



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

(11) PI 0513667-9 B1



(22) Data do Depósito: 22/07/2005

(45) Data de Concessão: 15/10/2019

(54) Título: COMPOSIÇÃO PARA CUIDADO PESSOAL E ÉTER DE CELULOSE MODIFICADO CATIONICAMENTE

(51) Int.Cl.: A61K 8/73; A61Q 5/00; A61Q 5/12; A61Q 5/02; A61Q 19/00; (...).

(30) Prioridade Unionista: 16/08/2004 US 60/601,889.

(73) Titular(es): UNION CARBIDE CHEMICALS & PLASTICS TECHNOLOGY LLC.

(72) Inventor(es): XIAODONG ZHANG; RUSSELL L. KREEGER; TATIANA VICTOROVNA DROVETSKAYA.

(86) Pedido PCT: PCT US2005026115 de 22/07/2005

(87) Publicação PCT: WO 2006/023201 de 02/03/2006

(85) Data do Início da Fase Nacional: 30/01/2007

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO PARA CUIDADO PESSOAL E ÉTER DE CELULOSE MODIFICADO CATIONICAMENTE
Composição para cuidado pessoal compreendendo um éter de celulose modificado cationicamente, na qual o éter de celulose compreende de 0,5 a 4 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose e o éter de celulose ainda é substituído com um substituinte catiônico da Fórmula I na qual cada R^1 , R^2 e R^3 são, independentemente, CH_3 ou C_2H_5 , R^4 e $CH_2-CHOH-CH_2$ ou CH_2-CH_2 , A^- é um ânion, e z é 1, 2 ou 3, e o éter de celulose compreende de 1,15 a 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose. Os éteres de celulose modificados cationicamente que compreendem de 6.000 a 15.000 unidades de repetição anidroglicose são novos.

"COMPOSIÇÃO PARA CUIDADO PESSOAL E ÉTER DE CELULOSE MODIFICADO CATIONICAMENTE"

Campo da invenção

[001] A presente invenção refere-se a composições para cuidado pessoal compreendendo um éter de celulose modificado cationicamente e novos éteres de celulose modificados cationicamente.

Histórico da invenção

[002] Há muitos anos se conhece os éteres de celulose modificados cationicamente e seu uso em composições para cuidado pessoal.

[003] A patente U.S. n° 3.472.840 divulga éteres de celulose contendo nitrogênio quaternário tendo um grau de polimerização (número de unidades de repetição anidroglicose) de 50 a 20.000, preferivelmente de 200 a 5000, e seu uso como flocculantes para polpa de papel, pó de carvão, sílica ou argila ou como auxiliar de retenção na manufatura de papel.

[004] A publicação internacional de patente WO 01/48021 divulga éteres de celulose catiônicos altamente carregados que são substituídos com pelo menos 3,0% em peso de substituinte catiônico. Estes éteres de celulose são recomendados para uso em aplicações de cuidado pessoal, por exemplo para melhorar a atividade substantiva da pele e dos cabelos.

[005] Os éteres de celulose que compreendem de 1,5-2,2 por cento em peso de nitrogênio catiônico são vendidos comercialmente por Amerchol sob a denominação comercial de polímeros JR UCARETM. Os éteres de celulose que compreendem de 0,8-1,1 por cento em peso de nitrogênio catiônico são vendidos comercialmente por Amerchol sob a denominação

comercial de polímeros LR UCARE™. Estes polímeros são amplamente usados como condicionadores substantivos solúveis em água para higiene capilar e em produtos para higiene da pele.

[006] Embora as composições para cuidado pessoal compreendendo um éter de celulose modificado cationicamente tenham ampla aceitação, seria ainda desejável prover composições para cuidado pessoal com propriedades melhoradas.

[007] Composições para cuidado pessoal, tais como composições para higiene capilar e particularmente composições para higiene da pele, compreendem, freqüentemente, um agente umectante, tal como óleo de sementes de girassol. É altamente desejável que a maior parte do agente umectante permaneça na pele após ela ter sido tratada com a composição de higiene capilar ou de higiene da pele e após a composição retirada da pele durante o banho. Portanto, um objetivo da presente invenção é prover novas composições para cuidado pessoal que deixem um alto nível de agente umectante, tal como óleo de sementes de girassol, na pele após ela ter sido tratada com a composição para cuidado pessoal.

