está ligado à estrutura de nó por um primeiro grupo de ligação primário, a uma ou mais porções hidrofóbicas são cada uma independentemente ligadas à estrutura de nó por um grupo de ligação primário ou a um dos grupos (poli)glicerila por um grupo de ligação secundário, e sendo que o espessante de poliglicerila tem um grau médio de polimerização de glicerila maior que 3 a cerca de 11 e um número médio de grupos hidrofóbicos por grupo de ligação

primário de cerca de 0,35 ou mais.

De acordo com outro aspecto, a presente invenção apresenta compostos de poliglicerila, e/ou composições compreendendo um ou mais compostos, com a Fórmula I:



5 em que:

Z é uma estrutura de nó que compreende de quatro a doze átomos de carbono;

cada G é um grupo (poli)glicerila independentemente selecionado;

cada (Hfob) é uma porção hidrofóbica independentemente selecionada;

10 cada L é um grupo de ligação primário independentemente selecionado;

cada L' é um grupo de ligação primário independentemente selecionado;

cada L'' é um grupo de ligação secundário independentemente selecionado;

cada (Nu) é um grupo nucleofílico independentemente selecionado;

x é de 1 a 12;

15 h é de 0 a 11;

y é de 0 a 5;

a é de 0 a 11;

a soma de x + h + a é de 4 a 12; e

a soma de h + y é de 1 a 12.

20 De acordo com outro aspecto, a presente invenção apresenta composições que compreendem uma base que compreende água e um tensoativo, e um espessante de poliglicerila que tem uma estrutura que compreende uma estrutura de nó com quatro a doze átomos de carbono, um ou mais grupos (poli)glicerila e uma ou mais porções hidrofóbicas, sendo que

25 cada um do um ou mais grupos (poli)glicerila está ligado à estrutura de nó por um primeiro grupo de ligação primário, a uma ou mais porções hidrofóbicas são cada uma independentemente ligadas à estrutura de nó por um grupo de ligação primário ou a um dos grupos (poli)glicerila por um grupo de ligação secundário, e sendo que o espessante de poliglicerila tem um grau

30 médio de polimerização de glicerila maior que 3 e um número médio de gru-

pos hidrofóbicos por grupo de ligação primário de cerca de 0,35 ou mais, e sendo que o dito espessante de poliglicerila está presente em uma concentração suficiente para aumentar a viscosidade sob taxa de cisalhamento zero da base em cerca de 100 cP ou mais.

- 5 De acordo com outros aspectos, a presente invenção apresenta métodos de preparo de espessantes de poliglicerila, e métodos de limpeza do corpo humano pelo contato do corpo com uma composição da presente invenção.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

- 10 A figura 1 é uma representação gráfica da viscosidade relativa em comparação com a base como uma função de DP_g medida para determinadas composições da invenção reivindicada

- A figura 2 é uma representação gráfica da viscosidade relativa em comparação com a base como uma função do %, em peso, de espessante de poliglicerila em uma formulação, medida para determinadas composições da invenção reivindicada
- 15

A figura 3 é um espectro de RMN 1H para uma composição E1A produzida de acordo com os Exemplos.

- A figura 4 é uma ilustração de 40 prótons de referência (indicados por um *) usados como uma referência interna para determinar o DP_g para uma composição E1A preparada de acordo com os exemplos.
- 20

DESCRIÇÃO DAS MODALIDADES PREFERENCIAIS

- Todas as porcentagens listadas neste relatório são porcentagens em peso, a menos que seja mencionado especificamente de outro modo.
- 25

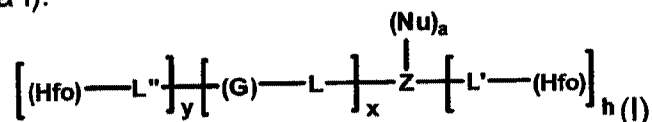
- Conforme usado aqui, o termo "cuidado com a saúde" refere-se aos campos de cuidado pessoal e cuidado médico incluindo, mas não se limitando a, cuidado infantil, cuidado oral, proteção sanitária, cuidado da pele, incluindo o tratamento de pele adulta ou infantil, para manter a saúde da pele, melhorar a saúde da pele, e/ou melhorar a aparência da pele, cuidado de ferimentos, incluindo tratamento de um ferimento para auxiliar no fechamento ou cura de um ferimento, e/ou reduzir a dor ou cicatriz associada ao
- 30

ferimento, saúde da mulher, incluindo o tratamento de tecido na área interna ou externa da vagina e/ou seio, mantendo ou melhorando a saúde de tal tecido ou pele, reparando tal tecido ou pele, reduzindo a irritação de tal resíduo ou pele, mantendo ou melhorando a aparência de tal tecido ou pele, e
 5 melhorando ou acentuando a função sexual associada a tal tecido ou pele, e similares.

Conforme observado acima, os requerentes inesperadamente observaram que determinados compostos ou composições de poliglicerila podem ser usados para espessar bases cosméticas e de cuidados pessoais.

10 Em particular, os requerentes observaram as propriedades inesperadas associadas ao uso de determinadas modalidades de composições de poliglicerila que têm um grau médio de polimerização de glicerila maior que três e pelo menos cerca de 0,35, em média, de porções hidrofóbicas por grupo de ligação primário. As composições resultantes podem ser adequa-
 15 das para uso como composições de limpeza e/ou enxágue.

Em certas modalidades, os compostos e composições de poliglicerila da presente invenção podem ser descritos com relação à seguinte estrutura (Fórmula I):



na qual, de acordo com essa modalidade:

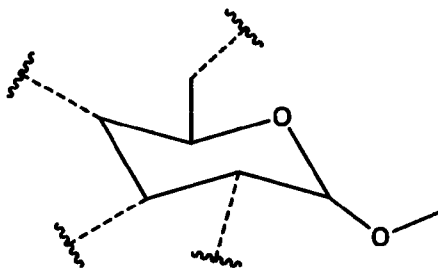
- 20 Z é uma estrutura de nó;
 cada G é um grupo (poli)glicerila independentemente selecionado;
 cada L é um grupo de ligação primário independentemente selecionado (ligando um grupo de (poli)glicerila à estrutura de nó);
 x é o número de grupos (poli)glicerila por molécula de poliglicerila, que é de
 25 1 a 12;
 cada porção (Hfob) é uma porção hidrofóbica independentemente selecionada;
 cada L' é um grupo de ligação primário independentemente selecionado (ligando uma porção hidrofóbica à estrutura de nó);
 30 h é o número de porções hidrofóbicas que são ligadas à estrutura de nó a-

través de um grupo de ligação L', que é de 0 a 11;
 cada L" é um grupo de ligação secundário independentemente selecionado
 (ligando uma porção hidrofóbica a um grupo de glicerila);
 y é o número de porções hidrofóbicas que são ligadas a um grupo de (po-
 5 li)glicerila através de um grupo de ligação secundário L", que é de 0 a 5;
 cada (Nu) é um grupo nucleofílico independentemente selecionado;
 a é o número de grupos nucleofílicos, que é de 0 a 11;
 a soma de $x + h + a$ é de 4 a 12; e
 a soma de $h + y$ é de 1 a 12.

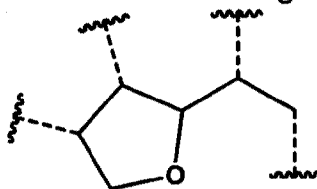
10 Consequentemente, os materiais de poliglicerila da presente invenção compreendem compostos que têm uma estrutura de nó (Z) a qual unidades de (poli)glicerila são ligadas através de um grupo de ligação primário (L). As estruturas de nó adequadas incluem resíduos polinucleofílicos lineares, ramificados, ou cíclicos, saturados ou insaturados compreendendo
 15 de quatro a doze átomos de carbono, e opcionalmente, um ou mais heteroátomos como oxigênio, nitrogênio, ou enxofre. Para uso na presente invenção, o termo "polinucleófilo" significa um composto que tem uma pluralidade de grupos funcionais nucleofílicos ou grupos capaz de serem tornados nucleofílicos, por exemplo, grupos hidroxila (-OH), tio (-SH), amino (-NR₂, no
 20 qual R é H ou CH₃), carbóxi (-COO⁻), e similares. Exemplos de polinucleófilos incluem: polióis como monossacarídeos, por exemplo, glicose, frutose, galactose, manose, glicosamina; C₁-C₄ glicosídeos, dissacarídeos (por exemplo, sacarose), álcoois de açúcar (por exemplo, sorbitol, xilitol, manitol), álcoois de açúcar anidro (por exemplo, sorbitano), pentaeritritol, oligoglicerois (por exemplo, diglicerol, triglicerol), N,N,N',N'-tetrakis(2-
 25 hidroxietil)etilenodiamina, N,N,N',N'-tetrakis(2-hidroxipropil)etilenodiamina, e similares.

O termo "resíduo polinucleofílico" para uso na presente invenção, refere-se à estrutura de um composto polinucleofílico com todos os grupos nucleofílicos terminais (por exemplo, grupos hidroxila) removidos. Por
 30 exemplo, um resíduo polinucleofílico derivado de metil glucosídeo seria a estrutura do metil glucosídeo com os quatro grupos hidroxila removidos dela,

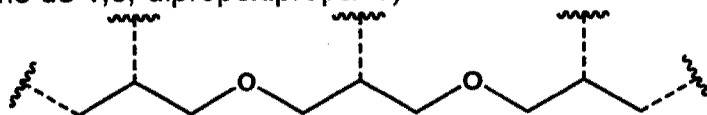
conforme mostrado abaixo:



- o que resulta em uma estrutura de nó que é um éter cíclico de 5 carbonos com um metileno na posição 5 e um éter metílico na posição 1. Outros exemplos incluem resíduos polinucleofílicos derivados de sorbitano (sendo que a remoção dos quatro grupos hidroxila resulta em uma estrutura de nó que é um éter cíclico com 4 carbonos com um grupo etila na posição 2):



e triglicerol (sendo que a remoção dos cinco grupos hidroxila resulta em uma estrutura de nó de 1,3,-dipropoxipropano):

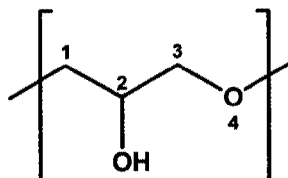


- e similares. De acordo com determinadas modalidades preferenciais, a estrutura de nó tem de cerca de 6 a cerca de 9 carbonos, em determinadas modalidades mais preferenciais, de cerca de 6 a cerca de 7 carbonos. De acordo com determinadas modalidades preferenciais, a estrutura de nó é um resíduo polinucleofílico derivado de um polinucleófilo selecionado do grupo que consiste em polióis, como monossacarídeos, por exemplo, glicose, frutose, galactose, manose, glicosamina; C₁-C₄ glicosídeos, dissacarídeos (por exemplo, sacarose), álcoois de açúcar (por exemplo, sorbitol, xilitol, manitol), álcoois de açúcar anidro (por exemplo, sorbitano), pentaeritritol, oligogliceróis (por exemplo, diglicerol, triglicerol), N,N,N',N'-tetracis(2-hidroxi-
 15 etil)etilenodiamina, e N,N,N',N'-tetracis(2-hidroxi-
 20 etil)etilenodiamina. Em determinadas modalidades mais preferenciais, a estrutura de nó é um resíduo polinucleofílico derivado de metil glucosídeo, sorbitano, diglicerol ou triglicerol, ou em outras modalidades mais preferenciais, de metil glucosídeo,

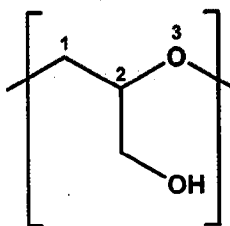
diglicerol, ou triglicerol.

Os materiais de poliglicerila da presente invenção compreendem um ou mais grupos (poli)glicerila (G). Para uso na presente invenção, um "grupo de (poli)glicerila" significa um grupo ligado ao nó através de um grupo de ligação primário (L) que compreende uma unidade de glicerila, uma pluralidade de unidades de glicerila ligadas juntas em sequência, e/ou uma ou mais unidades de glicerila ligadas com unidades co-repetidas como parte de um grupo copolímero de glicerila. O termo "unidade de glicerila" significa uma porção compreendendo éter linear, ramificada, e/ou cíclica que é um derivado estrutural do glicerol ($C_3H_8O_3$), como unidades que correspondem ao glicerol desidratado ($C_3H_6O_2$). Os versados na técnica reconhecerão que as unidades de glicerila podem estar presentes como unidades únicas em um grupo de glicerila particular ou podem se repetir de forma que uma pluralidade destas unidades estejam presentes em um dado grupo de (poli)glicerila.

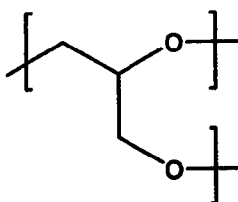
Exemplos de determinadas unidades de glicerila são representados como unidades 1,4 lineares ($L_{1,4}$):



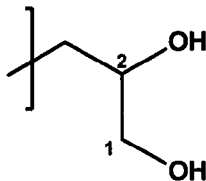
unidades de glicerila 1,3 lineares ($L_{1,3}$),



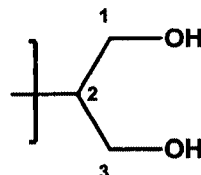
unidades de repetição de glicerila dendríticas (D), que levam a unidades ramificadas e cíclicas,



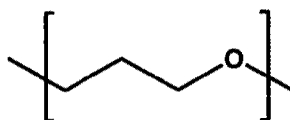
unidades 1,2 terminais ($T_{1,2}$)



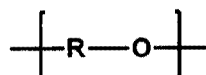
e unidades 1,3 terminais ($T_{1,3}$)



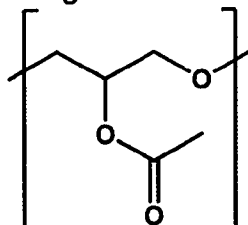
Em uma modalidade, o espessante de poliglicerila compreende grupos de glicerila que são grupos copolímeros de glicerila. Por "grupo copolímero e glicerila" entende-se que além das unidades de glicerila descritas acima, o grupo de glicerila inclui uma ou mais unidades de repetição, como unidades de oxipropileno:

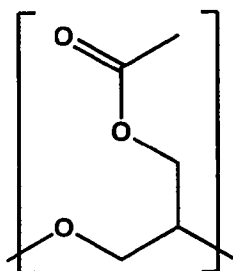


Geralmente:

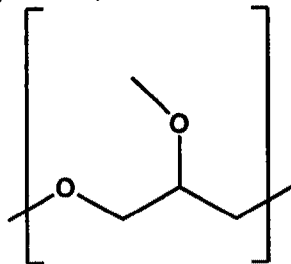


em que $R = C_1-C_4$ alquila linear ou ramificada, como $-CH_2CH_2-$, $-CH(CH_3)CH_2-$, e $-CH_2CH_2CH_2-$, que se origina da reação de co-monômeros opcionais (como carbonato de etileno, carbonato de 1,2-propileno, e carbonato de 1,3-propileno) na formação dos espessantes de poliglicerila. Além disso, um ou mais dos grupos de glicerila pode incluir unidades de C_2-C_4 acil glicerila, como unidades de acetil glicerila:

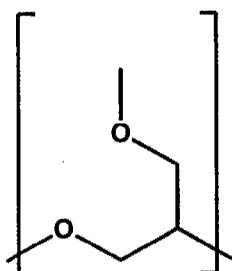




e unidades de C₁-C₄ alquil glicerila, como unidades de éter de metil glicerila:



e



De acordo com determinadas modalidades preferenciais, as composições de poliglicerila da presente invenção possuem um grau médio de polimerização de glicerila (DP_g) maior que 3. Os versados na técnica reconhecerão que "o grau médio de polimerização de glicerila" significa o número de unidades de glicerila por mol de espessante de poliglicerila com base no número médio. Em certas modalidades preferenciais, o grau médio de polimerização de glicerila é de cerca de 4 a cerca de 100 unidades de repetição de glicerila, de preferência, de cerca de 4 a cerca de 50 unidades de repetição de glicerila, com mais preferência, de cerca de 4 a cerca de 25 unidades de repetição de glicerila, com mais preferência ainda de cerca de 4 a cerca de 15 unidades de repetição de glicerila. Em determinadas outras modalidades preferenciais, o grau médio de polimerização de glicerila é maior que 3 a cerca de 11. O DP_g de uma composição de poliglicerila é calculado de acordo com a presente invenção com o uso de técnicas de ressonân-

cia magnética nuclear (RMN) de acordo com o procedimento de medição do grau médio de polimerização de glicerila descrito abaixo neste documento.

Conforme discutido acima, cada um do um ou mais grupos (poli)glicerila está ligado à estrutura de nó por um grupo de ligação primário (L).

- 5 Por "ligado à estrutura de nó por um grupo de ligação primário," entende-se que o grupo de (poli)glicerila está ligado diretamente à estrutura de nó com apenas um grupo de ligação (funcional) primário entre eles. Os grupos de ligação primários podem ser, por exemplo, as porções funcionais que, quando ligadas a pelo menos dois átomos de carbono formam éteres, ésteres,
- 10 carbamatos (uretanos), aminas, amidas, cetonas, carbonatos, tioéteres, tioésteres, ditioésteres, xantatos. Isto é, conforme será compreendido pelos versados na técnica, cada grupo de ligação primário pode ser selecionado dentre: -O-, -C(O)O-, -N(H)C(O)O-, -N(R)₂-, -N(R)C(O)-, -C(O)-, -OC(O)O-, -S-, -C(S)O-, -C(S)S-, -OC(S)S-, onde cada R é, independentemente, H ou
- 15 metila. De acordo com determinadas modalidades preferenciais, o grupo de ligação primário é -O-, amina, ou carbamato.

- Em certas modalidades, o grupo de ligação primário é derivado dos grupos nucleofílicos do polinucleófilo que foi usado no processo de fazer o espessante de poliglicerila. Por exemplo, caso um polinucleófilo carregan-
- 20 do grupos hidroxila seja reagido com carbonato de glicerol, então a estrutura de nó resultante será substituída por grupos (poli)glicerila ligados covalentemente ao nó por grupos de ligação primários que são ligações de éter (isto é, o grupo de ligação é -O-). Como um versado na técnica facilmente compreenderia, em modalidades nas quais o número de unidades de glicerila é maior que o número de grupos (poli)glicerila, determinadas unidades de gli-
- 25 cerila presentes no espessante de poliglicerila estão, por exemplo, ligadas a unidades de glicerila vizinhas ao invés de estarem ligadas à estrutura de nó.

- Os materiais de poliglicerila incluem, ainda, uma ou mais porções hidrofóbicas terminais (Hfob). Uma "porção hidrofóbica" é por isso defi-
- 30 nida como uma porção não-polar que contém pelo menos um dos seguintes:
- (a) uma cadeia carbono-carbono de pelo menos seis carbonos em que nenhum dos seis carbonos é um carbono carbonila ou tem uma porção hidrofi-

lica ligada diretamente a ele; (b) dois ou mais grupos alquil silóxi ($-\text{[Si(R)}_2\text{-O)]-}$); e/ou (c) dois ou mais grupos oxipropileno em sequência. Uma porção hidrofóbica pode ser, ou incluir, grupos lineares, cíclicos, aromáticos, saturados ou insaturados. As porções hidrofóbicas preferenciais incluem 9 ou mais átomos de carbono, com mais preferência de 11 a 30 átomos de carbono, com mais preferência ainda de 15 a 26 átomos de carbono e, com a máxima preferência, de 17 a 24 átomos de carbono.

Outros exemplos de porções hidrofóbicas incluem grupos tais como poli(oxipropileno), poli(oxibutileno), poli(dimetilsiloxano), grupos de hidrocarbonetos fluorados contendo uma cadeia de carbono de pelo menos seis carbonos, em que nenhum dos seis carbonos tem uma porção hidrofílica ligada diretamente a ele, e similares.

Alguns exemplos específicos de porções hidrofóbicas incluem porções alquila lineares ou ramificadas, saturadas ou insaturadas, por exemplo, $\text{C}_{10}\text{-C}_{30}$ alquila linear ou ramificada, saturada ou insaturada, como decila, undecila, dodecila (laurila), tridecila, tetradecila (miristila), pentadecila, hexadecila (cetila, palmitila), heptadecila, heptadecenila, hepta-8-decenila, hepta-8,11-decenila, octadecila (estearila), nonadecila, eicosanila, henicosen-12-ila, henicosanila, docosanila (beenila), e similares. Determinadas porções hidrofóbicas preferenciais incluem heptadecila, heptadecenila, hepta-8-decenila, hepta-8,11-decenila e similares.

