República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0718674-6 A2

* B R P I 0 7 1 8 6 7 4 A 2 *

(22) Data de Depósito: 02/11/2007
(43) Data da Publicação: 26/11/2013
(RPI 2238)

(51) Int.Cl.:
A61K 8/19
A61K 8/28
A61K 8/29
A61K 8/73
A61Q 5/12

(54) Título: POLÍMEROS DE POLIGALACTONANA TRATADOS COM SAL OU QUELANTE DE METAL NÃO-BORATO DISPERSÍVEL PARA USO EM APLICAÇÕES DE TRATAMENTO PESSOAL E TRATAMENTO DOMÉSTICO

(57) Resumo:

(30) Prioridade Unionista: 03/11/2006 US 60/856,486

(73) Titular(es): Hercules Incorporated

(72) Inventor(es): Gijsbert Kroon, Paquita Erazo-Majewicz, Thomas G. Majewicz

(74) Procurador(es): Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT US2007023157 de 02/11/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/076178de 26/06/2008

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"POLÍMEROS DE POLIGALACTOMANANA TRATADOS COM SAL OU QUELANTE DE METAL NÃO-BORATO DISPERSÍVEL PARA USO EM APLICAÇÕES DE TRATAMENTO PESSOAL E TRATAMENTO DOMÉSTICO".**

Pedidos Relacionados

Este pedido reivindica os benefícios do Pedido Provisório U.S. Nº de série 60/856.486, depositado em 03 de novembro de 2006, que é aqui incorporado por referência na sua totalidade.

Campo da Invenção

A presente invenção refere-se às composições de poligalactomanana e mais particularmente composições de goma guar que, quando reticuladas com agentes de quelação orgânicos de titanato, formam partículas discretas de guar que são capazes de ser facilmente dispersas em água, o que permite o tratamento posterior do guar tal como lavagem. A guar e seus derivados são desejáveis para utilização em aplicações tais como produtos de tratamento pessoal ou tratamento doméstico, e assim por diante.

Antecedentes da Invenção

As poligalactomananas e seus derivados são utilizados em diversas aplicações tais como recuperação de óleo, produtos de tratamento pessoal, aplicações têxteis, aplicações em papel, aplicações de revestimento, aplicações alimentares, etc. As poligalactomananas e seus derivados são difíceis de dispersar em soluções aquosas, uma vez que tendem a formar partículas pegajosas que se agregam e aglomeram, tornando difícil a dissolução. Para melhorar a dissolução dos polímeros, agentes de reticulação, como bórax, são utilizados levando em conta a lavagem com água da poligalactomanana após a reação e a dispersibilidade melhorada da poligalactomanana em água.

Os agentes de reticulação baseados em sais de borato, sais de alumínio, sais de cobre, ferro, chumbo, cálcio e sódio foram descritos. Outros agentes de reticulação tais como sais metálicos com base em titânio e zircônio têm sido mencionados, sem definição clara do método ou procedimento para o seu uso.

Existe uma preocupação com os perigos do boro em alguns produtos de consumo, e existe uma necessidade de agentes de reticulação alternativos para uso na purificação e manipulação de polímeros de poligalactomanana e seus derivados.

Nas aplicações de tratamento pessoal, tais como no tratamento de cabelo e cuidados da pele, e em aplicações domésticas, tais como aplicações de tratamento do tecido, há um desejo de depositar um revestimento livre de boro no substrato, que reduza a energia necessária para mover um pente através do cabelo no estado úmido ou seco ou forneça uma sensação sedosa e macia à pele ou ao tecido. Este revestimento também pode atuar para melhorar a retenção de brilho e umidade do cabelo e da pele, assim como a sua maneabilidade e tato.

Sumário da Invenção

Em um primeiro aspecto, a presente invenção refere-se a um processo para produzir uma poligalactomanana. A poligalactomanana é produzida em um processo que compreende as etapas da obter uma poligalactomanana e depois colocar em contato a poligalactomanana com uma quantidade eficaz de um sal ou quelante de metal não-borato para produzir uma partícula de poligalactomanana reticulada. O sal ou quelante de metal não-borato preferido compreende um sal metálico com base em titânio ou zircônio. A partícula de poligalactomanana reticulada é depois dispersa em água tendo um pH na faixa de abaixo de cerca de 12 a cerca de 7 e lavada na água para remover as impurezas da partícula de poligalactomanana reticulada.