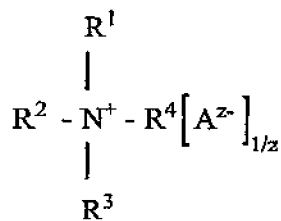
[008] Além disso, os éteres de celulose modificados cationicamente são amplamente usados como agentes condicionadores, freqüentemente em combinação com ingredientes ativos insolúveis tais como silicones, em composição para higiene capilar. As propriedades condicionadoras destes produtos podem ser avaliadas medindo a quantidade de trabalho que se requer para pentear cabelos longos tratados com xampu condicionador contra um controle que não compreende um agente condicionador. É altamente

desejável prover ainda redução maior no trabalho de pentear cabelos úmidos para melhorar a experiência de uso positivo do consumidor quando pentear e desembaraçar os cabelos após usar xampu. Portanto, outro objetivo desta invenção é prover novas composições para cuidado pessoal, tais como composições para higiene capilar, que ofereçam benefício condicionador aos cabelos, tal como redução de trabalho de pentear cabelos úmidos, após eles terem sido tratados com a composição para cuidado pessoal.

[009] Ainda outro objetivo da presente invenção é prover novos éteres de celulose modificados cationicamente que sejam úteis em composições para cuidado pessoal.

Sumário da invenção

[0010] Um aspecto da presente invenção é uma composição para cuidado pessoal que compreende um éter de celulose modificado cationicamente, na qual o éter de celulose compreende de 0,5 a 4 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose e o éter de celulose é ainda substituído com um substituinte catiônico da Fórmula (I)

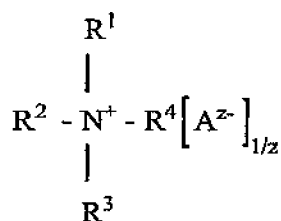


(I)

[0011] na qual cada R^1 , R^2 e R^3 são, independentemente, CH_3 ou C_2H_5 , R^4 é $\text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-}$ ou $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-}$, A^{z-} é um ânion, e z é 1, 2 ou 3, e o éter de celulose compreende de 1,15 a 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose.

[0012] Outro aspecto da presente invenção é o uso do éter de celulose modificado cationicamente acima mencionado para preparar uma composição para cuidado pessoal.

[0013] Já outro aspecto da presente invenção é um éter de celulose modificado cationicamente compreendendo de 0,5 a 4 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose, o éter de celulose é ainda substituído com um substituinte catiônico da Fórmula (I)



(I)

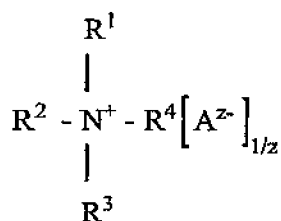
[0014] na qual cada R^1 , R^2 e R^3 são, independentemente, CH_3 ou C_2H_5 , R^4 é $\text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-}$ ou $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-}$, A^{z-} é um ânion, e z é 1, 2 ou 3, e o éter de celulose compreende de 1,15 a 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose e de cerca de 6.000 a cerca de 15.000 unidades de repetição anidroglicose.

Descrição detalhada da invenção

[0015] O éter de celulose modificado cationicamente compreende de 0,5 a 4, preferivelmente de 1 a 3, mais preferivelmente de 1,5 a 2,5 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose. A quantidade molar pode ser determinada pela modificação de Morgan do método de Zeisel [P. W. Morgan, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 18, 1500 (1946)]. Aqueles treinados na técnica entendem que o substituinte de éter é diferente do substituinte catiônico de Fórmula I abaixo descrita. Os éteres de celulose típicos incluem, por exemplo, hidroxietil celulose, hidroxipropil

celulose, metil celulose, hidroxipropil metil celulose, hidroxietil metil celulose ou hidroxietil carboxil metil celulose. Se o éter de celulose compreender mais que um tipo de substituintes de éter, seu número molar total estará dentro das faixas acima estabelecidas. Os éteres de celulose preferidos incluem hidroxietil celulose e hidroxipropil celulose. Os éteres de celulose muitíssimo preferidos para uso de acordo com a presente invenção compreendem grupos hidroxietila. Preferivelmente, estes éteres de celulose têm um M.S. (hidroxietila) de 0,5 a 4, mais preferivelmente de 1 a 3, muitíssimo preferivelmente de 1,5 a 2,5. O M.S. (hidroxietila) designa o número médio de mols de grupos hidroxietila que foram ligados por uma ligação éter por mol de unidades de repetição anidroglicose.

[0016] O éter de celulose ainda é substituído com um substituinte catiônico da Fórmula I



(I)

[0017] na qual cada R^1 , R^2 e R^3 são, independentemente, CH_3 ou C_2H_5 , R^4 é $CH_2-CHOH-CH_2-$ ou CH_2CH_2- , A^{z-} é um ânion, e z é 1, 2 ou 3. Preferivelmente, R^1 é metila. Mais preferivelmente, R^1 , R^2 e R^3 são metila. Preferivelmente, R^4 é $CH_2-CHOH-CH_2-$. A^{z-} é um ânion com valência z , tal como fosfato, nitrato, sulfato ou haleto. É muitíssimo preferido um haleto, particularmente cloreto. Preferivelmente, z é 1 ou 2, mais preferivelmente 1. Os substituintes catiônicos muitíssimo preferidos da Fórmula I são aqueles nos quais dois ou mais,

preferivelmente cada de R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , A^{z-} e z têm os significados preferidos mencionados.