Cada porção hidrofóbica terminal de um material de poliglicerila da presente invenção pode ser ligada à estrutura de nó por um grupo funcional de ligação primário (L') ou a um grupo de (poli)glicerila por um grupo de ligação secundário (L''). Qualquer porção adequada e preferencial descrita acima para o grupo de ligação primário (L) pode, também, ser adequado e/ou preferencial como o grupo de ligação primário (L') ou grupo de ligação secundário (L'').

Em certas modalidades, o grupo de ligação primário é derivado de grupos nucleofílicos do polinucleófilo que foram consumidos no processo de ligação da porção hidrofóbica ao polinucleófilo. Por exemplo, caso um polinucleófilo carregando grupos hidroxila (isto é, um poliol) seja reagido com

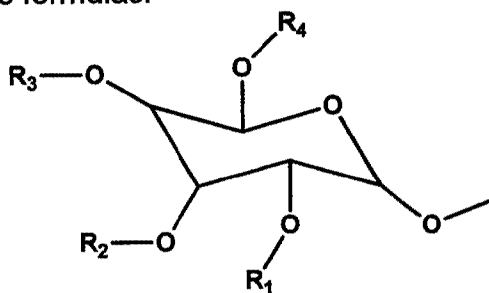
ácidos graxos sob condições de reação de condensação então, a estrutura de nó resultante será substituída com porções hidrofóbicas covalentemente ligadas à estrutura de nó por grupos de ligação primários que são grupos funcionais éster (-C(O) -). Alternativamente, o grupo funcional de ligação primário pode ser derivado de um reagente difuncional usado para ligar covalentemente a porção hidrofóbica ao nó polinucleofílico. Por exemplo, caso um polinucleófilo carregando grupos hidroxila (isto é, um poliol) seja reagido com um diisocianato, seguido de reação com um álcool graxo então, a estrutura de nó resultante será substituído com porções hidrofóbicas covalentemente ligadas à estrutura de nó por grupos de ligação primários que são grupos funcionais carbamato (uretano).

De preferência, os materiais de poliglicerila da presente invenção são suficientemente substituídos com porções hidrofóbicas, de modo que as composições de poliglicerila têm um número médio de porções hidrofóbicas por grupo de ligação primário de cerca de 0,35 ou mais. Por média de porções hidrofóbicas por grupo de ligação primário, entende-se o quociente do número médio de porções hidrofóbicas dividido pela (soma do número médio de grupos de ligação primários (L) e (L')) presentes na composição de poliglicerila. Em certas modalidades, a composição de poliglicerila tem de cerca de 0,35 porções hidrofóbicas em média por grupo de ligação primário a cerca de 0,55 porções hidrofóbicas em média por grupo de ligação primário. Os versados na técnica reconhecerão que determinados polinucleófilos e/ou materiais de partida com a fórmula nó- (L'-Hfob)_n podem ser comercialmente disponíveis como uma mistura de espécie mono-, di-, e/ou tri-substituídas hidrofobicamente. Desta forma, o número médio de porções hidrofóbicas por grupo de ligação pode ser representado por um valor médio não-inteiro. Esclarecendo, o seguinte exemplo de cálculo é fornecido: por exemplo, para um éster de dioleato de sorbitano nominal compreendendo 75 % em mol de sorbitano dissustituído e 25 % em mol de sorbitano mono-substituído, o grau médio de substituição hidrofóbica (isto é, grau médio de esterificação) seria igual a $2(0,75) + 1(0,25) = 1,75$ porções hidrofóbicas por molécula. Uma vez que o nó de sorbitano carrega quatro possíveis grupos

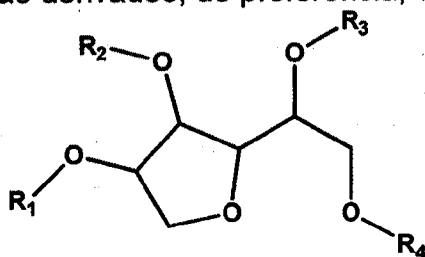
de ligação primários, o número médio de porções hidrofóbicas por grupo de ligação primário é igual a $1,75/4 = 0,44$.

Em certas modalidades, em média, o material de poliglicerila é suficientemente substituído com porções hidrofóbicas para que o material de poliglicerila tenha cerca de 1,5 ou mais porções hidrofóbicas por molécula, de preferência, de cerca de 1,5 a cerca de 2,2 porções hidrofóbicas por molécula. Por exemplo, no exemplo de cálculo acima, o dioleato de poligliceril sorbitano teria 1,75 porções hidrofóbicas por molécula.

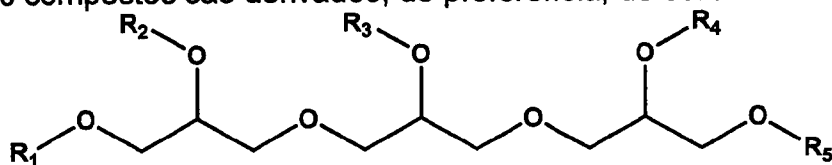
Embora várias estruturas tenham sido descritas para os espessantes de poliglicerila da presente invenção, exemplos de espessantes de poliglicerila particularmente adequados incluem aqueles que compreendem os compostos com as fórmulas:



em que R_1 - R_4 são, cada um independentemente, -L'-Hfob ou -L-(G), desde que o espessante tenha em média cerca de 1,5 ou mais -L'-Hfob por molécula. Tais compostos são derivados, de preferência, de metil glicose.

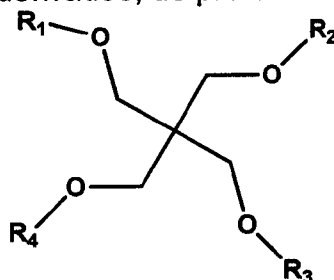


em que R_1 - R_4 são, cada um independentemente, -L'-Hfob ou -L-(G), desde que o espessante tenha em média cerca de 1,5 ou mais -L'-Hfob por molécula. Tais compostos são derivados, de preferência, de sorbitano.



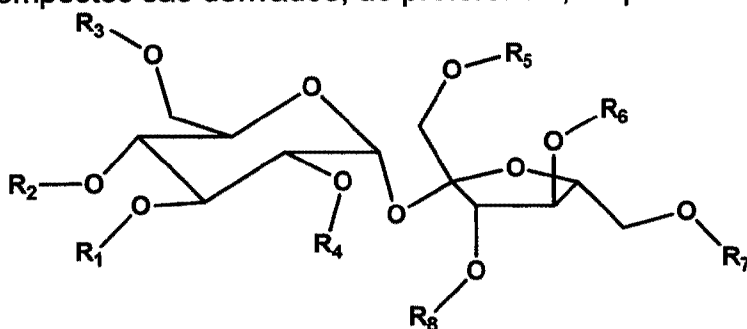
em que R_1 - R_5 são, cada um independentemente, -L'-Hfob ou -L-(G), desde

que o espessante tenha em média cerca de 1,5 ou mais -L'-Hfob por molécula. Tais compostos são derivados, de preferência, de triglicerol.

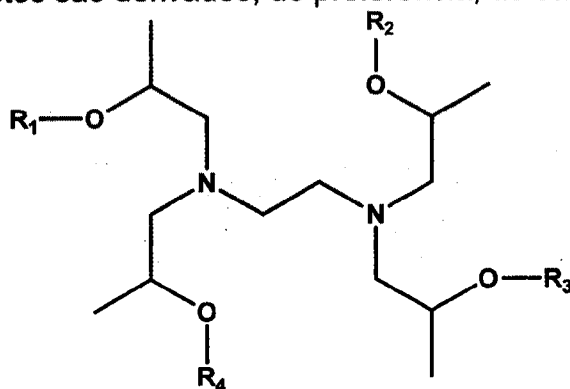


em que R_1 - R_4 são, cada um independentemente, -L'-Hfob ou -L-(G), desde que o espessante tenha em média cerca de 1,5 ou mais -L'-Hfob por molécula.

5 Tais compostos são derivados, de preferência, de pentaeritritol.



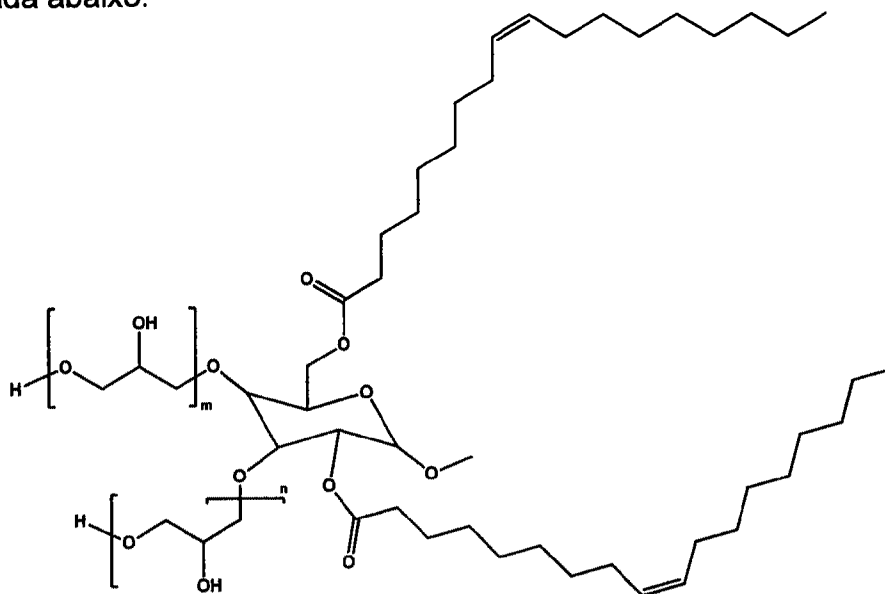
em que R_1 - R_8 são, cada um independentemente, -L'-Hfob ou -L-(G), desde que o espessante tenha em média cerca de 1,5 ou mais -L'-Hfob por molécula. Tais compostos são derivados, de preferência, de sacarose.



em que R_1 - R_4 são, cada um independentemente, -L'-Hfob ou -L-(G), desde que o espessante tenha em média cerca de 1,5 ou mais -L'-Hfob por molécula. Tais compostos são derivados, de preferência, de N,N,N',N'-tetrakis(2-hidroxipropil)etilenodiamina.

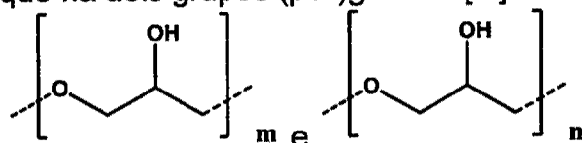
De acordo com determinadas modalidades preferenciais, os materiais de poliglicerila da presente invenção derivados de metil glicose com-

preendem dioleato de poligliceril metil glicose, cuja estrutura idealizada é mostrada abaixo:



sendo que, com relação à fórmula I,

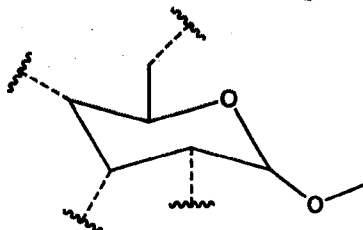
(a) $x=2$, uma vez que há dois grupos (poli)glicerila [G]:



5 (b) $h=2$, uma vez que há duas porções hidrofóbicas [Hfob], sendo ambas C_{17} hidrófobos, especificamente, 8-heptadecenila:



(c) a estrutura de nó (Z) é um resíduo de metil glicose:

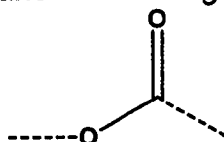


(d) grupos nucleofílicos [Nu] residuais estão ausentes, desta forma $a = 0$

(e) cada grupo de ligação primário L é uma ligação de éter:

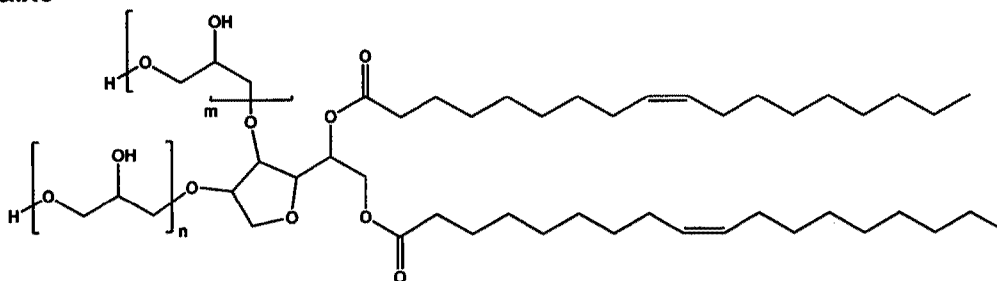


10 (f) cada grupo de ligação primário L' é uma ligação de éster:



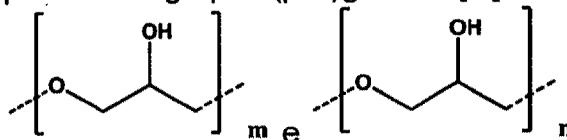
- (g) Hfob—L" está ausente, como tal $y=0$. Em modalidades preferenciais, $m+n$ é maior que 3, de preferência de cerca de 4 a cerca de 100, de preferência, de cerca de 4 a cerca de 50, com mais preferência, de cerca de 4 a cerca de 25, com mais preferência ainda de cerca de 4 a cerca de 15, e com mais preferência ainda, maior que 3 a cerca de 11.

De acordo com determinadas modalidades preferenciais, os materiais de poliglicerila da presente invenção derivados de sorbitano compreendem dioleato de poligliceril sorbitano, cuja estrutura idealizada é mostrada abaixo



- 10 sendo que, com relação à fórmula I,

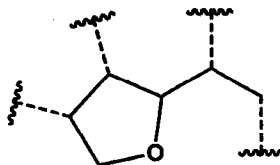
(a) $x=2$, uma vez que há dois grupos (poli)glicerila [G]:



(b) $h=2$, uma vez que há duas porções hidrofóbicas [Hfob], sendo ambas C_{17} hidrófobos, especificamente, 8-heptadecenila:

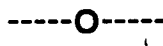


(c) a estrutura de nó é uma 2-etiltetra-hidrofuranila:

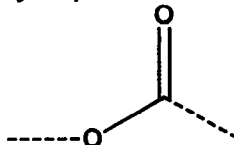


- 15 (d) grupos nucleofílicos [Nu] residuais estão ausentes, desta forma $a = 0$

(e) cada grupo de ligação primário L é uma ligação de éter:

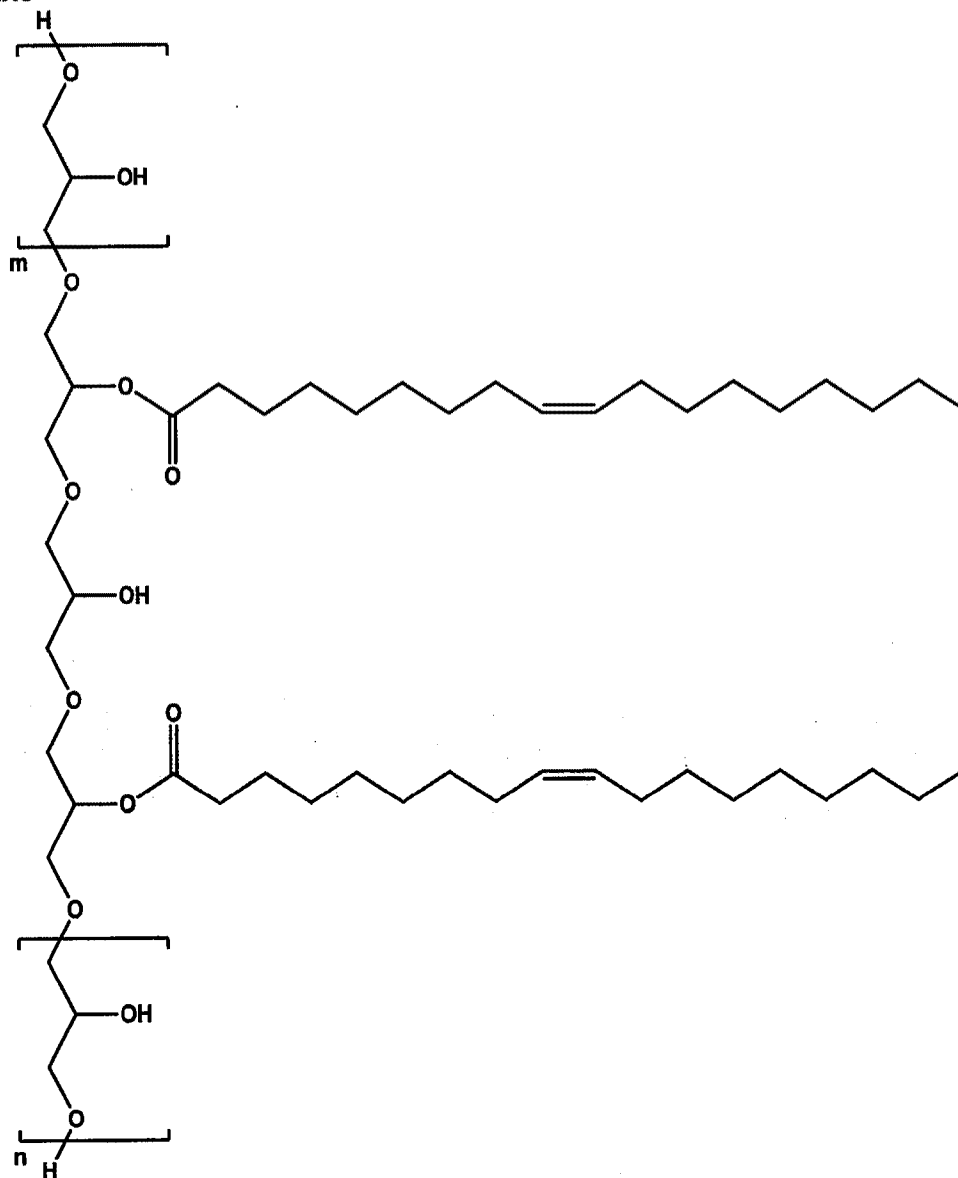


– (f) cada grupo de ligação primário L' é uma ligação de éster:



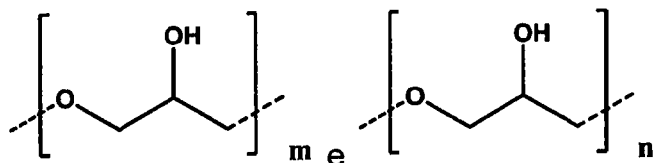
- (g) Hfob—L" está ausente, como tal $y=0$. Em modalidades preferenciais, $m+n$ é maior que 3, de preferência de cerca de 4 a cerca de 100, de preferência, de cerca de 4 a cerca de 50, com mais preferência, de cerca de 4 a cerca de 25, com mais preferência ainda de cerca de 4 a cerca de 1, e com mais preferência ainda, maior que 3 a cerca de 11.

De acordo com determinadas modalidades preferenciais, os materiais de poliglicerila da presente invenção derivados de triglicerol compreendem dioleato de poligliceril triglicerol, cuja estrutura idealizada é mostrada abaixo



- 10 sendo que, com relação à fórmula I,
 (a) $x=2$, uma vez que há dois grupos (poli)glicerila [G]:

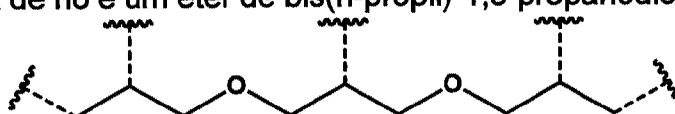
(b)



(c) $h=2$, uma vez que há duas porções hidrofóbicas [Hfob], sendo ambas C_{17} hidrófobos, especificamente, 8-heptadecenila:



(d) a estrutura de nó é um éter de bis(n-propil)-1,3-propanodiol:



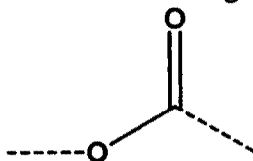
5 (e) há um grupo nucleofílico [Nu] residual (hidroxila), desta forma, $a = 1$



(f) cada grupo de ligação primário L é uma ligação de éter:



(g) cada grupo de ligação primário L' é uma ligação de éster:



(h) Hfob—L" está ausente, como tal $y=0$. Em modalidades preferenciais, $m+n$ é maior que 3, de preferência de cerca de 4 a cerca de 100, de preferência, de cerca de 4 a cerca de 50, com mais preferência, de cerca de 4 a cerca de 25, com mais preferência ainda de cerca de 4 a cerca de 1, e com mais preferência ainda, maior que 3 a cerca de 11.