Em um segundo aspecto, a presente invenção é direcionada a uma composição de tratamento pessoal ou tratamento doméstico que compreende um polímero de poligalactomanana reticulado com sal ou quelante de metal não-borato e derivados, especialmente substituintes catiônicos contendo poligalactomanana reticulada com titânio e zircônio. Esta poligalactomanana com baixo teor de impurezas é de utilidade em várias aplicações tais como produtos de tratamento pessoa e tratamento doméstico. A poligalactomanana de baixo teor de impurezas é de utilidade particular nas aplica-

ções onde o uso de compostos contendo boro deve ser reduzido ou eliminado.

Descrição Detalhada da Invenção

Na presente invenção, foi observado que o tratamento da mistura de reação de poligalactomanana catiônica com sais de titânio em uma relação entre cerca de 0,001 a 0,025 em peso de titânio/em peso de polímero de galactomanano leva a uma poligalactomanana dispersível em água que permanece como um particulado discreto que não se aglomera em um gel. Outros quelantes, tais como sais de zircônio, são esperados para fornecer um resultado similar como os sais de titânio. A partícula de poligalactomanana reticulara resultante é facilmente lavada em água e facilmente dispersível em água.

Este pedido é de utilidade como um auxiliar de processamento para galactomananos. As poligalactomananas são polissacarídeos compostos principalmente de unidades de galactose e manose e são geralmente encontradas no endosperma das sementes de leguminosas tais como guar, alfarroba, espinheiro da virgínia, árvore da paixão, e outras mais. As poligalactomananas podem ser utilizadas em sua forma natural ou podem ser substituídas com um ou mais grupos funcionais (por exemplo, grupo carboximetila). A poligalactomanana mais comumente utilizada é guar. A guar pode ser não derivada de guars, assim como derivada de guars tais como guar catiônica, guar aniônica, guar hidrofóbica e guar de hidroxialquila.

Uma vantagem do uso de quelantes de titanato sobre os sais de borato é que os sais de borato desassociam com água em um pH mais elevado do que os quelantes de titanato. Isto resulta na formação de partículas de gel intumescidas ou uma massa de gel em um pH mais elevado. Ao permitir a poligalactomanana de permanecer como uma partícula discreta em valores de pH mais baixos, a lavagem da poligalactomanana sobre uma maior faixa de pH pode ser realizada e desse modo permitir a remoção das impurezas que não seriam removidas nas faixas de pH mais elevadas, tais como as espécies alcalinas. Estas impurezas podem reduzir a claridade das soluções aquosas da poligalactomanana ou ser prejudicial se permitidas

permanecer com a galactomanano em certas aplicações de uso final, tais como tratamento pessoal.

Além disso, foi observado que os quelantes de metal, ou especialmente poligalactomananas catiônicas tratadas com quelantes de titânio, funcionam bem como agentes condicionantes e agentes espessantes em composições de tratamento pessoal.

De acordo com a presente invenção, a poligalactomanana catiônica, aniônica, de hidroxalquila ou hidrofóbica ou seus derivados, geralmente possui um grau de substituição do limite inferior de substituição (DS) de cerca de 0,001 e um limite superior de cerca de 3,0. Preferivelmente, o limite inferior da DS catiônica, aniônica, de hidroxialquila ou hidrofóbica é 0,01, e mais preferivelmente 0,05. Preferivelmente, o limite superior da DS catiônica é 3,0, mais preferivelmente 1,0, e ainda mais preferivelmente 0,25. A poligalactomanana catiônica ou seu derivado da presente invenção geralmente possui um peso molecular médio ponderado (Mw), com um limite inferior de cerca de 50.000 e um limite superior de cerca de 5.000.000 preferivelmente, o limite inferior do peso molecular é 300.000, e mais preferivelmente 400.000. Preferivelmente, o limite superior do peso molecular é de 1.500.000, mais preferivelmente 1.000.000.