[0018] O éter de celulose compreende de 1,15 a 1,44 por cento, preferivelmente de 1,20 a 1,40 por cento, de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose. Mais que um substituinte catiônico particular da Fórmula I pode ser substituído no éter de celulose, mas o nível de substituição total deve estar dentro das faixas apresentadas acima. Determina-se a porcentagem de nitrogênio catiônico por determinação analítica porcentagem ponderal média de nitrogênio por unidade de repetição anidroglicose usando uma unidade de destilação Buchi Kjeldahl automatizada e titulando com um titrímetro automatizado.

[0019] Os métodos para preparar substituintes catiônicos da Fórmula I, assim como os métodos para derivar éteres de celulose para conter tais substituintes catiônicos, são conhecidos daqueles treinados na técnica, vide por exemplo, WO 01/48021 A1.

[0020] Exceto os substituintes acima divulgados, o éter de celulose geralmente não compreende outro substituinte, tal como grupo aril alquila ou alquila hidrofóbico tendo de 8 a 24 átomos de carbono.

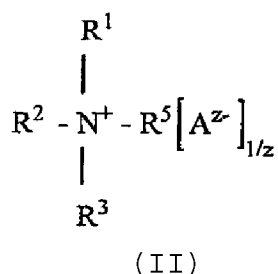
[0021] Tipicamente, o éter de celulose modificado cationicamente é solúvel em água. Tal como usado aqui, o termo "solúvel em água" significa que pelo menos 1 grama, e preferivelmente pelo menos 2 gramas do éter de celulose modificado cationicamente é solúvel em 100 gramas de água destilada a 25°C e 1 atmosfera. O grau de solubilidade em água pode variar ajustando-se a extensão de substituição de éter no éter de celulose e o número de unidades de repetição

anidroglicose. As técnicas para variar a solubilidade em água de éteres de celulose são conhecidas daqueles treinados na técnica.

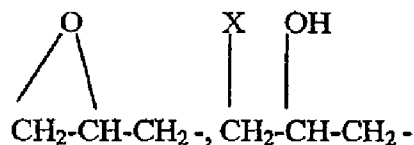
[0022] Geralmente, a viscosidade do éter de celulose modificado cationicamente é de 100 a 10.000 mPa's, preferivelmente de 1.000 a 5.000 mPa's, e muitíssimo preferivelmente de 2.000 a 3.000 mPa's, medida como uma solução aquosa a 1,0 por cento em peso do éter de celulose a 25°C com um viscosímetro Brookfield.

[0023] Aqueles éteres de celulose que têm pelo menos cerca de 6.000, pelo menos cerca de 7.000 unidades de repetição anidroglicose, e até cerca de 15.000, preferivelmente até cerca de 12.000, mais preferivelmente até cerca de 10.000 unidades de repetição anidroglicose são compostos novos. Mede-se o número de unidades de repetição anidroglicose por cromatografia de permeação em gel usando espalhamento de luz de ângulos múltiplos.

[0024] O éter de celulose modificado cationicamente útil na presente invenção pode ser produzido reagindo um éter de celulose compreendendo de 0,5 a 4 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose com um composto de Fórmula II



[0025] na qual R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , A^{z-} e z têm os significados acima mencionados e R^5 é



ou $\text{X-CH}_2\text{CH}_2\text{-}$, onde X é haleto, preferivelmente brometo ou cloreto.

[0026] Muito surpreendentemente, descobriu-se que os éteres de celulose modificados cationicamente são mais eficazes em composições para cuidado pessoal que os éteres de celulose modificados cationicamente correspondentes compreendendo menos que 1,15 ou mais que 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose. Especificamente, os éteres de celulose modificados cationicamente acima descritos são mais eficazes no sentido de que eles provêm composições para cuidado pessoal com uma deposição melhorada de um agente umectante, tal como óleo de sementes de girassol na pele após a deposição para cuidado pessoal, tal como deposição para higiene da pele, tiver sido removida da pele por enxágüe. Além disso, descobriu-se inesperadamente que os éteres de celulose modificados cationicamente também exibem propriedades condicionadoras melhoradas, tal como redução maior no trabalho de pentear cabelos úmidos após os cabelos terem sido lavados com xampu com a deposição de cuidado pessoal, tal como uma deposição para higiene capilar, e enxaguados com água. Surpreendentemente, descobriu-se também que os éteres de celulose modificados cationicamente compreendendo de 6.000 a 15.000, preferivelmente de 6.000 a 12.000, mais preferivelmente de 7.000 a 10.000 unidades de repetição anidroglicose têm uma deposição melhorada de um agente umectante na pele que éter de celulose modificado

cationicamente comparativos compreendendo até cerca de 5.000 unidades de repetição anidroglicose.