De acordo com determinadas modalidades preferenciais, as composições de espessante de poliglicerila da presente invenção compreendem pelo menos 50 % em mol de compostos de poliglicerila tendo dois grupos hidrofóbicos, (por exemplo, com referência à Fórmula I, na qual $h=2$). Em certas modalidades preferenciais, os espessantes de poliglicerila da presente invenção compreendem cerca de 50 % em mol a cerca de 100 % em mol de compostos de poliglicerila tendo dois grupos hidrofóbicos, com mais preferência, de cerca de 60 % em mol a cerca de 100 % em mol, com mais preferência, de cerca de 70 % em mol a cerca de 100 % em mol, com mais

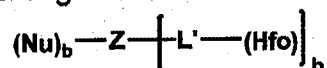
preferência, de cerca de 80 % em mol a cerca de 100 % em mol de compostos de poliglicerila com dois grupos hidrofóbicos.

Em determinadas modalidades particularmente preferenciais, os espessantes de poliglicerila da presente invenção compreendem pelo menos 50 % em mol, com mais preferência, cerca de 50 % em mol a 100%, com mais preferência, de cerca de 70 % em mol a cerca de 100 % em mol, com mais preferência, de cerca de 80 % em mol a cerca de 100 % em mol de dioleato de poligliceril polioli (por exemplo, dioleato de poligliceril metil glicose, dioleato de poligliceril sorbitano, e similares).

De acordo com determinadas modalidades, para os compostos da Fórmula I nos quais Z é um resíduo polinucleofílico derivado de sorbitano então: (a) $x=2$, $h=2$, $a=0$, $y=0$, e o composto tem um grau de polimerização de glicerila maior que 3 até cerca de 11, ou (b) x é de 1 a 3, $h=1$, a é de 0 a 2, y é de 1 a 3, e $x+h+a+y=4$.

15 Métodos de preparo de espessantes de poliglicerila

Várias rotas sintéticas são adequadas para fazer os espessantes de poliglicerila da presente invenção. Em uma modalidade, o espessante de poliglicerila é preparado através da polimerização por adição com abertura do anel catalisada por base dos monômeros e comonômeros opcionais. A (co)polimerização pode ser feita, por exemplo, fornecendo-se primeiro um iniciador de polimerização, por exemplo, um polinucleófilo que foi parcialmente substituído por porções hidrofóbicas. O iniciador de polimerização pode ser representado pela seguinte estrutura:



em que:

25 Z = estrutura de nó;

cada Nu é um grupo nucleofílico (de preferência, um grupo hidroxila);

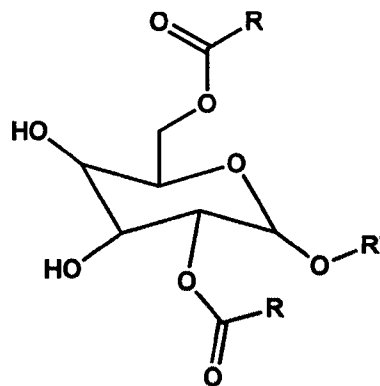
Hfob = porção hidrofóbica;

cada L' é um grupo de ligação primário;

h = porções hidrofóbicas por grupo nucleofílico (substituição hidrofóbica)

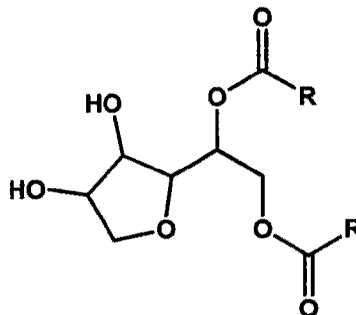
30 b é o número de grupos nucleofílicos livres para ligação com grupos (poli)glicerila. Exemplos de iniciadores de polimerização adequados incluem:

(i) os diésteres de glicosídeo mostrados abaixo, sendo que R' é uma C₁-C₄ alquila:



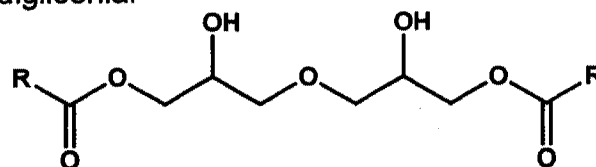
como dioleato de metil glicose, na qual R= C₁₇ (-RCO = oleoíla) e R' = CH₃.

(ii) diésteres de sorbitano:



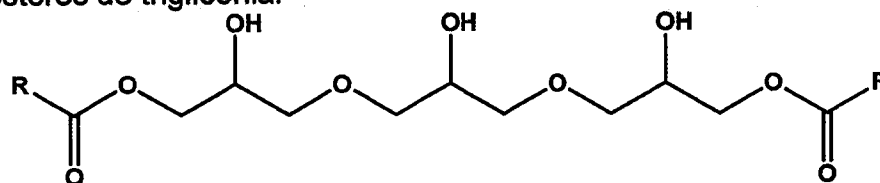
5 como dioleato de sorbitano, na qual R= C₁₇ (-RCO = oleoíla);

(iii) diésteres de diglicerila:



como dioleato de diglicerol, na qual R= C₁₇ (-RCO = oleoíla); e

(iv) diésteres de triglicerila:



como dioleato de triglicerol, na qual R= C₁₇ (-RCO = oleoíla).

10 Em certas modalidades, o iniciador de polimerização é um composto com a fórmula acima, sendo que Z não é um resíduo polinucleofílico derivado de sorbitano. Em certas modalidades preferenciais, o iniciador de polimerização pode ser selecionado a partir do grupo que consiste em diés-

teres de glicosídeo, diésteres de diglicerila, diésteres de triglicerila, e combinações de dois ou mais dos mesmos.

Para preparar os espessantes de poliglicerila da presente invenção, várias rotas sintéticas podem ser empregadas, incluindo, mas não se limitando a polimerização por condensação de monômeros de glicerila como glicerol; polimerização por abertura de anel destes monômeros de glicerila como carbonato de glicerol ou glicidol. Os monômeros de glicerila adequados para polimerização por abertura de anel incluem monômeros primários, (para produzir unidades de repetição de glicerol) como carbonato de glicerila (GC), glicidol, assim como monômeros substituídos, como monoéster C₁-C₄ de carbonato de glicerol (carbonato de acetil glicerol (AcGC) é preferencial) e monoéster C₁-C₄ de glicidol. Além disso, comonômeros opcionais como carbonato de etileno, carbonato de 1,2-propileno, e carbonato de 1,3-propileno podem ser usados para gerar um copoliéster. Além disso, os copolímeros de glicerila podem, também, ser derivados da polimerização por abertura de anel de carbonato de glicerol com outros monômeros de carbonato cíclicos, como carbonato de glicerol acetilado (AcGC) para produzir unidades de acetil glicerila.

Tipicamente, a razão molar entre o iniciador e o monômero usado na síntese é, geralmente, de pelo menos 1:3, mais geralmente de 1:4 a 1:100, tipicamente de 1:4 a 1:75, ainda mais geralmente de 1:4 a 1:50, desejavelmente de 1:4 a 1:40 e, particularmente, de 1:5 a 1:30. Embora a reação sintética pareça suficientemente robusta para fazer produtos com DP_n médio maior que cerca de 30, as velocidades de reação podem cair um pouco em valores de DP_n mais elevados, o que pode ser compensado pela adição superior (ou contínua) de carbonato de glicerol e/ou catalisador.

Para acelerar a reação, em certas modalidades, é desejável usar um catalisador, particularmente, um catalisador básico. Consequentemente, em uma modalidade, o método de fazer o espessante de poliglicerila inclui reagir o iniciador com monômeros de glicerila e comonômeros opcionais na presença de um catalisador básico. Catalisadores apropriados incluem metal alcalino, particularmente, sódio ou potássio, bases, por exemplo, hidróxidos,

particularmente NaOH ou KOH, carbonatos, particularmente K_2CO_3 ou Na_2CO_3 , bicarbonatos, particularmente $KHCO_3$ ou $NaHCO_3$, e alcóxidos, particularmente sódio ou potássio inferior, particularmente C_1 a C_4 , alcóxidos, por exemplo, metóxido de sódio ou potássio, e aminas terciárias, particularmente, aminas terciárias que inclui pelo menos um átomo de nitrogênio terciário em um sistema de anel, como 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-eno (DBU), 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano (DABCO), 4-(dimetilamino)piridina (DMAP), 7-metil-1,5,7-triazabicyclo[4.4.0]dec-5-eno (MTBD), quinuclidina, pirrocolina, e materiais similares. O catalisador básico, particularmente, hidróxido de metal alcalino, pode ser parcialmente neutralizado (ou tamponado) com ácido, particularmente, ácidos graxos ou um ácido polibásico, como oxiácido de fósforo, por exemplo, ácido fosfórico ou oxiácidos de fósforo redutores, como ácido fosforoso. A quantidade de catalisador pode ser de 0,5 a 25, mais geralmente, de 2 a 20, e particularmente, 5 a 15, % em mol, com base no material de partida iniciador. Metóxido de cálcio, $Ca(OCH_3)_2$, e metóxido de potássio, $KOCH_3$, caso usados, são desejavelmente usados em uma quantidade de 3 a 18, especialmente de 5 a 15 % em mol com base no material de partida iniciador e são catalisadores particularmente úteis.

Para fazer os compostos da invenção nos quais o grupo de (poli)glicerila é um copolímero de glicerila, a síntese pode incluir copolimerização de abertura do anel com outros monômeros cíclicos, de preferência, carbonatos cíclicos, por exemplo, os derivados de etileno glicol, propileno glicol e/ou 1,3-propanodiol, em adição ao carbonato de glicerol. A proporção deste outro comonômero usado será escolhida para fornecer a quantidade correspondente de inclusão copolimérica nas cadeias e, consequentemente, será tipicamente menor que 75, mais geralmente menor que 50 e, geralmente, menor que 25 % em mol do carbonato total usado na síntese. A invenção inclui, ainda, um método de fazer um éter de poli(alquilenóxi)/poliglicerol misto no qual o iniciador é reagido com carbonato de glicerol e pelo menos um outro carbonato cíclico, particularmente, na presença de um catalisador básico.

As proporções relativas de glicerila e outras unidades no copolí-

mero de glicerila podem ser facilmente determinadas pelo controle de como os monômeros são fornecidos à reação. Desta forma, a produção de copolímeros aleatórios (estatísticos) pode ser feita fornecendo-se uma mistura de monômeros à reação; de copolímeros em bloco completando-se substancialmente primeiro a reação com um monômero antes de outro ser adicionado; de copolímeros em bloco afunilados pela adição posterior de outro monômero, mas antes do final da reação de um primeiro reagente de carbonato. Os tipos em bloco sequencial, aleatório em bloco, e similares das cadeias copoliméricas podem ser feitos por combinações ou variações prontas nas sequências de reação acima. Em uma modalidade preferencial, o carbonato de glicerila acetilado é polimerizado primeiro sem o iniciador, seguido de subsequente polimerização do carbonato de glicerila.

Além dos compostos da invenção, reações de síntese típicas podem gerar subprodutos como poliglicerol e/ou copolímeros de poliglicerila em reações colaterais iniciadas por espécie diferentes do iniciador pretendido, por exemplo, polimerização de carbonato de glicerol iniciada pelo grupo OH livre do carbonato de glicerol. Em geral, quanto mais monômeros estiverem presentes no sistema de reação, mais provavelmente estas polimerizações ocorrerão e, conseqüentemente, a adição em alíquotas ou gradual de monômeros ao longo do curso da reação reduz a quantidade de produtos secundários produzidos. O espessante de poliglicerila pode ser separado dos produtos secundários da polimerização através de qualquer um de uma variedade de processos de separação convencionais incluindo, por exemplo, decantação, fracionamento, centrifugação, e/ou extração de solvente.

As reações de síntese serão realizadas geralmente em um modo em lote, tipicamente pela mistura dos reagentes em um recipiente adequado e permitindo que eles reajam, geralmente sob agitação durante um tempo adequado. O reagente novo, particularmente carbonato de glicerol, e/ou catalisador pode ser adicionado ocasionalmente, em múltiplos intervalos ou continuamente durante a reação (operação em semibatelada. Também é possível usar modos de reação contínuos ou semicontínuos, caso desejado.

Quando o iniciador e o(s) monômero(s) são imiscíveis, no início

da reação, os reagentes formam um sistema líquido de duas fases. Conforme a cadeia de poliéter (por exemplo, glicerila e outras unidades opcionais) do iniciador eterificado cresce, os poliéteres se tornam progressivamente miscíveis com o(s) monômero(s). Desta forma, os produtos, e em uma proporção, os intermediários tenderão a atuar para compatibilizar os materiais de partida, mas quando a transição para um sistema de fase única vai ocorrer, dependerá dos reagentes usados. A reação entre os componentes (geralmente) em fases diferentes será mais lenta do que quando eles estão em apenas uma fase. O grau de compatibilidade dos intermediários pode influenciar a velocidade relativa da reação contra o comprimento de cadeia e, assim, influenciar a distribuição dos comprimentos de cadeia no produto final. Em alguns casos, um sistema líquido de fase única não se formará, gerando dois produtos de reação diferentes (um de cada fase) que podem ser separados e utilizados de acordo. Nestes casos, os parâmetros da reação podem ser ajustados de acordo para favorecer a formação do produto desejado e reduzir a formação do subproduto resultante. Por exemplo, em um produto de reação de duas fases resultante da reação de dioleato de metil glicose com carbonato de glicerol, uma fase pode compreender dioleato de poligliceril metil glicose com um alto DPg, enquanto que a segunda fase pode compreender um dioleato de poligliceril metil glicose com um baixo DPg. As duas fases podem ser separadas e coletadas através de qualquer uma de uma variedade de processos de separação convencionais, incluindo, por exemplo, decantação, fracionamento, centrifugação, e/ou extração de solvente.

25 Tipicamente, as reações para fazer os compostos da invenção podem ser executadas sem a necessidade de um solvente ou diluente, particularmente, uma vez que isto evitará qualquer problema no isolamento do produto desejado. Entretanto, se desejado, a imiscibilidade física dos materiais de partida pode ser evitada pelo uso de um meio de reação, solvente ou diluente inerte adequado; entretanto, a reação é conduzida, de preferência, na batelada. Os solventes adequados são líquidos que permanecem termicamente estáveis e são inertes aos reagentes e produtos. Qualquer solvente

usado terá uma pressão de vapor relativamente baixa na temperatura de reação ou a reação será conduzida sob confinamento adequado ou disposições de refluxo. Exemplos adequados de solventes/diluentes incluem dimetil isossorbida, dimetil formamida, sulfóxido de dimetila, e etileno glicol e diéteres de dietileno glicol, por exemplo, éteres de dimetila, dietila, ou dibutila.

O solvente e/ou diluente pode ser incluído com o espessante de poliglicerila resultante, deixando-se o solvente/diluente da reação no produto ou adicionando-o subsequentemente, para reduzir a viscosidade do produto durante o transporte, armazenamento e/ou uso subsequente. Os solventes/diluentes adequados para esta finalidade incluem os acima mencionados assim como carbonato de glicerol (quando sua reatividade não interfere com o uso posterior do produto), glicerol, e particularmente, monopropileno glicol, porque este pode fornecer o benefício adicional de melhorar o empacotamento molecular dos produtos de éter de poliglicerol na interface das fases na utilização final das formulações. Tipicamente, tais solventes/diluentes serão usados em quantidades para fornecer formulações tendo de 50 a 90, mais geralmente 60 a 80 e, particularmente, em relação a 70, %, em peso do produto.

A temperatura da reação pode ser superambiente, como pelo menos 100°C e, mais geralmente, de pelo menos 150°C e pode variar até 220°C, com o intervalo de 170 a 200°C sendo geralmente adequado.

Tipicamente, os reagentes usados para fazer os compostos da invenção permanecem como líquidos de baixa pressão de vapor nas temperaturas de reação, de modo que a reação pode ser convenientemente executada sob condições ambientes de pressão embora uma pressão moderadamente superambiente possa ser usada, caso desejado. É improvável que se deseje usar pressão subambiente, mas pela escolha dos reagentes não voláteis adequados, pode ser possível executar a reação em uma pressão moderadamente subambiente.

É preferencial aplicar pressão subambiente (isto é, vácuo) ao iniciador durante o aquecimento inicial para desgaseificar e secar o iniciador, uma vez que o oxigênio carregado levará à descoloração do produto, e a

água carregada levará ao início espontâneo dos monômeros, resultando em (co)polímeros sem a funcionalidade de nó(Hfob)_n. Também é preferencial aplicar pressão subambiente aos monômeros antes da reação para desgasificação.

- 5 Para ajudar a evitar geração de cor excessiva, particularmente quando se reage iniciadores que carregam porções hidrofóbicas insaturadas, as reações de síntese serão geralmente executadas em uma atmosfera amplamente isenta de oxigênio, por exemplo, em uma atmosfera de nitrogênio (por exemplo, com o uso de uma manta ou purga de nitrogênio. Para produção em maior escala, a manta de nitrogênio pode ser menos necessária ou talvez omitida.

- Pode ser desejável incluir agente redutor na reação para ajudar a controlar a cor do produto. Os agentes redutores comumente usados para esta finalidade, particularmente, na fabricação de alimentos ou produtos para cuidados pessoais, podem ser usados nesta invenção e exemplos incluem ácido fosforoso (H₃PO₃), ácido hipofosforoso (H₃PO₂) e boroidreto (geralmente como boroidreto de sódio). Quando o agente redutor em si é um ácido, por exemplo, ácido fosforoso ou hipofosforoso, ele estará presente, geralmente, como um sal, tipicamente um sal de metal alcalino. O sal pode ser produzido in situ pela reação com uma base, por exemplo, parte do catalisador básico (onde usado) e nesse caso pode ser necessário garantir que base suficiente está presente para neutralizar o ácido redutor e agir como o catalisador. Quando usado, a quantidade de agente redutor será tipicamente de 0,1 a 15 % em mol, mais geralmente 1 a 10 % em mol, e particularmente 2 a 7,5 % em mol, com base no iniciador.

- Outra forma de reduzir a cor do produto é incluir carbono particulado, particularmente, os assim chamados "carvão ativado", ou uma terra de branqueamento, por exemplo, terra diatomácea, na reação para absorver os produtos secundários coloridos. Quando usado, a quantidade de carbono será tipicamente de 0,5 a 2,5 % em peso dos reagentes totais. Logicamente, este carbono ou terra de branqueamento serão geralmente removidos, por exemplo, por filtração, antes dos produtos serem incluídos nas formulações

15 finais. O carvão ativado e um agente redutor podem ser usados juntos na reação, caso desejado. O aprimoramento adicional da cor pode ser obtido pelo tratamento do produto de reação com carbono particulado, particularmente, carvão ativado, ou terra de branqueamento, tipicamente a 0,5 a 2,5
5 % em peso do produto, ou pelo branqueamento do produto da reação, por exemplo, com um alvejante à base de peróxido, geralmente após a remoção de qualquer carvão ativado ou terra de branqueamento.

De acordo com determinadas modalidades da invenção, o espessante de poliglicerila é usado em uma composição para cuidados pessoais.
10 ais. A composição para cuidados pessoais pode compreender, consistir em ou consistir essencialmente em uma base e o espessante de poliglicerila. A base compreende água, tensoativo, e opcionalmente, qualquer um dos vários ingredientes tipicamente usados em produtos para cuidados pessoais.

Qualquer quantidade de espessantes de poliglicerila adequados
15 para aumentar a viscosidade das composições da presente invenção pode ser combinada de acordo com os presentes métodos. Por exemplo, o espessante de poliglicerila pode estar incluído na composição para cuidados pessoais em uma quantidade suficiente para aumentar a viscosidade sob taxa de cisalhamento zero da base em cerca de 100 cP ou mais (quando
20 testada de acordo com o teste de viscosidade sob taxa de cisalhamento zero, descrito a seguir). Em certas modalidades preferenciais, as composições da presente invenção compreendem uma quantidade de espessante de poliglicerila suficiente para aumentar a viscosidade sob taxa de cisalhamento zero da base em cerca de 200 cP ou mais, com mais preferência, em cerca
25 de 300 cP ou mais, com mais preferência, em cerca de 500 cP ou mais, com mais preferência, em cerca de 1000 cP ou mais. Os aumentos na viscosidade especificados acima são conforme comparação com uma composição que tem água substituída pelo espessante de poliglicerila.

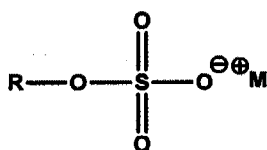
De acordo com determinadas modalidades, o espessante de poliglicerila é usado em uma concentração maior que cerca de 0,1% a cerca de
30 15%, em peso na composição. De preferência, o espessante de poliglicerila está presente em uma concentração de cerca de 0,1 a cerca de 10%, com

mais preferência de cerca de 0,1% a cerca de 5%, com mais preferência ainda de cerca de 0,2% a cerca de 4%, com mais preferência ainda de cerca de 0,5% a cerca de 4% e, com a máxima preferência, de cerca de 1% a cerca de 4% na composição.

- 5 Composições úteis na presente invenção também podem incluir qualquer de uma variedade de tensoativos. Os tensoativos podem ser aniônicos, zwitteriônicos (isto é, anfotéricos ou betaína), não-iônicos, ou catiônicos, cujos exemplos estão detalhados abaixo. Onde aplicável, os produtos químicos são especificados de acordo com seus nomes da Nomenclatura Internacional de Ingredientes Cosméticos (INCI).

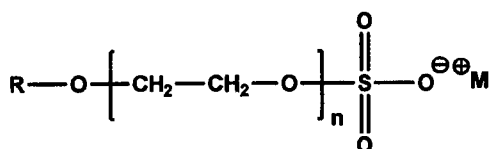
- De acordo com certas modalidades, os tensoativos aniônicos adequados incluem aqueles selecionados a partir das seguintes classes de tensoativos: sulfatos de alquila, sulfatos de éter alquílico, sulfatos de éster monogliceril alquílico, sulfonatos de alquila, sulfonatos de alquilarila, sulfossuccinatos de alquila, sulfossuccinatos de éter alquílico, sulfossuccinamatos de alquila, amidosulfossuccinatos de alquila, carboxilatos de alquila, amido-tercarboxilatos de alquila, succinatos de alquila, sarcosinatos de acila graxa, aminoácidos de acila graxa, tauratos de acila graxa, sulfoacetatos de acila graxa, fosfatos de alquila, e misturas de dois ou mais dos mesmos. Exemplos de certos tensoativos aniônicos preferenciais incluem:

Sulfatos de alquila



- nos quais R = C₈-C₂₄ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente. Exemplos incluem lauril sulfato de sódio (R = C₁₂ alquila, M⁺ = Na⁺), lauril sulfato de amônio (R = C₁₂ alquila, M⁺ = NH₃⁺), e coco sulfato de sódio (R = alquila de coco, M⁺ = Na⁺);

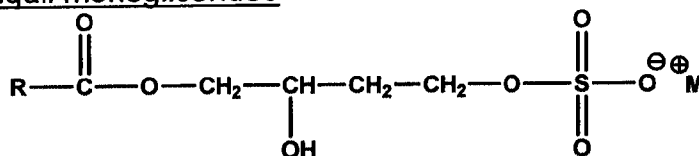
Alquil éter sulfatos



nos quais R = C₈-C₂₄ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada)

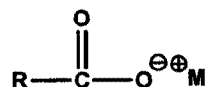
ou suas misturas, $n = 1 - 12$, e M^+ = cátion monovalente. Exemplos incluem lauret sulfato de sódio ($R = C_{12}$ alquila, $M^+ = Na^+$, $n = 1 - 3$), lauret sulfato de amônio ($R = C_{12}$ alquila, $M^+ = NH_3^+$, $n = 1 - 3$), e tridecet sulfato de sódio ($R = C_{13}$ alquila, $M^+ = Na^+$, $n = 1 - 4$);

5 Sulfatos de alquil monoglicerídeo



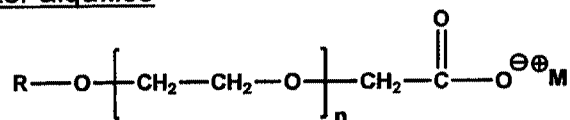
nos quais $R = C_8-C_{24}$ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M^+ = cátion monovalente. Exemplos incluem cocomonoglicerídeo sulfato de sódio ($RCO =$ coco acila, $M^+ = Na^+$) e cocomonoglicerídeo sulfato de amônio ($RCO =$ coco acila, $M^+ = NH_3^+$);

10 Carboxilatos de alquila



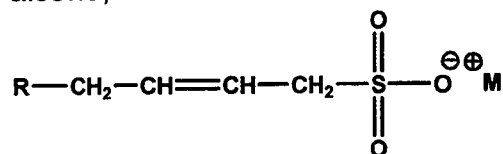
nos quais $R = C_8-C_{24}$ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M^+ = cátion monovalente. Exemplos incluem laurato de sódio ($R = C_{11}H_{23}$, $M^+ = Na^+$) e miristato de potássio ($R = C_{13}H_{27}$, $M^+ = K^+$);

Carboxilatos de éter alquílico

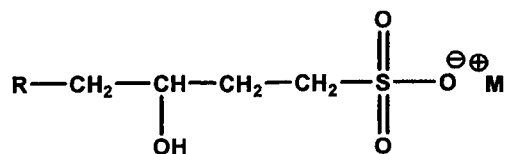


- 15 nos quais $R = C_8-C_{24}$ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, $n = 1 - 20$, e M^+ = cátion monovalente. Exemplos incluem lauret-13 carboxilato de sódio ($R = C_{12}$ alquila, $M^+ = Na^+$, $n = 13$), e lauret-3 carboxilato de sódio ($R = C_{12}$ alquila, $M^+ = Na^+$, $n = 3$);

- 20 Sulfonatos de alfa olefinas preparados por sulfonação de alfa-olefinas de cadeia longa. Os sulfonatos de alfa olefinas consistem em misturas de sulfonatos de alceno,

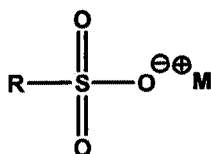


nos quais $R = C_8-C_{18}$ alquila ou suas misturas e M^+ = cátion monovalente, e sulfonatos de hidróxi alquila,



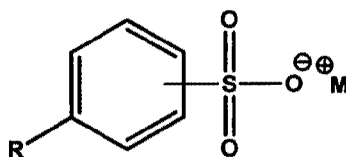
nos quais R = C₄-C₁₈ alquila ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente. Exemplos incluem C12-14 olefinossulfonato de sódio (R = C₈-C₁₀ alquila, M⁺ = Na⁺) e C14-16 olefinossulfonato de sódio (R = C₁₀-C₁₂ alquila, M⁺ = Na⁺);

Alquil sulfonatos:



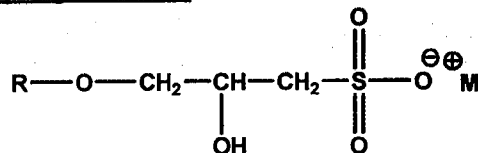
- 5 nos quais R = C₈-C₂₄ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente. Exemplos incluem C13-17 alcano sulfonato de sódio (R = C₁₃-C₁₇ alquila, M⁺ = Na⁺) e C14-17 alquil sec sulfonato de sódio (R = C₁₄-C₁₇ alquila, M⁺ = Na⁺);

Sulfonatos de alquilarila



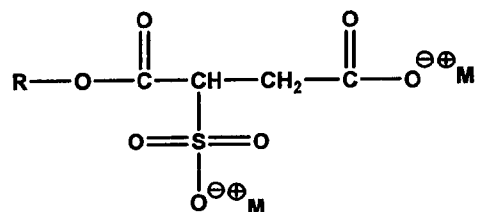
- 10 nos quais R = C₆-C₁₈ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente. Exemplos incluem decilbenzenossulfonato de sódio (R = C₁₀ alquila, M⁺ = Na⁺) e dodecilbenzenossulfonato de amônio (R = C₁₂ alquila, M⁺ = NH₃⁺);

Sulfonatos de éter alquil glicerílico:



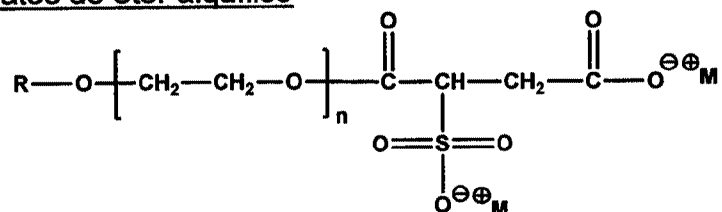
- 15 nos quais R = C₈-C₂₄ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente, como éter sulfonato cocoglicerílico de sódio (R = coco alquila, M⁺ = Na⁺);

Sulfossuccinatos de alquila



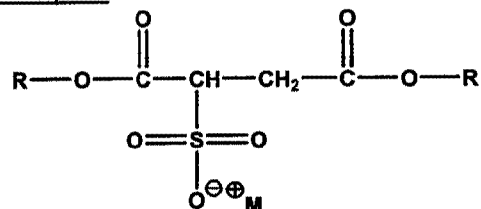
nos quais R = C₈-C₂₀ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente, como lauril sulfossuccinato dissódico (R = laurila, M⁺ = Na⁺).

Sulfossuccinatos de éter alquílico



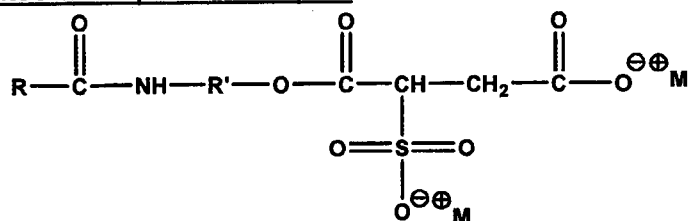
- 5 nos quais R = C₈-C₂₀ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, n = 1 - 12, e M⁺ = cátion monovalente, como lauret sulfossuccinato dissódico (R = laurila, n = 1 - 4, e M⁺ = Na⁺)

Sulfossuccinatos de dialquila

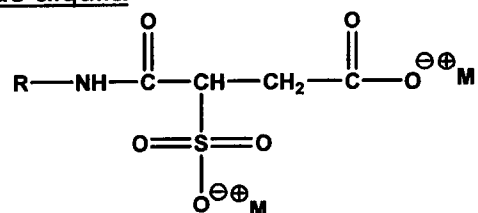


- 10 nos quais R = C₆-C₂₀ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente, como dietilexil sulfossuccinato de sódio (R = 2-etilexila, M⁺ = Na⁺).

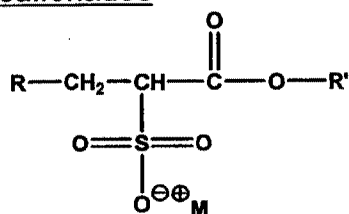
Sulfossuccinatos de alquilamidoalquila



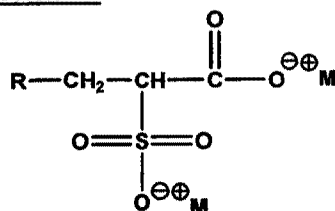
- 15 nos quais R = C₈-C₂₀ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, R' = C₂-C₄ alquila (linear ou ramificada), e M⁺ = cátion monovalente, como Cocamido MIPA-sulfossuccinato dissódico (RCO = cocoacila, R' = isopropila, M⁺ = Na⁺).

Sulfossuccinamatos de alquila

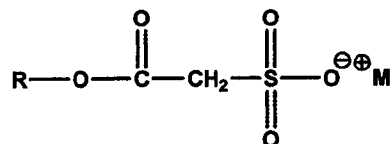
nos quais R = C₈-C₂₀ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente, como estearil sulfossuccinamato dissódico (R = estearila, C₁₈H₃₇, M⁺ = Na⁺).

5 Ésteres de ácido graxo α-sulfonados

nos quais R = C₆-C₁₆ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, R' = C₁-C₄ alquila, e M⁺ = cátion monovalente, como metil 2-sulfolaurato de sódio (R = C₁₀H₂₁, R' = metila, CH₃, e M⁺ = Na⁺).

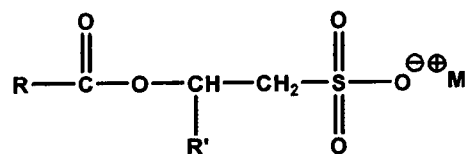
Sais de ácido graxo α-sulfonados

- 10 nos quais R = C₆-C₁₆ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, M⁺ = cátion monovalente, como 2-sulfolaurato dissódico (R = C₁₀H₂₁, M⁺ = Na⁺).

Sulfoacetatos de alquila

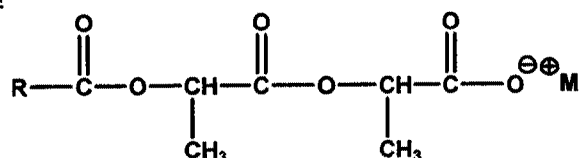
- 15 nos quais R = C₈-C₁₈ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, M⁺ = cátion monovalente, como lauril sulfoacetato de sódio (R = laurila, C₁₂H₂₅, M⁺ = Na⁺).

Isetionatos de acila



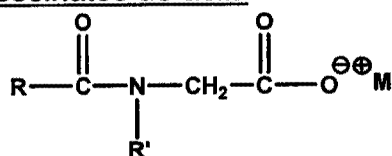
nos quais RCO = C₈-C₂₀ acila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, R' = H ou CH₃, M⁺ = cátion monovalente, como cocoil isetionato de sódio (RCO = coco acila, R' = H, M⁺ = Na⁺) e lauroil metilisetionato de sódio (RCO = lauroíla, R' = CH₃, M⁺ = Na⁺).

5 Lactilatos de acila



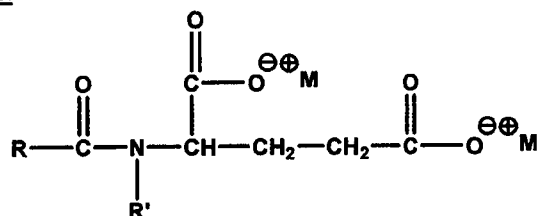
nos quais RCO = C₈-C₂₀ acila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, M⁺ = cátion monovalente, como lauroil lactilato de sódio (RCO = lauroíla, M⁺ = Na⁺).

Glicinatos de acila e sarcosinatos de acila

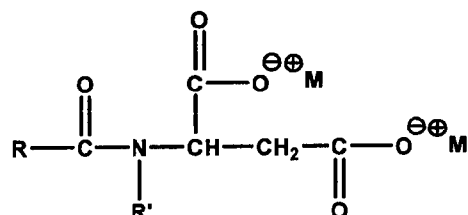


- 10 nos quais RCO = C₈-C₂₀ acila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, R' = H (glicinato) ou CH₃ (sarcosinato), M⁺ = cátion monovalente, como cocoilglicinato de sódio (RCO = coco acila, R' = H, M⁺ = Na⁺), cocoilsarcosinato de amônio (RCO = coco acila, R' = CH₃, M⁺ = NH₄⁺) e lauroil sarcosinato de sódio (RCO = lauroíla, R' = CH₃, M⁺ = Na⁺).

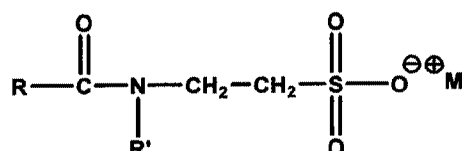
15 Glutamatos de acila



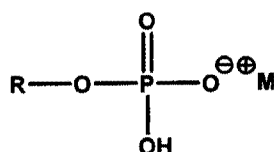
nos quais RCO = C₈-C₂₀ acila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, R' = H ou CH₃, M⁺ = cátion monovalente, como cocoil glutamato dissódico (RCO = coco acila, R' = H, M⁺ = Na⁺) e lauroil glutamato dissódico (RCO = lauroíla, R' = H, M⁺ = Na⁺).

Aspartatos de acila

nos quais RCO = C₈-C₂₀ acila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, R' = H ou CH₃, M⁺ = cátion monovalente, como N-lauroil aspartato dissódico (RCO = lauroíla, R' = H, M⁺ = Na⁺).

5 Tauratos de acila

nos quais RCO = C₆-C₂₀ acila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas, R' = H ou CH₃, M⁺ = cátion monovalente, como cocoil glutamato dissódico (RCO = coco acila, R' = H, M⁺ = Na⁺) e lauroil glutamato dissódico (RCO = lauroíla, R' = H, M⁺ = Na⁺).

10 Fosfatos de alquila

nos quais R = C₆-C₂₀ alquila (linear ou ramificada, saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente, como lauril fosfato de potássio (R = laurila, C₁₂H₂₅, M⁺ = K⁺) e C12-13 alquil fosfato de potássio (R = C₁₂-C₁₃ alquila, M⁺ = K⁺).

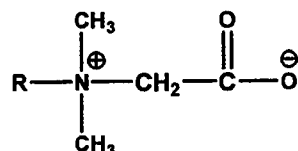
- 15 Derivados aniônicos de alquil poliglicosídeos (APGs), incluindo carboxilato de lauril glicosídeo de sódio, coco-glicosídeo citrato dissódico, tartarato de coco-glicosídeo de sódio, sulfossuccinato de coco-glicosídeo dissódico, hidroxipropilsulfonato de cocoglicosídeos de sódio, hidroxipropilsulfonato de decilglicosídeos de sódio, hidroxipropilsulfonato de laurilglicosídeos de sódio, polímero cruzado de cocoglicosídeo hidroxipropilsulfonato de sódio, polímero cruzado de decilglicosídeo hidroxipropilsulfonato de sódio, polímero cruzado de hidroxipropilsulfonato laurilglicosídeo de sódio; e derivados de APG poliméricos aniônicos, como os descritos em O'Lenick, paten-
- 20

tes US nºs 7.507.399, 7.375.064 e 7.335.627), e combinações de dois ou mais dos mesmos, e similares.

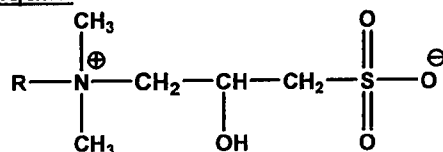
Quaisquer dentre uma variedade de tensoativos anfotéricos são adequados ao uso na presente invenção. Para uso na presente invenção, o termo "anfotérico" significa: 1) moléculas que contêm tanto sítios ácidos como sítios básicos, como um aminoácido contendo grupos funcionais tanto amino (básico) como ácido (por exemplo ácidos carboxílicos, ácidos), ou 2) moléculas zwitteriônicas que possuem tanto cargas positivas como negativas dentro da mesma molécula. As cargas da última podem ser dependentes de ou independentes do pH da composição. Exemplos de materiais zwitteriônicos incluem, mas não se limitam a, alquil betaínas e alquilamidoalquil betaínas. Os tensoativos anfotéricos são apresentados aqui com um contraíon. O versado na técnica reconhecerá prontamente que sob as condições de pH das composições da presente invenção, os tensoativos anfotéricos são eletricamente neutros em virtude de terem cargas positivas e negativa balanceadas, ou eles têm contraíons tais como metais alcalinos, alcalinoterrosos, ou contraíons de amônio. Exemplos de tensoativos anfotéricos adequados para uso na presente invenção incluem, mas não se limitam a, anfocarboxilatos como alquilanfoacetatos (mono- ou di-); alquil betaínas; alquilamidoalquil betaínas; alquilamidoalquil sultaínas; alquilanfosfatos; imidazolin fosforiladas como fosfobetaínas and pirofosfobetaínas; poliaminas de carboxialquil alquilas; alquilimino-dipropionatos; anfoglicinatos (mono- ou di-) de alquila; anfopropionatos (mono- ou di-) de alquila; ácidos N-alquil β -aminopropiônicos; carboxilatos de alquilpoliamino; e misturas dos mesmos.