[0027] Aplicações de cuidado pessoal típicas incluem, por exemplo, composições cosméticas e farmacêuticas, tais como composições anticoncepcionais, lubrificantes de preservativos, pomadas vaginais, composições oftálmicas ou cremes para a pele. A aplicação de uso final mais preferida para os éteres de celulose modificados cationicamente acima descritos é como um componente em composições para higiene da pele ou dos cabelos, tais como xampus, condicionadores, loções faciais, loções para o corpo ou mãos, sabonetes e formulações para lavagem do corpo. As aplicações de uso final muitíssimo preferidas são as composições para limpeza da pele e dos cabelos.

[0028] A quantidade do éter de celulose modificado cationicamente presente na composição para cuidado pessoal variará dependendo da composição particular. Entretanto, tipicamente, a composição para cuidado pessoal compreenderá de cerca de 0,05 a 5 por cento em peso, mais preferivelmente de cerca de 0,1 a cerca de 1 por cento em peso do éter de celulose modificado cationicamente, baseado no peso total da composição para cuidado pessoal.

[0029] Tipicamente, a composição para cuidado pessoal compreende também um ou mais ingredientes para cuidado pessoal, preferivelmente ingredientes ativos insolúveis em água. Geralmente, um ingrediente ativo insolúvel em água tem uma solubilidade em água menor que 1 grama em 100 gramas de água destilada a 25°C e 1 atmosfera. Os ingredientes ativos insolúveis em água preferidos são (a) óleos de silicone e modificações dos mesmos, tais como polidimetilsiloxanos

cíclicos e lineares; óleos de amino, alquil, alquilaril, e aril silicone; (b) óleos e gorduras incluindo óleos e gorduras naturais, preferivelmente óleos e gorduras vegetais, tais como óleos de jojoba, soja, girassol, farelo de arroz, abacate, amêndoa, oliva, gergelim, pêrsico, rícino, coco e marta; gordura de coco; e óleos e gorduras animais, tais como sebo de boi e toicinho; óleos endurecidos obtidos hidrogenando os óleos acima mencionados; e mono, di e triglicerídeos sintéticos tais como glicerídeo de ácido mirístico e glicerídeo de ácido 2-etil-hexanóico; (c) ceras tais como de carnaúba, espermacete, cera de abelha, lanolina, e derivados das mesmas; (d) extratos vegetais; (e) hidrocarbonetos, tais como parafinas líquidas, vaselina, cera microcristalina, ceresina, escaleno, pristano e óleo mineral; (f) ácidos graxos superiores tais como láurico, mirístico, palmítico, beênico, oleico, linoleico, lanolênico, lanólico, iso-esteárico, araquidônico d ácidos graxos poli-insaturados (PUFA); álcoois superiores, tais como álcool laurílico, cetílico, estearílico, oleílico, beenílico, colesterol e 2-hexadecanol; (h) ésteres, tais como octanoato de cetila, lactato de miristila, lactato de cetila, miristato de isopropila, miristato de miristila, palmitato de isopropila, adipato de isopropila, estearato de butila, oleato de decila, iso-estearato de colesterol, mono-estearato de glicerol, di-estearato de glicerol, tri-estearato de glicerol, lactato de alquila, citrato de alquila e tartarato de alquila; (i) óleos essenciais e extratos dos mesmos, tais como óleos de menta, jasmim, cânfora, cedro branco, casca de laranja amarga, centeio, terebintina, cinamomo, bergamota, citrus unshiu, cálammo, pinheiro, alfazema, louro, cravo-da-índia, eucalipto,

limão, carambola, tomilho, hortelã, rosa, salva, gergelim, gengibre, manjerição, zimbro, grama de limão, alecrim, pau-rosa, abacate, uva, semente de uva, mirra, pepino, agrião, calêndula, flor de sabugueiro, gerânio, flor de tília, amaranço, alga, ginsém, junco, cenoura, guaraná, árvore de chá, jojoba, consolda, farinha de aveia, coco, nérole, baunilha, chá verde, poejo, aloés, mentol, eugenol, citral, citronela, borneol, linalol, geraniol, primavera da noite, cânfora, timol, espirantol, peneno, limoneno terpenóide; (j) lipídios, tais como colesterol, ceramidas ésteres de sacarose e pseudo-ceramidas tais como descritas pedido de patente européia N° 556.957; (k) vitaminas, minerais, e nutrientes de pele tais como leite, vitaminas A, E, e K; alquil ésteres de vitaminas, incluindo alquil ésteres de vitamina C; magnésio, cálcio, cobre, zinco e outros componentes metálicos; (l) protetores solares tais como cinamato de metoxila (Parsol MCX) e butil metoxi benzoil metano (parsol 1789); (m) fosfolipídeos; (n) compostos antienvelhecimento tais como alfa hidroxí ácidos, beta hidroxí ácidos; (o) emolientes, agentes umectantes ou agentes benéficos, tais como óleos de triglicerídeos, óleos minerais, vaselina, e misturas dos mesmos, mais preferivelmente triglicerídeos tais como óleo de sementes de girassol; e (p) misturas de quaisquer dos componentes anteriores.