Exemplos específicos incluem:

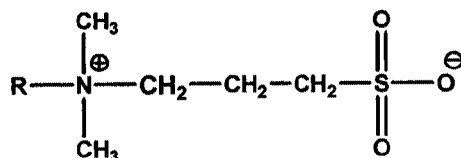
Alquil betaínas



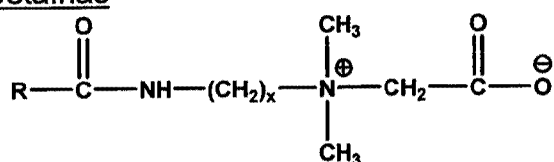
nas quais R = C₈-C₂₄ alquila (saturada ou insaturada) ou suas misturas. Exemplos incluem coco-betaína (R = coco alquila), lauril betaína (R = laurila, C₁₂H₂₅), e oleil betaína (R = oleila, C₁₈H₃₅).

Hidroxissultaínas de alquila

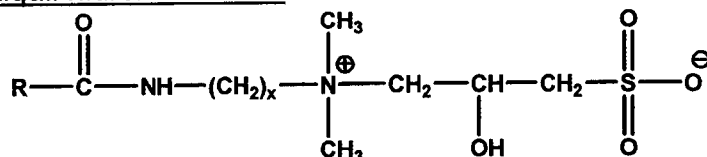
nas quais R = C₈-C₂₄ alquila (saturada ou insaturada) ou suas misturas. Exemplos incluem coco-hidróxi sultaína (R = coco alquila) e lauril hidróxi sultaína (R = laurila, C₁₂H₂₅).

5 Alquil sultaínas

nas quais R = C₈-C₂₄ alquila (saturada ou insaturada) ou suas misturas. Exemplos incluem lauril sultaína (R = laurila, C₁₂H₂₅) e coco-sultaína (R = coco alquila).

Alquilamidoalquil betaínas

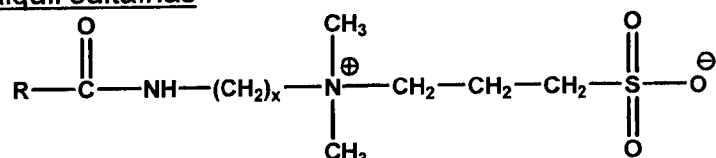
- 10 nos quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e x = 1 - 4. Exemplos incluem cocamido etil betaína (RCO = coco acila, x = 2), cocamido propil betaína (RCO = coco acila, x = 3), lauramido propil betaína (RCO = lauroíla, e x = 3), miristamidopropil betaína (RCO = miristoíla, e x = 3), soja amido propil betaína (R = soja acila, x = 3), e oleamidopropil betaína
- 15 (RCO = oleoíla, e x = 3).

Alquilamidoalquil hidroxissultaínas

- nas quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas. Exemplos incluem cocamido propil hidróxi sultaína (RCO = coco acila, x = 3), lauramido propil hidróxi sultaína (RCO = lauroíla, e x = 3), miristamidopropil
- 20 hidróxi sultaína (RCO = miristoíla, e x = 3), e oleamidopropil hidróxi sultaína

(RCO = oleoíla, e $x = 3$).

Alquilamidoalquil sultaínas

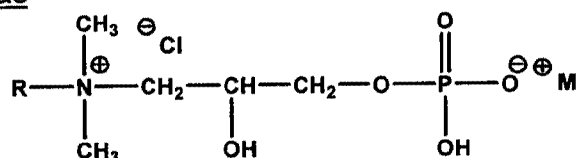


nas quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas.

Exemplos incluem cocamido propil sultaína (RCO = coco acila, $x = 3$), lau-

- 5 ramido propil sultaína (RCO = lauroíla, e $x = 3$), miristamidopropil sultaína (RCO = miristoíla, e $x = 3$), soja amido propil betaína (RCO = soja acila, $x = 3$), e oleamidopropil betaína (RCO = oleoíla, e $x = 3$).

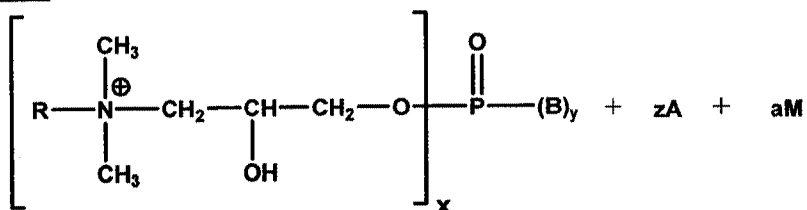
Alquil fosfobetaínas



nas quais R = C₆-C₂₄ alquila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺

- 10 = cátion monovalente, como coco PG-cloreto fosfato de dimônio de sódio, sendo que R = coco alquila e M⁺ = Na⁺.

Fosfolipídeos

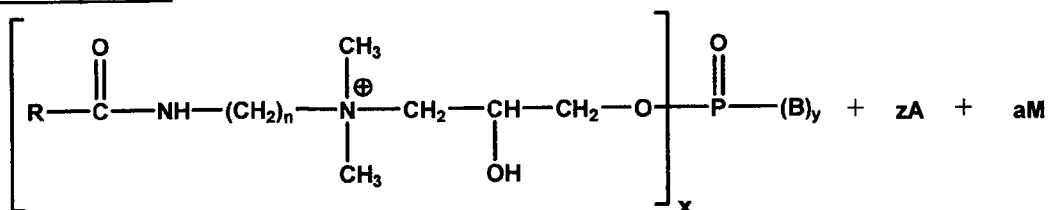


nos quais R = C₆-C₂₄ alquila (saturada ou insaturada) ou suas misturas, $x = 1$

- 3 ou suas misturas, $x + y = 3$, $z = x$, $a = 0$ a 2, B = O⁻ ou OM, A = ânion, e M

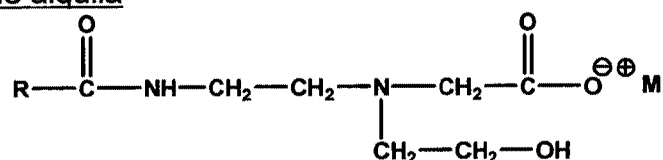
- 15 = cátion (referência às patentes US n° 5.215.976, 5.286.719, 5.648.348 e 5.650.402), como coco PG-cloreto fosfato de dimônio de sódio, onde R = coco alquila, $x = 2$, B = O⁻, $y = 1$, $z = 1$, A = Cl⁻, $a = 1$, e M = Na⁺.

Fosfolipídeos



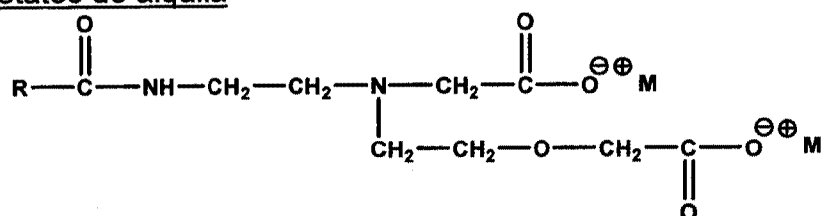
- nos quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas, n = 1 - 4, x = 1 - 3 ou suas misturas, x + y = 3, z = x, a = 0 a 2, B = O⁻ ou OM, A = ânion, e M = cátion (referência às patentes US n° 5.215.976, 5.286.719, 5.648.348 e 5.650.402). Exemplos incluem cocamido propil PG-cloreto fosfato de dimônio (RCO = coco acila, n = 3, x = 3, z = 3, A = Cl⁻, B e M estão ausentes, y = 0, e a = 0) e miristamidopropil PG-cloreto fosfato de dimônio (RCO = miristolla, n = 3, x = 3, z = 3, A = Cl⁻, B e M estão ausentes, y = 0, e a = 0).

Anfoacetatos de alquila



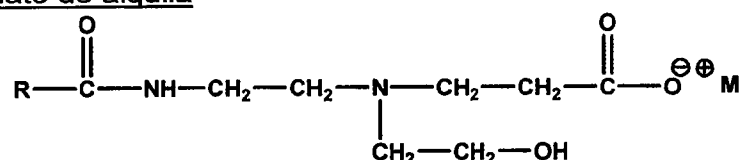
- 10 nos quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente. Exemplos incluem lauroanfoacetato de sódio (RCO = lauroíla e M⁺ = Na⁺) e cocoanfoacetato de sódio (RCO = coco acila e M⁺ = Na⁺).

Anfodiacetatos de alquila



- 15 nos quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente. Exemplos incluem lauroanfodiacetato dissódico (RCO = lauroíla e M = Na⁺) e cocoanfodiacetato dissódico (RCO = coco acila e M = Na⁺).

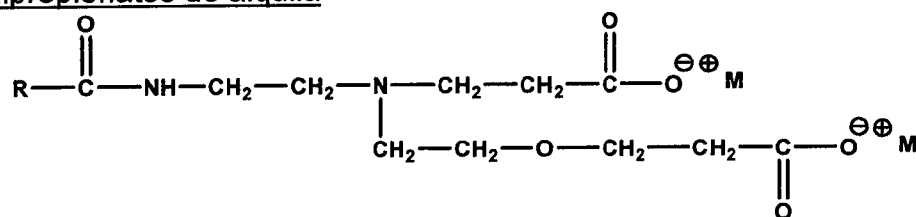
Anfopropionato de alquila



- 20 nos quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e M⁺ = cátion monovalente. Exemplos incluem lauroanfopropionato de sódio (RCO = lauroíla e M⁺ = Na⁺) e cocoanfopropionato de sódio (RCO = coco

acila e $M^+ = Na^+$).

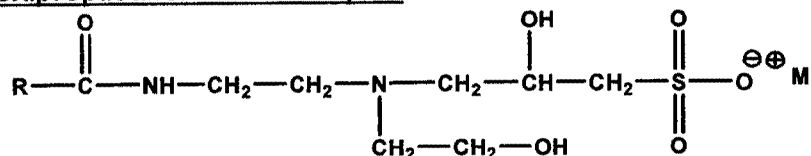
Anfodipropionatos de alquila



nos quais $\text{RCO} = \text{C}_6\text{-C}_{24}$ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e $M^+ = \text{cátion monovalente}$. Exemplos incluem lauroanfodipropionato dissódico

- 5 (RCO = lauroíla e $M^+ = Na^+$) e cocoanfodipropionato dissódico (RCO = coco acila e $M^+ = Na^+$).

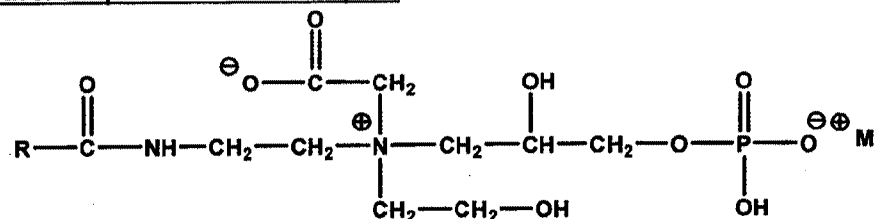
Anfo-hidroxipropilsulfonatos de alquila



nos quais $\text{RCO} = \text{C}_6\text{-C}_{24}$ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e $M^+ = \text{cátion monovalente}$, como lauroanfo-hidroxipropilsulfonato de sódio

- 10 (RCO = lauroíla e $M^+ = Na^+$) e cocoanfo-hidroxipropilsulfonato de sódio (RCO = coco acila e $M^+ = Na^+$).

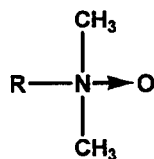
Anfo-hidroxialquilfosfatos de alquila



nos quais $\text{RCO} = \text{C}_6\text{-C}_{24}$ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e $M^+ = \text{cátion monovalente}$, como lauroanfo PG-acetato fosfato de sódio (RCO

- 15 = lauroíla e $M^+ = Na^+$).

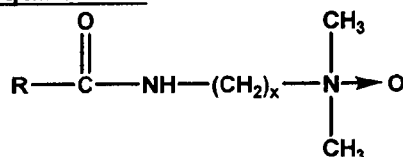
Óxidos de alquilamina



nos quais $\text{R} = \text{C}_6\text{-C}_{24}$ alquila (saturada ou insaturada) ou suas misturas. Exemplos incluem óxido de cocoamina ($\text{R} = \text{coco alquila}$) e óxido de laurami-

na (RCO = laurila).

Óxidos de alquilamidoalquil amina



- nos quais RCO = C₆-C₂₄ acila (saturada ou insaturada) ou suas misturas e x = 1 - 4. Exemplos incluem óxido de cocamido propilamina (RCO = coco acila, x = 3) e óxido de lauramidopropilamina (RCO = lauroíla, x = 3), e combinações de dois ou mais dos mesmos, e similares.

- Quaisquer dentre uma variedade de tensoativos não-iônicos etoxilados são adequados ao uso na presente invenção. Exemplos de tensoativos não-iônicos adequados incluem, mas não se limitam a, etoxilatos de álcool graxo, ácido graxo, ou amida graxa; etoxilatos de monoglicerídeo; etoxilatos de éster de sorbitano; misturas dos mesmos; e similares. Certos tensoativos não-iônicos etoxilados preferenciais incluem derivados polietilenóxi de ésteres de poliol, em que o derivado de polietilenóxi do éster de poliol (1) é derivado de (a) um ácido graxo contendo de cerca de 8 a cerca de 22 e, de preferência, de cerca de 10 a cerca de 14 átomos de carbono, e (b) um poliol selecionado de sorbitol, sorbitano, glicose, α-metil glicosídeo, poliglicose com uma média de cerca de 1 a cerca de 3 resíduos de glicose por molécula, glicerol, pentaeritritol e misturas dos mesmos, (2) contém uma média de cerca de 10 a cerca de 120 e, de preferência, de cerca de 20 a cerca de 80 unidades etilenóxi, e (3) tem uma média de cerca de 1 a cerca de 3 resíduos de ácido graxo por mol de derivado de polietilenóxi de ésteres de poliol. Exemplos desses derivados de polietilenóxi de ésteres de poliol preferenciais incluem, mas não se limitam a PEG-80 laurato de sorbitano e polissorbato 20.

- Embora as composições possam compreender materiais etoxilados conforme descrito acima de acordo com determinadas modalidades, de acordo com certas outras modalidades, as composições da presente invenção são substancialmente isentas de materiais etoxilados. Para uso na presente invenção, o termo "substancialmente isenta de materiais etoxila-

dos" significa uma composição que compreende menos de 1%, em peso de materiais etoxilados totais. Em modalidades preferenciais, as composições que são substancialmente isentas de materiais etoxilados compreendem menos de 0,5 %, com mais preferência, menos de 0,1%, e com ainda mais preferência, são isentas de materiais etoxilados.

Para uso na presente invenção, o termo "material etoxilado" significa um material que compreende uma ou mais porções derivadas de ou preparadas pela oligomerização de abertura do anel ou polimerização de óxido de etileno e/ou que compreende uma ou mais porções de oxietileno (-CH₂CH₂O-). Exemplos de materiais etoxilados incluem, mas não se limitam a, tensoativos etoxilados, emulsificantes, solubilizadores, modificadores de reologia, agentes condicionadores, conservantes, e similares, como, por exemplo, tensoativos aniônicos: sulfatos de éter alquílico de polióxido de etileno (também conhecidos como alquil éter sulfatos), carboxilatos de éter alquílico de polióxido de etileno (também conhecidos como carboxilatos de éter alquílico), ésteres de sulfossuccinato de éter alquílico de polióxido de etileno; tensoativos não-iônicos, emulsificantes, e solubilizadores: éteres e ésteres alquílicos de polióxido de etileno, polissorbitatos, ésteres de ácido graxo de sorbitano etoxilados, ésteres de ácido graxo de glicerila etoxilados, poloxâmeros; modificadores de reologia: ésteres de polióxido de etileno (por exemplo, PEG-150 diesteato), ésteres de alquil glicosídeo etoxilados (por exemplo, PEG-120 trioleato de metil glicose), copolímeros acrílicos com macromônmeros associativos etoxilados (por exemplo, copolímero de acrilato/metacrilato de estearato-20), éteres de celulose etoxilados (por exemplo, hidroxietilcelulose); agentes condicionadores: poliquatérnios etoxilados (por exemplo, poliquatérnio-10); e similares.

Quaisquer dentre uma variedade de tensoativos não-iônicos não-etoxilados também são adequados ao uso na presente invenção. Exemplos de tensoativos não-iônicos não-etoxilados adequados incluem poliglicosídeos de alquila, polipentosídeos de alquila, ésteres de poliglicerila, éteres de poliglicerila, ésteres de ácido graxo de sorbitano de poliglicerila, ésteres de sacarose, e ésteres de sorbitano, e combinações de dois ou mais

dos mesmos e similares. Determinados tensoativos não-iônicos não-etoxilados preferenciais incluem monoésteres de C₈-C₁₈ poliglicerila (por exemplo, poligliceril-4 caprilato/caprato, poligliceril-10 caprilato/caprato, poligliceril-4 caprato, poligliceril-10 caprato, poligliceril-4 laurato, poligliceril-5 laurato, poligliceril-6 laurato, poligliceril-10 laurato, poligliceril-10 cocoato, poligliceril-10 miristato, poligliceril-10 oleato, poligliceril-10 estearato, e combinações de dois ou mais dos mesmos) e monoésteres de C₈-C₁₈ poliglicerila (por exemplo, éter poligliceril-4 laurílico, éter poligliceril-10 laurílico).

Outra classe de tensoativos não-iônicos adequados inclui glicosídeos ou poliglicosídeos de alquila de cadeia longa, que são produtos de condensação de (a) um álcool de cadeia longa contendo de cerca de 6 a cerca de 22 átomos de carbono, e de preferência cerca de 8 a cerca de 14 átomos de carbono, com (b) um polímero de glicose ou contendo glicose. Glicosídeos de alquila preferenciais compreendem de cerca de 1 a cerca de 6 resíduos de glicose por molécula de glicosídeo de alquila. Um glicosídeo preferencial é glicosídeo de decila, que é o produto da condensação do álcool de decila com um polímero de glicose e está disponível comercialmente junto à Cognis Corporation de Ambler, PA, EUA sob o nome comercial de "Plantaren 2000N UP". Outros exemplos incluem coco-glicosídeo e lauril glicosídeo.

As composições da presente invenção podem compreender uma variedade de outros ingredientes adicionais usados convencionalmente em composições para cuidado de saúde/pessoal ("componentes de cuidado pessoal"). Esses outros ingredientes incluem de modo não-exclusivo um ou mais, agentes perolizantes ou opacificantes, agentes espessantes, emolientes, condicionadores secundários, umectantes, agentes quelantes, ativos, esfoliantes, e aditivos que melhoram a aparência, sensação tátil e fragrância das composições, tais como corantes, fragrâncias, conservantes, agentes ajustadores de pH, e similares.

As composições úteis na presente invenção podem também incluir qualquer de uma variedade de agentes espessantes convencionais. Exemplos destes agentes espessantes incluem: eletrólitos (por exemplo,

cloreto de sódio, cloreto de amônio, cloreto de magnésio); polissacarídeos derivados naturalmente (por exemplo, goma xantana, goma de deidroxantana, goma de Cyamopsis Tetragonoloba (goma guar), goma cássia, goma de Chondrus Crispus (carragenina), gomas de alginato e ácido algínico (Algin, 5 alginato de cálcio, etc.), goma gelana, pectina, celulose microcristalina); derivados de polissacarídeos naturais (por exemplo, hidroxietilcelulose, etil hidroxietilcelulose, cetil hidróxi etil celulose, metilcelulose, hidroxipropilcelulose, carbóxi metil celulose de sódio, hidroxipropil metilcelulose, hidróxi propil goma guar, carbóxi metil hidróxi propil goma guar, C18-22 hidróxi alquil hidróxi propil goma guar); polímeros de emulsão dilatável em álcali (ASE) (por 10 exemplo, copolímero de acrilatos, disponível sob o nome comercial de Carbopol® AQUA SF-1 junto à Noveon Consumer Specialties, Brecksville, OH, EUA, e copolímero de acrilatos disponíveis sob o nome comercial de Aculyn™ 33 junto à Dow Personal Care, Spring House, PA, EUA); polímeros de emulsão dilatável em álcali modificada hidrofobicamente (HASE) (por exemplo, copolímero de acrilatos/metacrilato de estearat-20, polímero cruzado de acrilatos/metacrilato de estearat-20, e copolímero de acrilatos/itaconato de cetet-20); polímeros de emulsão dilatável em ácido modificada hidrofobicamente (por exemplo, copolímero de acrilatos/aminoacrilatos/itaconato de C10-30 alquila PEG-20 e polímero cruzado 20 de poliacrilato-1); polímeros cruzados de acrilato modificado hidrofobicamente, como polímero cruzado de acrilatos C10-30 alquil acrilatos, disponível sob o nome comercial de Carbopol® 1382 junto à Lubrizol Corp., Brecksville, OH, EUA; e espessantes micelares hidrofóbicos não-etoxilados (por exemplo, oleato de glicerila, MIPA cocamida, lauril lactil lactato, ou sesquicaprilato 25 de sorbitano).

Qualquer um de uma variedade de agentes condicionadores da pele e/ou cabelos são adequadas ao uso nesta invenção. Exemplos incluem: tensoativos catiônicos (por exemplo, cloreto de cetrimônio, estearamido propil dimetilamina, cloreto de diestearildimônio, cloreto de lauril metil gluceth- 30 10 hidróxi propildimônio); polímeros catiônicos (por exemplo, polissacarídeos modificados cationicamente, incluindo poliquatérnio-10, poliquatérnio-24,

poliquatérnio-67, cloreto de hidróxi propil triamônio de amido, guar hidróxi cloreto de propil triamônio, e cloreto de hidróxi propil triamônio de hidróxi propil goma guar, e polímeros catiônicos derivados da (co)polimerização de monômeros catiônicos etilenicamente insaturados com monômeros hidrofílicos opcionais, que inclui poliquatérnio-5, poliquatérnio-6, poliquatérnio-7, poliquatérnio-11, poliquatérnio-14, poliquatérnio-15, poliquatérnio-28, poliquatérnio-39, poliquatérnio-44; poliquatérnio-76); silicones e derivados de silicone (por exemplo, dimeticona e seus derivados, como (co)polímeros de dimeticona alquil-, polialquilenóxi-, cationicamente-, anionicamente-modificadas); e emolientes (por exemplo, triglicerídeos caprílicos/cápricos, óleo mineral, petrolato, adipato de Di-PPG-2 Myreth-10).

Qualquer um de uma variedade de umectantes que são capazes de fornecer propriedades de hidratação e condicionamento à composição para higiene pessoal, são adequados para uso na presente invenção. Exemplos de umectantes adequados incluem não exclusivamente polióis, como glicerina, propileno glicol, 1,3-propanodiol, butileno glicol, hexileno glicol, poliglicerinas (por exemplo, poliglicerina-3, poliglicerina-6, poliglicerina-10), polietileno glicóis (PEGs), e éteres de polióxi etileno de α -metil glicose, como metil glucet-10 e metil glucet-20.

Exemplos de agentes quelantes adequados incluem aqueles que são capazes de proteger e conservar as composições dessa invenção. De preferência, o agente quelante é ácido etilenodiamina tetraacético ("EDTA"), e com mais preferência, é EDTA tetrassódico ou glutamato diacetato tetrassódico.

Conservantes adequados incluem, por exemplo, ácidos orgânicos, parabenos (por exemplo, metil parabeno, etil parabeno, propil parabeno, butil parabeno, isobutil parabeno), espécies de amônio quaternário (por exemplo, quatérnio-15), fenóxi etanol, DMDM hidantoina, diazolidinil ureia, imidazolidinil ureia, iodo propinil butilcarbamato, metilisotazolinona, metilclo-roisotizolinona, álcool benzílico, caprilil glicol, decileno glicol, etilexilglicerina, e gluconolactona. São preferenciais os conservantes de ácido orgânico que compreendem pelo menos uma porção de ácido carboxílico e são capazes

de preservar uma composição da presente invenção contra contaminação microbiana. Exemplos de ácidos orgânicos adequados incluem ácido benzóico e sais de metal alcalino e amônio do mesmo (por exemplo, benzoato de sódio e similares), ácido sórbico e sais de metal alcalino e amônio do mesmo (por exemplo, sorbato de potássio e similares), ácido p-anísico e sais de metal alcalino e amônio do mesmo, ácido salicílico e sais de metal alcalino e amônio do mesmo, e similares. Em certas modalidades preferenciais, o conservante de ácido orgânico compreende ácido benzóico/benzoato de sódio, ácido sórbico/sorbato de potássio, ou combinações dos mesmos.

10 O pH da composição pode ser ajustado para o valor adequado com o uso de qualquer quantidade de ajustadores de pH cosmeticamente aceitáveis, que inclui: hidróxidos de metal alcalino e amônio (por exemplo, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio), carbonatos de metal alcalino e amônio (por exemplo, carbonato de potássio), ácidos orgânicos (por exemplo, ácido cítrico, ácido acético, ácido glicólico, ácido láctico, ácido málico, ácido tartárico), e ácidos inorgânicos (por exemplo, ácido clorídrico, ácido fosfórico), e similares.

O espessante de poliglicerila, os tensoativos monoméricos opcionais e os outros componentes opcionais da composição podem ser combinados de acordo com a presente invenção por meio de quaisquer métodos convencionais para combinação de dois ou mais fluidos ou sólidos. Por exemplo, uma ou mais composições compreendendo, consistindo essencialmente em, ou consistindo em pelo menos um espessante de poliglicerila e uma ou mais composições compreendendo, consistindo essencialmente em, 20 ou consistindo em água, tensoativos monoméricos ou ingredientes adequados podem ser combinadas mediante derramamento, misturação, adição por gotejamento, pipetagem, bombeamento e similares, de uma das composições compreendendo o espessante de poliglicerila dentro ou com a outro em qualquer ordem com o uso de qualquer equipamento convencional como 25 uma hélice, uma pá mecanicamente agitadas e similares.

Os métodos da presente invenção podem compreender, ainda qualquer uma de uma variedade de etapas para a misturação ou introdução

de um ou mais dos componentes opcionais descritos anteriormente neste documento, com ou em uma composição compreendendo um espessante de poliglicerila, antes após ou simultaneamente à etapa de combinação acima descrita. Embora em certas modalidades a ordem de mistura não tenha importância crítica, em outras modalidades é preferencial pré-mesclar certos componentes, como a fragrância e o tensoativo não-iônico, antes da adição dos mesmos a uma composição compreendendo o espessante de poliglicerila.

Os requerentes reconheceram que de acordo com determinadas modalidades, as composições da presente invenção são adequadas para gerar quantidades desejáveis de espuma. De acordo com determinadas modalidades, as composições da presente invenção têm valores de espuma de cerca de 75 mL ou mais, conforme medido de acordo com o teste de espuma da formulação. De acordo com determinadas modalidades preferenciais, as composições da presente invenção têm valores de espuma de cerca de 100 mL ou mais, com mais preferência, cerca de 125 mL ou mais, e com mais preferência ainda cerca de 150 mL ou mais, conforme medido de acordo com o teste de espuma da formulação.

As composições úteis na presente invenção envolvem formulações adequadas para administração aos tecidos alvo, tais como pele de mamíferos, como a pele humana. Em uma modalidade, a composição compreende um espessante de poliglicerila e uma base, de preferência, uma base cosmeticamente aceitável. Conforme usado aqui, o termo "base cosmeticamente aceitável" significa uma base que é adequada para uso em contato com a pele sem toxicidade, incompatibilidade, instabilidade, irritação, ou resposta alérgica indevidas, e similares. Esse termo não pretende limitar a base para uso unicamente como cosmético (por exemplo, o ingrediente/produto pode ser usado como um fármaco).

As composições podem ser transformadas em uma ampla variedade de tipos de produtos que incluem, mas não se limitam a, sabonetes líquidos para limpeza, géis, bastões, aspersões, barras sólidas, xampus, pastas, espumas, pós, mousses, cremes para barbear, lenços de limpeza,

emplastros, bandagens para ferimentos e bandagens adesivas, hidrogéis, filmes e maquiagens, como bases, rímeis e batons. Esses tipos de produtos podem compreender vários tipos de veículos cosmeticamente aceitáveis incluindo, mas não se limitando a, soluções, emulsões (por exemplo, microe-
5 mulsões e nanoemulsões), suspensões, géis, e sólidos. A seguir estão exemplos não limitantes de tais veículos. Outros veículos podem ser formulados por aqueles versados na técnica.

As composições úteis na presente invenção podem ser formulados como soluções. As soluções incluem tipicamente um solvente orgânico
10 ou aquoso (por exemplo, de cerca de 50% a cerca de 99,99% ou de cerca de 90% a cerca de 99% de um solvente orgânico ou aquoso cosmeticamente adequado). Exemplos de solventes orgânicos adequados incluem: poligliceróis, propileno glicol, polietileno glicol (200, 600), polipropileno glicol (425, 2025), glicerol, 1,2,4-butanetriol, éster de sorbitol, 1,2,6-hexanotriol, etanol, e
15 misturas dos mesmos. Em certas modalidades preferenciais, as composições da presente invenção são soluções aquosas compreendendo de cerca de 50% a cerca de 99% por peso de água.

De acordo com certas modalidades, as composições úteis na presente invenção podem ser formuladas como uma solução compreendendo
20 do um emoliente. Tais composições contêm, de preferência, de cerca de 2% a cerca de 50% de um emoliente(s). Para uso na presente invenção, o termo "emolientes" refere-se a materiais usados para a prevenção ou alívio de ressecamento, bem como para a proteção da pele. Uma ampla variedade de emolientes adequados é conhecida e pode ser usada na presente invenção.
25 Uma loção pode ser produzida a partir de uma solução. As loções tipicamente contêm de cerca de 1% a cerca de 20% (por exemplo de cerca de 5% a cerca de 10%) de um ou mais emolientes, e de cerca de 50% a cerca de 90% (por exemplo de cerca de 60% a cerca de 80%) de água.

As composições desta invenção podem também ser formuladas
30 como um gel (por exemplo, um gel aquoso, em álcool, álcool/água, ou óleo usando-se um agente(s) gelificante adequado). Os agentes gelificantes adequados para géis aquosos e/ou alcoólicos incluem, mas não se limitam a,

gomas naturais, polímeros e copolímeros de ácido acrílico e acrilato, e derivados de celulose (por exemplo, hidróxi metil celulose e hidróxi propil celulose). Os agentes gelificantes adequados para óleos (como óleo mineral) incluem, porém sem caráter limitativo, copolímero de butileno/etileno/estireno
5 hidrogenado e copolímero de etileno/propileno/estireno hidrogenado. Esses géis compreendem tipicamente entre cerca de 0,1% e 5%, em peso, desses agentes gelificantes.

As presentes composições podem ser composições de fases variadas, mas são, de preferência, soluções aquosas ou de outro modo inclu-
10 em uma fase aquosa externa (por exemplo, a fase aquosa é a fase mais externa da composição). Como tal, as composições da presente invenção podem ser formuladas para serem emulsões de óleo em água, que são estáveis durante o armazenamento, visto que a emulsão não perde a estabilidade de fase ou "ruptura" quando mantida em condições padrão (22 graus
15 Celsius, 50% de umidade relativa), por uma semana ou mais após sua fabricação.

Em certas modalidades, as composições produzidas através da presente invenção são usadas, de preferência, como ou em produtos para cuidados com a saúde para o tratamento ou limpeza de pelo menos uma
20 porção do corpo de um mamífero, por exemplo, o corpo humano. Exemplos de certos produtos para cuidado pessoal preferenciais incluem vários produtos adequados para aplicação na pele, cabelos, região oral e/ou perianal do corpo, tais como xampus, sabonete líquido para mãos, face, e/ou corpo, aditivos de banhos, géis, loções, cremes, e similares. Conforme discutido aci-
25 ma, os requerentes descobriram inesperadamente que os métodos presentes fornecidos para produtos de cuidado pessoal que causam irritação reduzida à pele e/ou olhos e, em certas modalidades uma ou mais das propriedades desejadas como características de formação de espuma intensa, reologia, e funcionalidade, mesmo em altas concentrações de tensoativo. Tais
30 produtos podem incluir adicionalmente um substrato sobre o qual uma composição é aplicada para uso no corpo. Exemplos de substratos adequados são lenços, buchas, esponjas, e similares bem como artigos absorventes,

tais como bandagens, absorventes higiênicos, absorventes internos, e similares.

A presente invenção apresenta métodos de tratamento e/ou limpeza do corpo humano que compreendem colocar pelo menos uma porção do corpo em contato com uma composição da presente invenção. Certos métodos preferenciais compreendem o contato de pele, cabelos, e/ou região anal/vaginal de mamífero, com uma composição da presente invenção para limpar e/ou tratar tal região em uma variedade de condições que incluem, mas não se limitam a, acne, rugas, dermatite, ressecamento, dor muscular, coceira, e similares. Em certas modalidades preferenciais, a etapa de contato compreende a aplicação de uma composição da presente invenção à pele, cabelos ou região vaginal de um ser humano. Os métodos de limpeza da presente invenção podem compreender adicionalmente qualquer uma de uma variedade de etapas adicionais e opcionais associadas convencionalmente à limpeza da pele e cabelos incluindo, por exemplo, as etapas de espumar e enxaguar, e similares.

Exemplos

Os seguintes métodos e procedimentos de teste foram usados:

Procedimento de medição do grau médio de polimerização de glicerila

O grau médio de polimerização de glicerila DP_g para um espessante de poliglicerila em questão foi obtido com o uso de técnicas de RMN, da seguinte forma: Os espectros de RMN 1H foram obtidos em sulfóxido de dimetila deuterado (DMSO-D₆) ou uma mistura de DMSO-D₆ e clorofórmio deuterado (CDCl₃) em concentrações entre 30 a 40 mg/mL com o uso de um espectrômetro Jeol operando a 500 MHz (Jeol Ltd., Tóquio, Japão) para: (a) o polinucleófilo substituído hidrofobicamente (iniciador de polimerização) a partir do qual o espessante de poliglicerila deriva, isto é, (Nu)_b-nó - (L' - Hfob)_n conforme descrito acima; (b) poliglicerina-10 (Natrulon H-10 disponível junto à Lonza Group); e (c) o espessante de poliglicerila em questão para o qual o DP_g será determinado. Com base nos espectros (a) e (b) de referência, os picos associados a cinco prótons característicos ligados a carbono (isto é, metileno/metina) de unidades de glicerila e os picos associados com

um número selecionado de prótons característicos da porção de nó- (L'-Hfob)_h são determinados. A área sob a curva para os picos associados aos cinco prótons da unidade de glicerila no espectro (c) é calculada (menos qualquer contribuição de prótons sobrepostos do nó- (L'-Hfob)_h) e dividido por cinco para normalizar para o número correspondente de prótons por mol de unidade de glicerila. A área sob a curva para os picos associados com os prótons característicos selecionados do nó- (L'-Hfob)_h no espectro (c) é calculada e dividida pelo número total de prótons característicos para normalizar para o número destes prótons por mol de nó- (L'-Hfob)_h. O DP_g do espessante de poliglicerila é então calculado como: [área normalizada das unidades de poliglicerila]/[área normalizada do nó- (L'-Hfob)_h]. Os DPgs assim calculados são geralmente precisos dentro de ±5 a 10%.

Esclarecendo, o seguinte exemplo de cálculo é fornecido para um espessante de poliglicerila compreendendo dioleato de poligliceril metil glicose (E1A). Os espectros de RMN ¹H foram obtidos conforme descrito acima para dioleato de metil glicose, poliglicerina-10 (Natrulon H-10 disponível junto à Lonza Group), e o espessante de poliglicerila de dioleato de poligliceril metil glicose (E1A). Com base nos espectros de referência para o dioleato de metil glicose e poliglicerina-10, os picos de próton entre 3 a 4 ppm nos espectros para o espessante de poliglicerila foram atribuídos a cinco prótons das unidades de repetição de poliglicerila e cinco prótons sobrepostos do dioleato de metil glicose, e os picos de próton entre 1 a 1,3 ppm foram atribuídos a 40 prótons característicos nos grupos hidrofóbicos do dioleato de metil glicose (vide, por exemplo as figuras 3 e 4. As áreas sob a curva para os picos foram calculadas e o DP_g calculado com o uso da seguinte equação:

$$DP_g = \frac{\left[\text{Área}_{3-4\text{ppm}} - 5 \times \frac{\text{Área}_{1-1,3\text{ppm}}}{40} \right]}{\frac{\text{Área}_{1-1,3\text{ppm}}}{40}}$$

Teste do índice de capacidade hidrofílica:

O teste de índice de capacidade hidrofílica a seguir foi feito em vários espessantes de poliglicerila com o uso de um analisador Antaris FT-

NIR (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, EUA) equipado com módulos de reflexão difusa de transmissão, fibra óptica e esfera integradora. As medições em fibra óptica online e em tempo real foram conduzidas com o uso de uma sonda de transmissão de pequeno diâmetro (1/8") (Axiom Analytical, Inc, Tustin, CA, EUA) imersa no reator de vidro. As medições offline foram conduzidas com o uso do módulo de esfera integrado e os dados foram analisados usando o programa de software TQ Analyst fornecido pela Thermo Fisher Scientific. Os espectros de ambas as medições online e offline foram obtidos com o uso de 64 varreduras com resolução de 4 cm^{-1} .

O teste do índice de capacidade hidrofílica (HI) do espessante de poliglicerila foi conduzido em uma série de espectros de NIR obtidos a partir de medições offline à temperatura ambiente usando o módulo de esfera integrado. A HI é uma medida das proporções relativas de caráter hidrofílico (unidades de glicerila) em função do caráter hidrofóbico (hidrocarboneto) dos espessantes de poliglicerila produzidos. Com o uso do programa TQ Analyst, a área sob a banda de absorção de -OH das unidades de glicerila (de 6.100 cm^{-1} a 7500 cm^{-1}) foi integrada e comparada com a área integrada sob a área espectral hidrofóbica, de hidrocarboneto (5320 cm^{-1} a 6050 cm^{-1}). A razão calculada entre a área hidrofílica e hidrofóbica é a HI, e pode ser usada para comparar a capacidade hidrofílica entre as diferentes amostras. A razão de HI é independente do tamanho/espessura da amostra e da temperatura do teste. Valores mais baixos de índice de capacidade hidrofílica indicam que menos unidades de poliglicerol foram incorporadas. De maneira similar, um índice de capacidade hidrofílica mais elevado indicará que mais poliglicerol foi incorporado no espessante de poliglicerila. Em certas modalidades preferenciais, a HI é de cerca de 0,3 ou mais. Mais preferencial é uma HI de cerca de 0,4 ou mais. Em certas modalidades, a HI preferencial é de cerca de 0,4 a cerca de 0,9, e mais preferencial é uma HI de cerca de 0,5 a cerca de 0,8.

30 Teste de viscosidade sob taxa de cisalhamento zero:

O teste de viscosidade sob taxa de cisalhamento zero, apresentado a seguir, foi realizado com várias composições para cuidados pessoais,

para determinar a viscosidade, de acordo com a presente invenção. As viscosidades das formulações de teste foram conduzidas a 25°C com o uso de um reômetro com estresse controlado (AR-2000, TA Instruments Ltd., New Castle, DE, EUA). Varreduras de tensão de cisalhamento com regime permanente foram realizadas a $25,0 \pm 0,1^\circ\text{C}$, com o uso de uma geometria Couette de parede dupla. A captura e análise de dados foi realizada com o software Rheology Advantage v4.1.10 (TA Instruments Ltd., de New Castle, DE, EUA). As viscosidades aparentes sob cisalhamento zero para as amostras que demonstraram comportamento Newtoniano são relatadas como a média dos valores de viscosidade obtidos em relação a uma gama de estresses de cisalhamento (0,005 a 100 Pa). Para fluidos pseudoplásticos (aqueles cuja viscosidade diminui sob cisalhamento), as viscosidades aparentes sob cisalhamento zero (η_0) foram calculadas através do ajuste dos dados da varredura de tensão de cisalhamento a um modelo de viscosidade Ellis.