[0030] Tipicamente, a composição para cuidado pessoal também compreende um ou mais solventes, diluentes e adjuvantes tais como água, álcool etílico, álcool isopropílico ou álcoois superiores; glicerina, propileno glicol, sorbitol, preservativos, tensoativos, fragrâncias ou reguladores de viscosidade. Tais ingredientes de cuidado

pessoal são obteníveis comercialmente e conhecidos daqueles treinados a técnica.

[0031] Ilustra-se a presente invenção através dos exemplos seguintes que não foram construídos para limitar a abrangência da invenção. Salvo se indicado contrariamente, todas as partes e porcentagens estão em peso.

Exemplos Comparativos A-N e Exemplos 1-4

[0032] Medem-se as propriedades dos éteres de celulose modificados cationicamente tal como segue:

[0033] Conteúdo de nitrogênio, %N: Determina-se analiticamente a porcentagem ponderal média de nitrogênio por unidade de repetição anidroglicose usando uma unidade de destilação Büchi Kjeldahl automatizada e titulando com um titulímetro automatizado.

[0034] Determina-se o número de unidades de repetição anidroglicose por cromatografia de permeação em gel usando espalhamento de luz de ângulos múltiplos.

[0035] Determinam-se os números de mols de substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose pela modificação de Morgan do método de Zeisel [P. W. Morgan, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 18, 1500 (1946)].

[0036] Viscosidade a 1%: Mede-se a viscosidade de solução em 0,975 por cento em peso de polímero (permitindo 2,5 por cento de cinzas, baseado no peso de polímero, e corrigindo para voláteis), a 25°C usando uma haste #2 a 30 rpm (viscosímetro Brookfield).

[0037] Viscosidade a 1%: Mede-se a viscosidade de solução aquosa a 2% em peso a 25°C usando um viscosímetro Brookfield LTV, empregando um haste n° 4.

Usam-se, nos exemplos, os seguintes materiais:

[0038] HEC: Hidroxietil celulose tendo uma viscosidade de 5.700 cps (mPa·s), medida como uma solução aquosa a 1% em peso a 25°C usando um viscosímetro Brookfield LTV, cerca de 9.000 a 10.000 unidades de repetição anidroglicose e um número médio de mols de grupos hidroxietila por mol de unidades de repetição anidroglicose, designado como M.S. (hidroxietila) de cerca de 2,2.

[0039] Q 151: Uma solução aquosa a 70% em peso de cloreto de 2,3-epoxi-propil-trimetilamônio, obtenível comercialmente de Degussa Corporation como QUABTM 151.

[0040] NaOH: Uma solução aquosa a 25% em peso de hidróxido de sódio.

[0041] IPA: Álcool isopropílico anidro.

[0042] LR 400: Uma hidroxietil celulose modificada cationicamente tendo uma viscosidade de 300-500 cps (mPa·s), medida como uma solução aquosa a 2% em peso, cerca de 1.500 unidades de repetição anidroglicose e um conteúdo de nitrogênio catiônico de 0,8-1,1 por cento, baseado no peso total do éter de celulose. A hidroxietil celulose modificada cationicamente é obtenível comercialmente sob a denominação comercial de polímero UCARETM LR 400.

[0043] JR 400: Uma hidroxietil celulose modificada cationicamente tendo uma viscosidade de 300-500 cps (mPa·s), medida como uma solução aquosa a 2% em peso, cerca de 1.500 unidades de repetição anidroglicose e um conteúdo de nitrogênio catiônico de 1,5-2,2 por cento, baseado no peso total do éter de celulose. A hidroxietil celulose modificada cationicamente é obtenível comercialmente sob a denominação comercial de polímero UCARETM JR 400.

[0044] LR 30M: Uma hidroxietil celulose modificada

cationicamente tendo uma viscosidade de 1.250-2.250 cps (mPa·s), medida como uma solução aquosa a 1% em peso, cerca de 4.000 a 7.000 unidades de repetição anidroglicose e um conteúdo de nitrogênio catiônico de 0,8-1,1 por cento, baseado no peso total do éter de celulose. A hidroxietil celulose modificada cationicamente é obtenível comercialmente sob a denominação comercial de polímero UCARE™ LR 30M.

[0045] JR 30M: Uma hidroxietil celulose modificada cationicamente tendo uma viscosidade de 1.250-2.250 cps (mPa·s), medida como uma solução aquosa a 1% em peso, cerca de 6.000 a 10.000 unidades de repetição anidroglicose e um conteúdo de nitrogênio catiônico de 1,6 a 1,9 por cento, baseado no peso total do éter de celulose. A hidroxietil celulose modificada cationicamente é obtenível comercialmente sob a denominação comercial de polímero UCARE™ JR 30M.

Preparação dos Exemplos Comparativos A-G, M, N e dos Exemplos 1-4

[0046] Carrega-se um recipiente de reação, equipado com agitador, condensador, funis de adição, e suprimento de nitrogênio, com as quantidades de HEC (corrigidas para cinzas e voláteis), IPA e água destilada listadas na Tabela 1 abaixo. Purifica-se o recipiente de reação com nitrogênio por 1 hora. Adiciona-se gota-a-gota uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 25 por cento em peso durante alguns minutos em temperatura ambiente. Agita-se a pasta semifluida por 20 minutos. A quantidade de hidróxido de sódio, calculada como um produto não diluído está listada na Tabela 1 abaixo. Adiciona-se gota-a-gota Q 151 durante alguns minutos numa quantidade listada na Tabela 1 abaixo. Depois se reduz a purificação com nitrogênio a um mínimo para manter uma

pressão positiva no sistema, e aquece-se a pasta semifluida a 55°C. A pasta semifluida é mantida a 55°C por 2 horas depois resfriada. A cerca de 40°C adiciona-se gota-a-gota ácido acético numa quantidade listada na Tabela 1 abaixo. Após misturação por cerca de 10 minutos, filtra-se a pasta semifluida. A torta úmida é lavada duas vezes com 700 g de uma mistura de IPA/água de uma razão volumétrica de 80:20 (para uma carga de HEC de 80 gramas), uma vez com 600 g de IPA, e uma vez com IPA contendo 2 mL de solução de glioxal (40 por cento em volume) e 0,4 mL de ácido acético. Após a filtração final o material é secado de um dia para outro num forno a vácuo a cerca de 35°C com uma pequena sangria de nitrogênio. O produto é peneirado com uma peneira de malha 20 mesh e as partículas sobredimensionadas são moídas.

Tabela 1: Produção e Propriedades de éteres de celulose modificados cationicamente

Exemplo (Comp.)	Gramas de HEC (base ativa)	Gramas de Q 151 (base ativa)	Gramas de IPA	Gramas de água destilada	Gramas de NaOH	Gramas de ácido acético	% de nitro- gênio	Visco- sidade a 1%*	% de voláteis	% de cinza (como NaCl)
A	50,0	5,0	226	47	1,77	2,7	0,54	4100	2,35	0,10
B	80,0	12,7	366	76	2,8	4,8	0,80	4100	1,96	1,58
C	50,0	9,9	226	47	1,77	2,7	0,96	2740	2,33	0,32
D	80,0	17,6	366	76	2,8	4,8	1,07	2640	2,26	1,79
1	80,0	19,6	366	76	2,8	4,8	1,16	3000	2,60	1,19
2	80,0	20,2	366	76	2,4	4,8	1,22	2340	0,76	1,47
3	80,0	21,9	366	76	2,4	4,8	1,31	2220	1,73	1,81
4	80,0	24,6	366	76	2,4	4,8	1,43	2160	1,67	1,74
E	80,0	27,3	366	76	2,4	4,8	1,53	1720	2,53	1,66
F	80,0	32,3	364	76	2,4	4,8	1,76	1840	2,64	1,00
G	77,7	47,3	376	66	2,8	4,8	2,42	1600	1,14	2,59
M	80,0	16,3	366	76	2,55	4,8	0,92	2600	1,53	1,50
N	80,0	18,6	366	76	2,4	4,8	1,55	2040	1,34	1,52

* A viscosidade de solução é medida a 0,975 por cento em peso de polímero (permitindo 2,5 por cento de cinza, baseada no peso de polímero, e corrigindo para voláteis).

[0047] Método de avaliação para deposição de óleo de sementes de girassol de formulações para lavar o corpo

[0048] O óleo de sementes de girassol é comumente usado como um agente umectante em formulações para lavar o corpo. O estudo sobre a deposição de óleo de sementes de girassol é feito em pele in vitro, obtenível comercialmente de IMS Inc., CT (EUA). O óleo de sementes de girassol é um triglicéride natural com diferentes comprimentos de cadeia carbônica. Deriva-se o óleo para formar ésteres de metila para análise por cromatografia gasosa. O ácido linoleico é o componente majoritário do óleo de sementes de girassol e usa-se como indicador. Mede-se o ácido linoleico por análise GC.

[0049] Uma dimensão fixa de pele in vitro (3 cm x 6 cm) é tratada com 0,15 grama de uma formulação para lavar o corpo. A formulação para lavar o corpo compreende 11 por cento de lauril éter sulfato de sódio, 4 por cento de cocoamidopropil betaína, 1,5 por cento de cloreto de sódio, 15 por cento de óleo de sementes de girassol e 0,5 por cento de um éter de celulose modificado cationicamente e água perfazendo um total de 100 por cento.