15 Teste de espuma da formulação:

O teste de espuma da formulação, apresentado a seguir, é realizado com várias composições de limpeza, para determinar o volume de espuma após agitação, de acordo com a presente invenção. Primeiro, uma solução da composição de teste é preparada em água da rede pública simulada. Para representar o teor de dureza da água da rede pública, 0,36 g de cloreto de cálcio são dissolvidos em 995 g de água deionizada. Cinco (5,0) gramas de composição de teste são, então, adicionados a essa solução e misturados até obter-se homogeneidade. Para determinar o volume de espuma da formulação, a composição de teste (1.000 mL) foi adicionada ao tanque de amostra de um equipamento para teste de espuma SITA R-2000 (disponível comercialmente junto à Future Digital Scientific, Co., Bethpage, NY, EUA). Os parâmetros de teste foram ajustados para repetir três passagens (contagem de série = 3) com tamanho de amostra de 250 mL (volume de preenchimento = 250 mL) com treze ciclos de agitação (contagem de agitação = 13) para um tempo de agitação de 15 segundos por ciclo (tempo de agitação = 15 segundos) com o rotor girando a 1.200 RPM (revolução = 1.200) e com a temperatura ajustada para $30^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. Os dados de volume

da espuma foram coletados ao final de cada ciclo de agitação, determinando-se a média e o desvio padrão das três passagens. O volume de espuma máximo é relatado como o valor após o décimo terceiro ciclo de agitação.

Exemplo 1: Preparação de espessantes de poliglicerila (E1-E17)

5 A composição de espessante de poliglicerila E1 foi preparada da seguinte forma: a um frasco apropriadamente dimensionado equipado com uma purga de N₂, condensador de refluxo, funil de adição graduado, e sonda de reação de NIR, foram adicionados 0,058 mol de dioleato de metil glicose (MGD), 0,050 mol de carbonato de glicerila e 0,0058 mol de Ca(OCH₃)₂. A
10 mistura foi aquecida até cerca de 80°C e colocada sob vácuo para ser desgaseificada. O vácuo foi interrompido e a mistura foi então aquecida lentamente até 190°C sob N₂ com agitação adequada. Após equilibrar a 190°C durante 30 min, GC (desgaseificado, 1,15 mol) foi lentamente adicionado ao reator ao longo de 2,5 h. Após o término da adição, a mistura de reação foi
15 agitada a 190°C até todo o carbonato de glicerol ter sido consumido. Todas as etapas de desgaseificação (medições de nível de umidade), progresso da reação e consumo de GC foram monitoradas in situ através de análise de NIR em tempo real. Após o fim da reação, o material foi resfriado e descarregado para um recipiente adequado.

20 Espessantes de poliglicerila adicionais, E2 a E17 foram sintetizados mediante a variação do tipo ou das proporções dos materiais de partida: iniciador de polimerização, monômero de glicerila, e/ou catalisador base. A variação nos materiais de partida usados, condições de reação, e produtos estão resumidas na Tabela 1 abaixo. Para E9-E11 e E13, AGC, sintetizado
25 de acordo com o procedimento abaixo, e GC foram adicionados sequencialmente à mistura de reação, enquanto que para E14, AGC e GC foram adicionados simultaneamente. Adicionalmente, o tempo de adição, o tempo total da reação e a temperatura das várias reações, assim como as fases resultantes são mostradas na Tabela 2 abaixo. As seguintes abreviações
30 são usadas nessa invenção: MGD = dioleato de metil glicose, SO = oleato de sorbitano, SSO = sesquioleato de sorbitano, GC= carbonato de glicerila, AGC/GC = combinação de carbonato de glicerila acetilado e carbonato de

glicerila, SDO = dioleato de sorbitano.

- Preparação de carbonato de acetil glicerila (AGC): a seguir é descrito um procedimento geral em escala laboratorial para a preparação de AGC: a um frasco de dois gargalos de 250 mL limpo e seco equipado com um agitador magnético, sonda de infravermelho (IR) curto, e um condensador, foi adicionado carbonato de glicerol (82,6 g, 0,70 mol), anidrido acético (70,0 g, 0,68 mol), e duas gotas de piridina. No primeiro estágio da reação, os conteúdos foram aquecidos sob refluxo durante seis horas a 100°C. A conversão de carbonato de glicerila em AcGC foi monitorada através de FT-NIR por acompanhar o desaparecimento da banda de absorção de -OH (hidroxila) característica para o carbonato de glicerila em 7000 cm⁻¹. No segundo estágio da reação, o subproduto de ácido acético foi removido através de destilação a 45°C sob pressão reduzida (vácuo final = 467 Pa (3,5 Torr)). A remoção de ácido acético foi monitorada através de IR próximo acompanhando-se o desaparecimento do pico de ácido acético a 6850 cm⁻¹. O AcGC resultante foi armazenado sob cobertor de nitrogênio até ser usado.

Tabela 1: Síntese de E1-E17

Exemplo n°	Iniciador de polimerização		Monômero de glicerila		Catalisador básico	
	Tipo	moles	Tipo	moles	Tipo	mol
E1	MGD	0,0575	GC	1,1499	Ca(OCH ₃) ₂	0,0058
E2	MGD	0,0575	GC	1,2740	Ca(OCH ₃) ₂	0,0058
E3	MGD	0,0575	GC	1,1499	KOCH ₃	0,0116
E4	MGD	0,0575	GC	0,8413	K ₂ CO ₃	0,0058
E5	MGD	0,0575	GC	1,1300	KGC (20%)	0,0028
E6	MGD	0,0575	GC	1,1525	K ₂ CO ₃	0,0057
E7	MGD	0,0575	GC	1,1499	KOC(CH ₃) ₃	0,0058
E8	MGD	0,0575	GC	1,1240	KGC (10%)	0,0029
E9	MGD	0,0349	AGC/GC (seq)	0,7150 / 1,1431	KOCH ₃	0,0035
E10	MGD	0,0575	AGC/GC	0,0440	KOCH ₃	0,0035

Exemplo n°	Iniciador de poli- merização		Monômero de gli- cerila		Catalisador básico	
	Tipo	moles	Tipo	moles	Tipo	mol
			(seq)	/1,149		
E11	MGD	0,0575	AGC/GC (seq)	0,1300 /0,565 5	KOCH ₃	0,0035
E12	MGD	0,0575	GC	0,5710	Ca(OCH ₃) ₂	0,0058
E13	MGD	0,0575	AGC/GC (seq)	0,187/ 0,571	KOCH ₃	0,0035
E14	MGD	0,0575	AGC/GC (aleatório)	0,187/ 0,571	KOCH ₃	0,0035
E15	SO	0,0575	GC	1,1499	Ca(OCH ₃) ₂	0,0057
E16	SSO	0,0575	GC	1,1499	Ca(OCH ₃) ₂	0,0057
E17	SDO	0,0575	GC	1,1499	Ca(OCH ₃) ₂	0,0057

Tabela 2: Condições de reação e natureza de fase de E1-E17

Exemplo n°	Condições de reação			Produto
	Tempo de adição (horas)	Total Tempo de reação (h)	Temperatura (°C)	
E1	2,5	4,30	190	duas fases
E2	2,5	5,53	190	duas fases
E3	3,17	4,17	190-200	duas fases
E4	6,00	6,00	190-200	duas fases
E5	5,50	7,00	190	duas fases
E6	9,50	10,00	190-200	duas fases
E7	7,80	8,17	190	duas fases
E8	3,75	5,00	180	duas fases
E9	1,75	10,95	175	uma fase
E10	2,50	4,75	180	duas fases
E11	3,46	6,30	180	duas fases
E12	2,43	3,51	190	duas fases
E13	5,25	6,25	180	duas fases
E14	3,83	4,83	180	uma fase
E15	2,75	5,00	190	duas fases

Exemplo n°	Condições de reação			Produto
	Tempo de adição (horas)	Total Tempo de reação (h)	Temperatura (°C)	
E16	2,66	4,66	190	duas fases
E17	3,17	5,17	190	duas fases

Os resultados acima indicam que em quase todos os casos (exceto E9 e E14), o produto de reação incluiu duas fases. Foi observado que a fase superior era menos viscosa e tinha cor mais clara do que a fase do fundo.

5 Exemplo 2: Propriedades dos espessantes de poliglicerila

Os Exemplos E1 a E17 foram caracterizados pelo grau médio de polimerização de glicerila e índice de capacidade hidrofílica de acordo com os respectivos procedimentos e testes descritos acima. Para os produtos de reação que incluíram duas fases, as fases foram separadas uma da outra por decantação da camada superior. A fase/camada superior foi identificada como "A" e a fase do fundo foi identificada como "B." Por exemplo, a fase superior do Exemplo E1 da invenção é identificada como Exemplo da Invenção E1A, enquanto que a fase do fundo do Exemplo E1 da invenção é identificada como Exemplo E1B. O grau médio de polimerização de glicerila e o índice de capacidade hidrofílica para as composições resultantes são relatadas na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3: Propriedades dos espessantes de poliglicerila da invenção

Exemplo n°	Gliceril DP	Índice de capacidade hidrofílica
E1A	6,3	0,60
E1B	29,9	1,47
E2A	7,0	0,66
E2B	28,6	1,52
E3A	7,6	0,65
E3B	12,1	1,82
E4A	3,6	0,43
E5A	6,1	0,51
E5B	79,7	2,22

Exemplo n°	Gliceril DP	Índice de capacidade hidrofílica
E8A	4,0	0,48
E9	61,0	1,59
E10A	3,9	0,52
E10B	87,0	2,38
E11A	4,8	0,62
E12A	5,1	0,52
E12B	38,8	1,16
E13A	6,8	0,63
E13B	17,0	1,61
E14	9,9	0,71
E15A	24,6	1,15
E15B	47,6	1,82
E16A	27,0	1,11
E16B	38,6	1,69
E17A	6,3	0,66
E17B	37,9	1,72

A partir dos resultados acima, parece que as fases superiores tenderam a ter baixo DP_g e as fases do fundo tenderam a ter alto DP_g . Conforme esperado e evidente a partir dos dados, o DP_g se correlaciona bem com o índice de capacidade hidrofílica.

- 5 Também é notável o efeito do grau de substituição hidrofóbica. Os Exemplos E1-E14 da invenção usaram dioleato de metil glicose, que tem nominalmente um grau médio de substituição de porções hidrofóbicas de 2,0 e, portanto, o número médio nominal de grupos hidrofóbicos por grupo de ligação primário nestes espessantes de poliglicerila particulares é $2,0/4 =$
- 10 0,5. O Exemplo E15 da invenção usa oleato de sorbitano, que tem nominalmente um grau médio de substituição de porções hidrofóbicas de 1,0 e, portanto, o número médio nominal de grupos hidrofóbicos por grupo de ligação primário neste espessante de poliglicerila particular é $1,0/4 = 0,25$. O Exemplo E16 da invenção usa sesquioleato de sorbitano, que tem nominalmente
- 15 um grau médio de substituição de porções hidrofóbicas de 1,5 e, portanto, o número médio nominal de grupos hidrofóbicos por grupo de ligação primário

neste espessante de poliglicerila particular é $1,5/4 = 0,375$. Os Exemplos E15(A,B) e E16(A,B) da invenção, que tinham menos substituição hidrofóbica, tenderam a produzir poliglicerilas com DP_g relativamente alto, enquanto os outros Exemplos da Invenção eram mais facilmente capazes de produzir uma gama mais ampla de DP_g .

Exemplo 3: Preparação dos Exemplos Comparativos (C1-C8) e Exemplos (E18 a E42)

Formulações de agente limpeza líquidas foram preparadas da seguinte forma: a um béquer equipado com um agitador mecânico e placa quente, foram adicionados água, lauril sulfato de amônio, e lauret sulfato de amônio. Isto foi misturado a uma velocidade baixo-média e calor foi lentamente aplicado ao lote para aumentar a temperatura para 75°C. Quando o lote atingiu 75°C, cocamida MEA e um espessante/material de teste disponível para comercialização particular foi adicionado. O aquecimento foi parado após os ingredientes terem dissolvido completamente e o lote foi resfriado naturalmente até aproximadamente 25°C, sob misturação em velocidade média. Quando o lote atingiu 25°C, cloreto de sódio e DMDM hidantoina foram adicionados e misturados até estarem completamente dissolvidos. O pH foi ajustado para $6,4 \pm 0,2$ com o uso de ácido cítrico ou solução de hidróxido de sódio. Água foi adicionada em quantidade suficiente (q.s.) para 100%. A composição das várias composições comparativas (e porcentagens em peso dos ingredientes) é mostrada na Tabela 4 abaixo.

Tabela 4: Composições para cuidados pessoais comparativas

Espessante ou Material de teste/ Nome comercial/	Ingrediente/ Nome INCI	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8
Controle (não espessado)	Controle (não espessado)	-	-	-	-	-	-	-	-
Natrulon H-10	Poliglicerina-10	-	5,00	-	-	-	-	-	-
Glucato DO	Dioleato de metil glicose	-	-	5,00	-	-	-	-	-
Glucamato DO-E-120	PEG-120 Dioleato de metil glicose	-	-	-	5,00	-	-	-	-

Espressante ou Material de teste/ Nome comercial/	Ingrediente/ Nome INCI	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8
Tego Care 450	Poligliceril-3- distearato de metil glucose	-	-	-	-	5,00	-	-	-
SPAN 80-NV- IQ-(AP)	Oleator de sorbitano	-	-	-	-	-	5,00	-	-
SPAN 83-NV- LQ-(AP)	Sesquioleato de sorbitano	-	-	-	-	-	-	5,00	-
Dioleato de sorbitano	Dioleato de sorbitano	-	-	-	-	-	-	-	5,00
Standapol A (28%)	Lauril sulfato de amônio	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92
Standapol EA-2 (25%)	Lauret sulfato de amônio	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39
Comperlan 100 (95%)	Cocamida MEA	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24
Cloreto de sódio	Cloreto de sódio	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
Glidante	DMDM Hidan- toína	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Solução de hi- dróxido de sódio (20%)	Hidróxido de sódio	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Solução de áci- do cítrico (20%)	Ácido cítrico	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Água purificada	Água	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.

NATRULON H-10 é disponível junto à Lonza Group de Allendale, NJ, EUA. GLUCATO DO e GLUCAMATO DOE-120 são disponíveis junto à Lubrizol de Wickliffe, OH, EUA. TEGO CARE 450 é disponível junto à Evonik Goldschmidt GmbH de Essen, Alemanha. SPAN 80 e 83 são disponíveis junto à Croda de Edison, NJ, EUA. STANDAPOL e COMPERLAN são disponíveis junto à Cognis Corp. (agora BASF) de Ambler, PA, EUA.

As composições para cuidados pessoais da invenção também foram preparadas de uma forma similar às composições para cuidados pessoais comparativas da Tabela 4, com a exceção de que os espessantes de poliglicerila particulares do Exemplo I foram usados. As composições das várias formulações (e porcentagens em peso dos ingredientes) são mostradas na Tabela 5 (E18-E26), Tabela 6 (E27-E35), e Tabela 7 (Exemplos E36-

E42), abaixo.

Tabela 5: Composições para cuidados pessoais com espessantes de poliglicerila

Material espessante/Nome Comercial/Exemplo n°	Ingrediente/Nome INCI	E18	E19	E20	E21	E22	E23	E24	E25	E26
E1A	PGMGD	5,00	-	-	-	-	-	-	-	-
E1B	PGMGD	-	5,00	-	-	-	-	-	-	-
E2A	PGMGD	-	-	5,00	-	-	-	-	-	-
E2B	PGMGD	-	-	-	5,00	-	-	-	-	-
E3A	PGMGD	-	-	-	-	5,00	-	-	-	-
E3B	PGMGD	-	-	-	-	-	5,00	-	-	-
E4A	PGMGD	-	-	-	-	-	-	5,00	-	-
E5A	PGMGD	-	-	-	-	-	-	-	5,00	-
E5B	PGMGD	-	-	-	-	-	-	-	-	5,00
Standapol A (28%)	Lauril sulfato de amônio	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92
Standapol EA-2 (25%)	Lauret sulfato de amônio	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39
Comperlan 100 (95%)	Cocamida MEA	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24
Cloreto de sódio	Cloreto de sódio	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
Glidante	DMDM Hidantoína	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Solução de hidróxido de sódio (20%)	Hidróxido de sódio	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Solução de ácido cítrico (20%)	Ácido cítrico	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Água purificada	Água	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.

Tabela 6: Composições para cuidados pessoais com espessantes de poliglicerila

Material espessante/Nome Comercial/Exemplo n°	Ingrediente/Nome INCI	E27	E28	E29	E30	E31	E32	E33	E34	E35
E8A	PGMGD	5,00	-	-	-	-	-	-	-	-
E9	AGC/PG MGD	-	5,00	-	-	-	-	-	-	-
E10A	AGC/PG MGD	-	-	5,00	-	-	-	-	-	-
E10B	AGC/PG MGD	-	-	-	5,00	-	-	-	-	-
E11A	AGC/PG MGD	-	-	-	-	5,00	-	-	-	-
E12A	PGMGD	-	-	-	-	-	5,00	-	-	-
E12B	PGMGD	-	-	-	-	-	-	5,00	-	-
E13A	AGC/PG MGD	-	-	-	-	-	-	-	5,00	-
E13B	AGC/PG MGD	-	-	-	-	-	-	-	-	5,00
Standapol A (28%)	Lauril sulfato de amônio	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92
Standapol EA-2 (25%)	Lauret sulfato de amônio	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39
Comperlan 100 (95%)	Cocamida MEA	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24
Cloreto de sódio	Cloreto de sódio	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
Glidante	DMDM Hidantoína	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Solução de hidróxido de sódio (20%)	Hidróxido de sódio	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Solução de ácido cítrico (20%)	Ácido cítrico	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Água purificada	Água	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.

Tabela 7: Composições para cuidados pessoais com espessantes de poliglicerila

cerila

Material espes- sante/Nome Comerci- al/Exemplo n°	Ingrediente/ Nome INCI	E36	E37	E38	E39	E40	E41	E42
E14	AGC/PG MGD (aleató- rio)	5,00	-	-	-	-	-	-
E15A	PGSO	-	5,00	-	-	-	-	-
E15B	PGSO	-	-	5,00	-	-	-	-
E16A	PGSSO	-	-	-	5,00	-	-	-
E16B	PGSSO	-	-	-	-	5,00	-	-
E17A	PGSDO	-	-	-	-	-	5,00	-
E17B	PGSDO	-	-	-	-	-	-	5,00
Standapol A (28%)	Lauril sulfato de amônio	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92	10,92
Standapol EA-2 (25%)	Lauret sulfato de amônio	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39	4,39
Comperlan 100 (95%)	Cocamida MEA	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24	1,24
Cloreto de sódio	Cloreto de sódio	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
Glidante	DMDM Hi- dantoina	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Solução de hi- dróxido de sódio (20%)	Hidróxido de sódio	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Solução de áci- do cítrico (20%)	Ácido cítrico	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Água purificada	Água	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.

Exemplo 4: Reologia das Composições e Exemplos Comparativos

A reologia dos Exemplos comparativos C1-C8 e dos Exemplos E18-E42 foi analisada de acordo com o teste de viscosidade sob taxa de cisalhamento zero para determinar a eficácia de espessamento do material de teste/espessante. Os resultados destes testes são mostrados na Tabela 8, abaixo.