[0050] Para avaliar a deposição de óleo de sementes de girassol, a pele in vitro é tratada por 30 segundos com a formulação para lavar o corpo seguido por 15 segundos de enxágüe com água numa taxa de fluxo de 1 litro/minuto tendo uma temperatura de 28 a 32°C. Seca-se a pele in vitro em ar. O óleo de sementes de girassol depositado sobre a pele in vitro é extraído com heptano. Contata-se o extrato com uma solução 2 molar de hidróxido de potássio em metanol. A amostra resultante é analisada por cromatografia gasosa. A deposição de óleo de sementes de girassol é medida em ppm

(partes por milhão), baseada no peso do extrato base heptano.

Tabela 2

Deposição de óleo de sementes de girassol

Exemplo (comparativo)	Viscosidade a 1%	% de nitrogênio	SSO* (ppm)
A	4100	0,54	2,8
B	4100	0,80	15,5
C	2740	0,96	18,5
D	2640	1,07	25,6
1	3000	1,16	27,0
2	2340	1,22	28,3
3	2220	1,31	26,0
E	1720	1,53	18,2
F	1840	1,76	13,5
G	1600	2,42	7,1
Exemplo comparativo	Viscosidade a 2%	% de nitrogênio	SSO* (ppm)
I (LR 400)	300-500	0,8-1,1	0,8
J (JR 400)	300-500	1,5-2,2	1,8
Exemplo comparativo	Viscosidade a 2%	% de nitrogênio	SSO* (ppm)
K (LR 30 M)	1.250-2.250	0,8-1,1	5,3
L (JR 30 M)	1.250-2.250	1,5-2,2	10,9

* Deposição de óleo de sementes de girassol

[0051] A Tabela 2 mostra que as composições para cuidado pessoal da presente invenção, tais como formulações para lavar o corpo, exibem uma deposição de óleo de sementes de girassol melhorada.

[0052] Método de avaliação para capacidade de pentear cabelos úmidos

[0053] O trabalho de pentear cabelos úmidos (WCW) é medido usando o elemento de carga de um analisador de tração Instron quando um pente livra-se de uma trança úmida de cabelos brancos isolados europeus obtível de International Hair Importers and Products Inc. Calcula-se a capacidade de pentear cabelos úmidos de uma formulação de xampu como segue em termos do trabalho de pentear cabelos úmidos (WCWD),

porcentagem de redução de trança de cabelos tratada com uma formulação de xampu compreendendo um derivado de éter de celulose listado nos Exemplos Comparativos D, F, M, N e Exemplos 2-4 na Tabela 3 abaixo, comparado com uma trança de cabelos tratada com uma formulação de controle compreendendo os mesmos ingredientes da formulação de xampu mas sem nenhum éter de celulose, silicone, e di-estearato de etileno glicol (EGDS).

$$\% \text{ de redução de WCWD} = [\text{WCWD}_{\text{controle}} - \text{WCWD}_{\text{com xampu}} / \text{WCWD}_{\text{controle}}] \times 100$$

[0054] onde controle significa que a trança de cabelos é tratada pela formulação de controle compreendendo os mesmos ingredientes da formulação de xampu mas sem nenhum éter de celulose, silicone, e di-estearato de etileno glicol (EGDS), e com xampu significa que a trança de cabelos é tratada pela formulação de xampu compreendendo um éter de celulose modificado cationicamente listada na Tabela 3 abaixo. A formulação de xampu compreende: (a) 0,25 por cento de um éter de celulose modificado cationicamente dos Exemplos Comparativos D, F, M, N ou dos Exemplos 2-4, respectivamente; (b) 1 por cento de um polidimetilsiloxano, obtenível comercialmente de Dow Corning como Emulsão 1664; (c) 15,5% de laureto-2-sulfato de sódio (SLES); (d) 2,6% de cocoanfodiacetato dissódico (DSCADA); (e) 2% de di-estearato de etileno glicol (EGDS); (f) 2,2% de ácido cítrico (solução a 10%); (g) 0,4% de hidantoína DMDM (GLYDANT® obtenível de Lonza Inc.); e o restante sendo água.

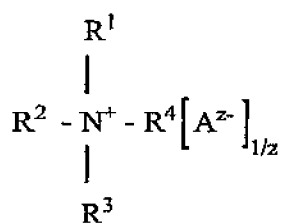
Tabela 3: Capacidade de pentear

Exemplo (comparativo)	Viscosidade a 1%	% de nitrogênio	Redução de WCWD (%)
M	2600	0,92	58
D	2640	1,07	57
2	2340	1,22	70
3	2220	1,31	77
4	2160	1,43	65
N	2040	1,55	48
F	1840	1,76	35

[0055] A Tabela 3 mostra que composições para cuidado pessoal da presente invenção, tais como formulações de xampu, exibem propriedades condicionadoras melhores, especificamente redução maior no trabalho de pentear cabelos úmidos após os cabelos terem sido tratados com xampu e depois enxaguados com água que as formulações de xampu comparativas compreendendo éteres de celulose modificados cationicamente que compreendem menos que 1,15 ou mais que 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição para cuidado pessoal, caracterizada pelo fato de compreender um éter de celulose modificado cationicamente, na qual o éter de celulose compreende de 0,5 a 4 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose e o éter de celulose ainda é substituído com um substituinte catiônico da Fórmula I



(I)

na qual cada R^1 , R^2 e R^3 são, independentemente, CH_3 ou C_2H_5 , R^4 é $\text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-}$ ou $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-}$, A^{z-} é um ânion, e z é 1, 2 ou 3, e o éter de celulose compreende de 1,15 a 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose, sendo que o éter de celulose modificado cationicamente tem de 6.000 a 15.000 unidades de repetição anidroglicose.

2. Composição para cuidado pessoal, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender hidroxietil celulose modificada cationicamente.

3. Composição para cuidado pessoal, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizada pelo fato de no substituinte catiônico da Fórmula I R^1 , R^2 e R^3 serem CH_3 , R^4 ser $\text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-}$, A^{z-} ser um íon haleto e z ser 1.

4. Composição para cuidado pessoal, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de o éter de celulose modificado cationicamente ter de 7.000 a 10.000 unidades de repetição anidroglicose.

5. Composição para cuidado pessoal, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizada pelo fato de estar na forma de uma composição para higiene da pele ou dos cabelos.

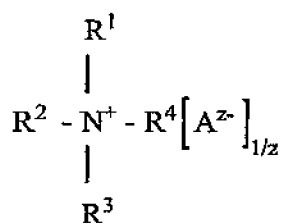
6. Composição para cuidado pessoal, de acordo com a reivindicação 5, caracterizada pelo fato de estar na forma de uma composição para limpeza da pele ou para limpeza de cabelos.

7. Composição para cuidado pessoal, de acordo com a reivindicação 6, caracterizada pelo fato de compreender o éter de celulose modificado cationicamente e um ingrediente ativo insolúvel em água.

8. Composição para cuidado pessoal, de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato de o ingrediente ativo insolúvel em água ser um óleo de silicone, vaselina ou um óleo vegetal.

9. Composição para cuidado pessoal, de acordo com a reivindicação 8, caracterizada pelo fato de o óleo vegetal ser óleo de sementes de girassol ou óleo de soja.

10. Éter de celulose modificado cationicamente, caracterizado pelo fato de o éter de celulose compreender de 0,5 a 4 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose, o éter de celulose ser ainda substituído com um substituinte catiônico da Fórmula I



(I)

na qual cada R^1 , R^2 e R^3 são, independentemente, CH_3 ou C_2H_5 ,

R^4 é $\text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-}$ ou $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-}$, A^{z-} é um ânion, e z é 1, 2 ou 3, e o éter de celulose compreende de 1,15 a 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose, e de 6.000 a 15.000 unidades de repetição anidroglicose.

11. Éter de celulose, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de ser hidroxietil celulose modificada cationicamente.

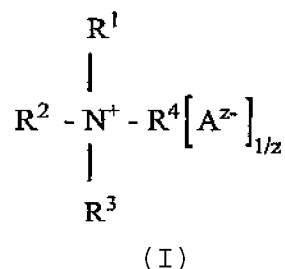
12. Éter de celulose, de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 ou 11, caracterizado pelo fato de no substituinte catiônico da Fórmula I R^1 , R^2 e R^3 serem CH_3 , R^4 ser $\text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-}$, A^{z-} ser um íon haleto e z ser 1.

13. Éter de celulose, de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 12, caracterizado pelo fato de compreender de 7.000 a 10.000 unidades de repetição anidroglicose.

RESUMO

"COMPOSIÇÃO PARA CUIDADO PESSOAL E ÉTER DE CELULOSE MODIFICADO CATIONICAMENTE"

Composição para cuidado pessoal compreendendo um éter de celulose modificado cationicamente, na qual o éter de celulose compreende de 0,5 a 4 mols de um substituinte de éter por mol de unidades de repetição anidroglicose e o éter de celulose ainda é substituído com um substituinte catiônico da Fórmula I



na qual cada R^1 , R^2 e R^3 são, independentemente, CH_3 ou C_2H_5 , R^4 é $\text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-}$ ou $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-}$, A^{z-} é um ânion, e z é 1, 2 ou 3, e o éter de celulose compreende de 1,15 a 1,44 por cento de nitrogênio catiônico, baseado no peso total do éter de celulose.

Os éteres de celulose modificados cationicamente que compreendem de 6.000 a 15.000 unidades de repetição anidroglicose são novos.