Tabela 8: Reologia e aparência das composições para cuidados pessoais

Exemplo	η_0 (cP)	Tipo de reologia	Aparência (qualitativa)
C1	941	Newtoniana	límpida (sem cor)
C2	79	Newtoniana	límpida (sem cor)

Exemplo	η_0 (cP)	Tipo de reologia	Aparência (qualitativa)
C3	-	-	opaca (sem cor)-instável
C4	575	Newtoniana	límpida (sem cor)
C5	20,450	Newtoniana	opaca (sem cor)-instável ao longo do tempo
C6	-	Newtoniana	opaca (sem cor)-instável
C7	-	Newtoniana	opaca (sem cor)-instável
C8	-	Newtoniana	opaca (sem cor)-instável
E18	6600	Newtoniana	límpida (cor âmbar claro)
E19	43	Newtoniana	límpida (cor âmbar)
E20	9671	Newtoniana	turva (cor palha claro)
E21	1193	Newtoniana	turva (cor âmbar claro)
E22	8067	Newtoniana	turva (cor palha claro)
E23	3000	Newtoniana	turva (cor âmbar claro)
E24	2777	Newtoniana	opaca (cor palha claro)
E25	2788	Newtoniana	turva (cor palha claro)
E26	43	Newtoniana	opaca (cor palha claro)
E27	2948	Newtoniana	opaca (cor palha)
E28	16	Newtoniana	límpida (cor âmbar)
E29	3841	Newtoniana	opaca (cor palha claro)
E30	21	Newtoniana	límpida (cor palha claro)
E31	4678	Newtoniana	turva (cor palha claro)
E32	3517	Newtoniana	opaca (cor palha)
E33	170	Newtoniana	turva (cor palha)
E34	6657	Newtoniana	límpida (cor palha claro)
E35	66	Newtoniana	límpida (cor palha claro)
E36	905	Newtoniana	límpida (cor palha claro)
E37	326	Newtoniana	levemente turva (cor palha claro)
E38	92	Newtoniana	límpida (cor palha claro) com pequeno precipitado
E39	476	Newtoniana	levemente turva (cor palha claro)
E40	159	Newtoniana	límpida (cor palha claro) com pequeno precipitado
E41	2274	Newtoniana	turva (cor palha claro)
E42	229	Newtoniana	turva (cor palha claro)

Como pode ser visto na Tabela 8, os Exemplos comparativos não mostraram capacidade de espessar a formulação base de "controle" (Exemplo comparativo C1). O único exemplo comparativo que mostrou alguma capacidade inicial aparente de espessamento foi o Exemplo compara-

tivo C5, que usou poligliceril-3 metil glicose diestaerato (acredita-se que seja um emulsificante de poliglicerila com um DP_g de 3, uma estrutura de nó de resíduo de metil glicose. Entretanto, o Exemplo comparativo C5 não era estável e houve separação de fase ao ficar em repouso à temperatura ambiente de um dia para o outro. Pela comparação, os Exemplos testados da presente invenção mostraram estabilidade ao ficar à temperatura ambiente durante pelo menos vários meses, até um ano ou mais.

Além disso, para mostrar o efeito de DP_g , a figura 1 mostra a viscosidade sob taxa de cisalhamento zero plotada em relação ao DP_g para os Exemplos E18 a E42 da invenção. É evidente a partir da figura que estes espessantes de poliglicerila com um DP maior que 3 e menor que cerca de 11 criam viscosidade de forma eficaz, enquanto que aqueles com um DP_g mais elevado tendem a não fazer isto.

Também é notável o efeito do grau médio de substituição com porções hidrofóbicas. Os Exemplos E37 a E40 que, conforme discutido acima no Exemplo 2, usaram um composto de poliglicerila com um grau médio de substituição de porções hidrofóbicas de 1,0 ou 1,5 (um número médio de grupos hidrofóbicos por grupo de ligação primário de 0,25 ou 0,375 respectivamente) não criaram viscosidade.

Exemplo 5: Reologia dose-resposta das composições compreendendo espessantes de poliglicerila

As composições para cuidados pessoais a seguir, Exemplos E43-56, foram preparadas. Estas composições foram testadas para viscosidade sob taxa de cisalhamento zero para avaliar o efeito da concentração de espessante de poliglicerila sobre a viscosidade. Os Exemplos E1A, E13A, E14, E15A, E16A, e E17A assim como o Exemplo E1B foram testados em uma formulação base que era idêntica à base do Exemplo 2. As concentrações e espessantes de poliglicerila particulares estão listados nas Tabelas 9a-c, abaixo:

Tabela 9a

[illegible]

Tabela 9b

[illegible]

Tabela 9c

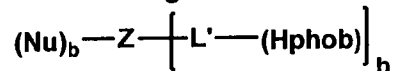
Material espessante/Nome Comercial/Exemplo n°	Nome do ingrediente	E41	E55	E56
E17A	PGSDO	5,00	-	-
E17A	PGSDO	-	3,00	-
E17A	PGSDO	-	-	1,00

Os resultados são mostrados na Figura 2. Como pode ser visto a partir da figura, quando a concentração de espessante é aumentada além do intervalo de 1 a 5%, em peso, as composições compreendendo (MGD com GC), amostra 1A, mostraram um aumento de 487 a 5659 cP (em relação à viscosidade da base), composições compreendendo (MGD com GC e AGC), amostra 13A (DP_g de 6,8) mostraram um aumento de 57 a 5716 cP, e composições compreendendo (SDO com GC), amostra 17A (DP_g de 6,3) mostraram um aumento de 860 a 1333 cP. As composições compreendendo o espessante de poliglicerila do Exemplo E14, que possuem um DP_g de 9,9 (Exemplos E36, 49 e 50) mostram um comportamento de "inclinação para cima" da viscosidade em relação à concentração de espessante.

Entretanto, as composições compreendendo o composto de poliglicerila do Exemplo E16A, que possuem um DP_g de 27,0 e uma média de 1,5 hidrofóbo de oleato, composições com o composto de poliglicerila do Exemplo E15A, que têm um DP_g de 24,6 e um único hidrófobo de oleato, e composições com o composto de poliglicerila do Exemplo E1B que possuem um DP_g de 29,9 e dois hidrófobos de oleato, mostraram viscosidade reduzida em relação ao controle que continuou a diminuir enquanto a concentração de composto de poliglicerila aumentou.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de preparação de uma composição de poliglicerila que compreende a reação de um ou mais monômeros de glicerila com um iniciador de polimerização com a seguinte fórmula:



5 em que:

Z é uma estrutura de nó que não é um resíduo de polinucleófilo derivado de sorbitano;

cada Nu é um grupo nucleofílico;

cada Hfob é uma porção hidrofóbica;

10 cada L' é um grupo de ligação primário;

h é 1 a 12; b é 1 a 11; h+b é pelo menos 4; e h/h+b é maior que 0,35.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, em que o iniciador de polimerização é um éster de poliol selecionado do grupo consistindo em
15 diésteres de glicosídeo, diésteres de diglicerila, diésteres de triglicerila, e combinações de dois ou mais dos mesmos.

3. Método, de acordo com a reivindicação 2, em que os ditos um ou mais monômeros de glicerila são selecionados a partir do grupo consistindo em: carbonato de glicerol, glicidol, C₁-C₄ monoéster de carbonato de
20 glicerol, C₁-C₄ monoésteres de glicidol e combinações de dois ou mais dos mesmos.

4. Método, de acordo com a reivindicação 3, em que os ditos um ou mais monômeros de glicerila são selecionados a partir do grupo consistindo em: carbonato de glicerol, carbonato de glicerila acetilado e combina-
25 ções de dois ou mais dos mesmos.

5. Método, de acordo com a reivindicação 4, em que os ditos um ou mais monômeros de glicerila compreendem carbonato de glicerol e carbonato de glicerila acetilado.

6. Método, de acordo com a reivindicação 5, em que o dito monômero de carbonato de glicerila e o dito monômero de carbonato de glicerila acetilado são adicionados simultaneamente.
30

7. Método, de acordo com a reivindicação 5, em que o dito monômero de carbonato de glicerila e o dito monômero de carbonato de glicerila acetilado são adicionados sequencialmente.

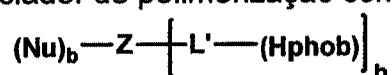
8. Método, de acordo com a reivindicação 7, em que o dito monômero de carbonato de glicerila acetilado é adicionado primeiro e então o dito monômero de carbonato de glicerila é adicionado.

9. Método, de acordo com a reivindicação 1, em que a dita etapa de reação compreende adicionalmente reagir os ditos um ou mais monômeros de glicerila e o dito iniciador de polimerização com um ou mais comonômeros selecionados do grupo consistindo em carbonato de etileno, carbonato de 1,2-propileno, carbonato de 1,3-propileno, e combinações de dois ou mais dos mesmos.

10. Método, de acordo com a reivindicação 1, em que a dita etapa de reação resulta em um produto de reação que tem duas fases.

11. Método, de acordo com a reivindicação 9, em que a dita etapa de reação resulta em um produto de reação que tem uma fase.

12. Método de preparação de uma composição de poliglicerila que compreende reagir dois ou mais monômeros de glicerila que compreendem monômero de carbonato de glicerila e monômero de carbonato de glicerila acetilado com um iniciador de polimerização com a seguinte fórmula:



em que:

Z é a estrutura de nó;

cada Nu é um grupo nucleofílico;

cada Hfob é uma porção hidrofóbica;

cada L' é um grupo de ligação primário;

h é 1 a 12; b é 1 a 11; h+b é pelo menos 4; e h/h+b é maior que 0,35.

13. Método, de acordo com a reivindicação 12, em que o iniciador de polimerização é um éster de polioliol selecionado do grupo consistindo em diésteres de glicosídeo, diésteres de diglicerila, diesters de triglicerila, e combinações de dois ou mais dos mesmos.

14. Método, de acordo com a reivindicação 12, em que o dito monômero de carbonato de glicerila e o dito monômero de carbonato de glicerila acetilado são adicionados simultaneamente.

5 15. Método, de acordo com a reivindicação 12, em que o dito monômero de carbonato de glicerila e o dito monômero de carbonato de glicerila acetilado são adicionados sequencialmente.

16. Método, de acordo com a reivindicação 15, em que o dito monômero de carbonato de glicerila acetilado é adicionado primeiro e então o dito monômero de carbonato de glicerila é adicionado.

10 17. Método, de acordo com a reivindicação 12, em que a dita etapa de reação compreende adicionalmente reagir os ditos dois ou mais monômeros de glicerila e o dito iniciador de polimerização com um ou mais comonômeros selecionados do grupo consistindo em carbonato de etileno, carbonato de 1,2-propileno, carbonato de 1,3-propileno, e combinações de
15 dois ou mais dos mesmos.

FIG. 1

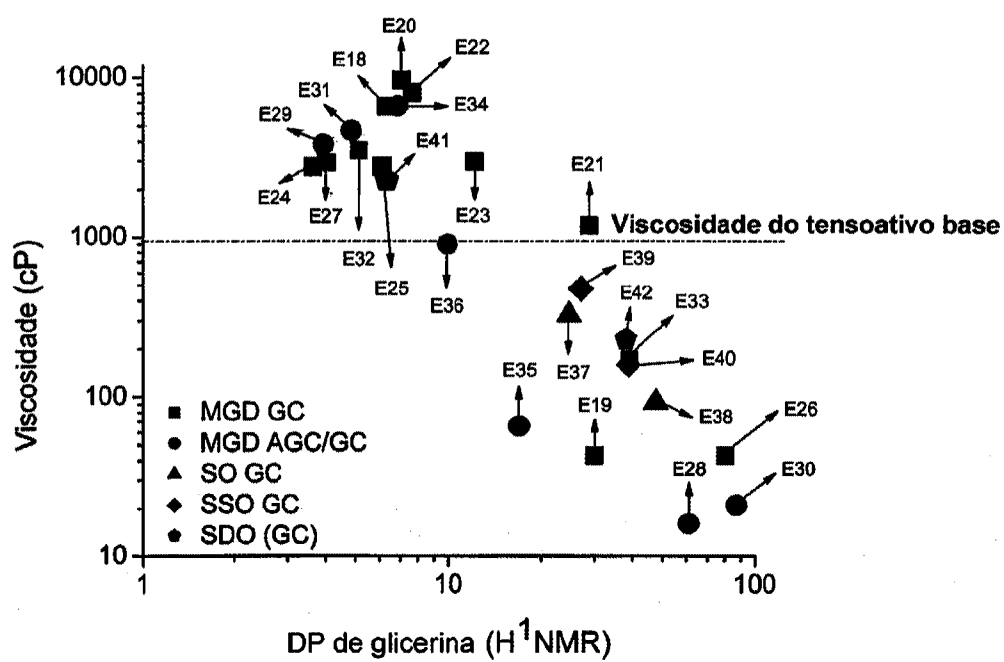


FIG. 2

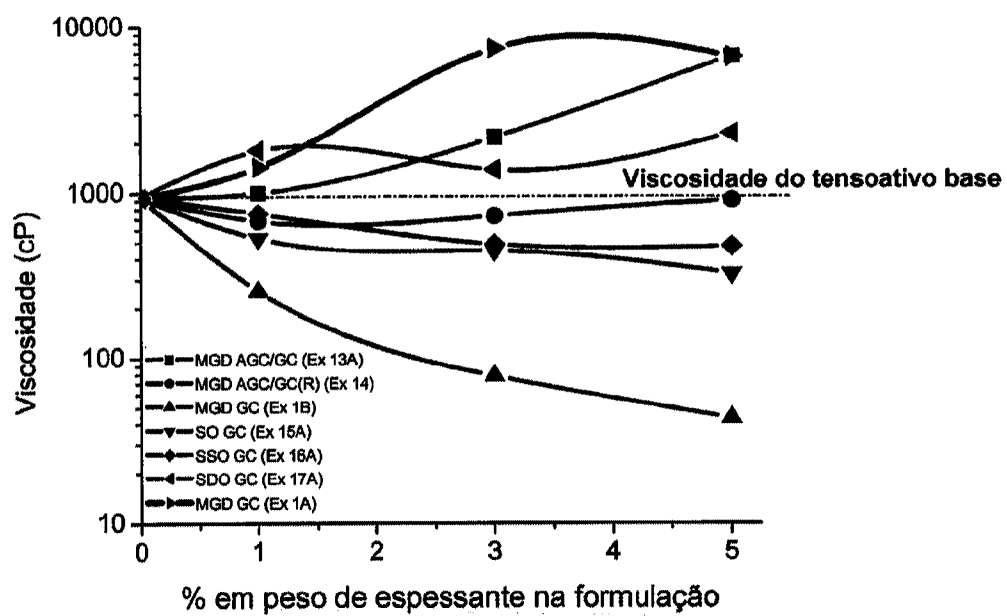


FIG. 3

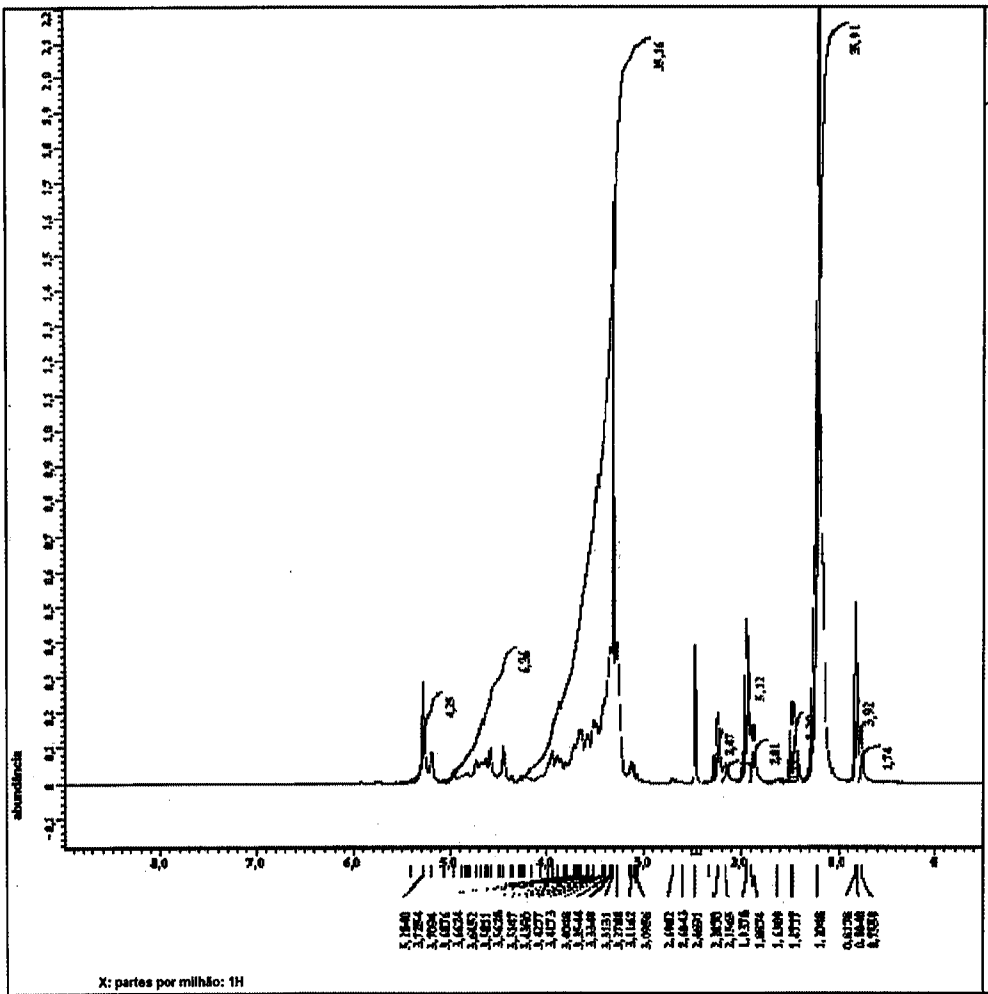
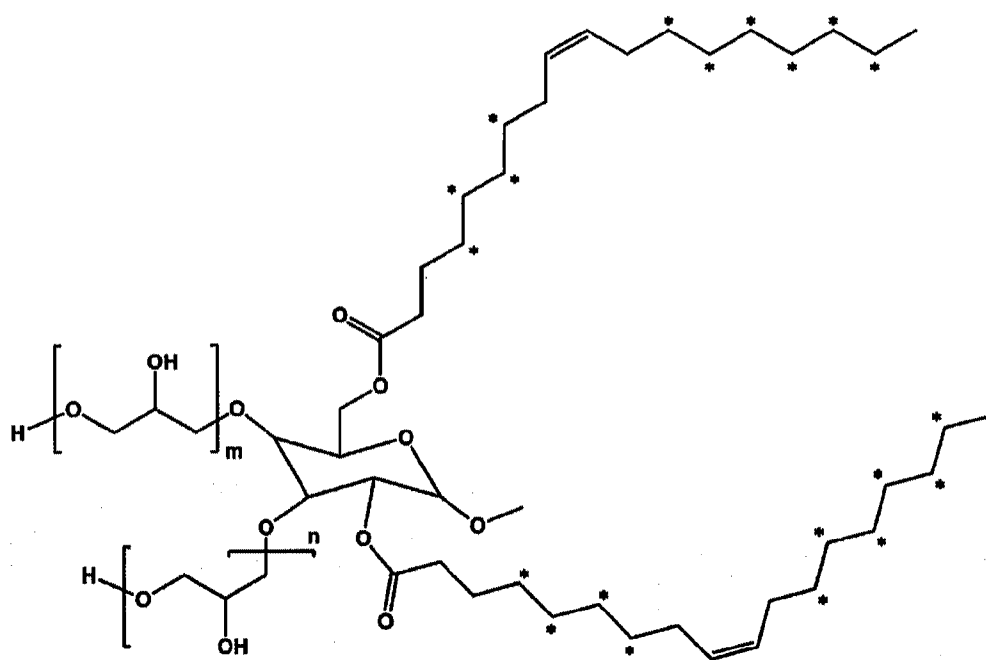


FIG. 4



RESUMO

Patente de Invenção: **"COMPOSTOS E COMPOSIÇÕES DE POLIGLICERILA"**.

5 A presente invenção refere-se a composições que compreendem um ou mais compostos tendo uma estrutura de nó com quatro a doze átomos de carbono, um ou mais grupos (poli)glicerila, e uma ou mais porções hidrofóbicas, sendo que cada um dos um ou mais grupos (poli)glicerila é ligado à estrutura de nó por um primeiro grupo de ligação primário, as uma ou mais porções hidrofóbicas são cada uma independentemente ligadas à

10 estrutura de nó por um grupo de ligação primário ou a um dos grupos (poli)glicerila por um grupo de ligação secundário, e sendo que o espessante de poliglicerila tem um grau médio de polimerização de glicerila de mais que 3 a menos que cerca de 11 e um número médio de grupos hidrofóbicos por grupo de ligação primário de cerca de 0,35 ou mais. São também fornecidos

15 compostos e composições de poliglicerila que compreendem água, um tensoativo, e um espessante de poliglicerila, bem como, métodos de preparo de compostos e composições de poliglicerila da presente invenção.