A funcionalidade catiônica da poligalactomanana ou poligalactomanana derivada pode ser adicionada à cadeia principal por métodos conhecidos. Por exemplo, o material de poligalactomanana pode ser reagido por um tempo suficiente e em uma temperatura suficiente com reagentes de alquilação de amino terciário ou amônio quaternário, tais como cloreto de 2-dialquilaminoetila e compostos de amônio quaternário tais como cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio, e cloreto de 2,3-epóxipropiltrimetilamônio. Os exemplos selecionados incluem sais de glicidiltrialquilamônio e sais de 3-halo-2-hidroxipropiltrialquilamônio tais como cloreto glicidiltrimetilamônio, cloreto de glicidiltrietilamônio, cloreto de glicidiltripropilamônio, cloreto de glicidiletildimetilamônio, cloreto de glicidildietilmetilamônio, e seus brometos e iodetos correspondentes; cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrietilamônio, clo-

reto de 3-cloro-2-hidroxipropiltripropilamônio, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiletildimetilamônio, e seus brometos e iodetos correspondentes; e compostos de amônio quaternário tais como haletos de compostos contendo de anel de imidazolina.

A poligalactomanana catiônica também pode conter outros grupos substituintes tais como substituintes não-iônicos, isto é, hidroxialquila em que a alquila representa um componente de hidrocarboneto reto ou ramificado tendo de 1 a 30 átomos de carbono (por exemplo, hidroxietila, hidroxipropila, hidroxibutila) ou substituintes aniônicos, tais como grupos de carboximetila são opcionais. Estes substituintes opcionais estão ligados ao polímero de poligalactomanana pela reação com reagentes tais como (1) óxidos de alquileno (por exemplo, óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno) para obter grupos de hidroxietila, grupos de hidroxipropila, ou grupos de hidroxibutila, ou com (2) ácido clorometil acético para obter um grupo de carboximetila. O processo para a preparação de poligalactomanana derivada é bem conhecido na técnica. A poligalactomanana catiônica também pode conter uma mistura de um ou mais outros grupos substituintes tais como os substituintes não-iônicos, aniônicos e catiônicos.

Os polímeros de poligalactomanana catiônicos ou seus derivados, úteis na invenção, podem ser tratados com vários reagentes conhecidos, tais como oxidantes (1) cáusticos (2), ácidos, (3) bioquímicos, tais como galactose oxidase, (4) oxidantes químicos, tais como peróxido de hidrogênio, (5) um método físico usando agitação em alta velocidade e máquinas de cisalhamento, (6) métodos térmicos, (7) reagentes enzimáticos, e (8) misturas destes reagentes e métodos. Os reagentes tais como metabissulfito de sódio ou sais inorgânicos de bissulfito, também podem ser opcionalmente incluídos.

O uso final preferido dos polímeros de poligalactomanana catiônicos tratados com quelante de metal orgânico da invenção é como uma componente nas composições de tratamento pessoa e composições de tratamento doméstico, onde a composição de tratamento pessoal compreende uma poligalactomanana catiônica tratada com quelante de titânio orgânico e

um ingrediente de tratamento pessoa. O ingrediente de tratamento pessoal inclui, mas não são limitados a eles, ingredientes ativos, tais como, por exemplo, analgésicos, anestésicos, agentes antibióticos, agentes antifúngicos, agentes antissépticos, agentes anticaspa, agentes antibacterianos, vitaminas, hormônios, agentes antidiarréia, corticosteróides, agentes anti-inflamatórios, vasodilatadores, agentes cerolíticos, composições para olho seco, agentes de cicatrização de feridas, agentes anti-infecciosos, assim como solventes, diluentes, adjuvantes e outros ingredientes tais como água, álcool etílico, álcool isopropílico, propileno glicol, álcoois superiores, glicerina, sorbitol, óleo mineral, conservantes, tensoativos, propulsores, perfumes, óleos essenciais, e agentes de viscosidade.

De acordo com a presente invenção, o ingrediente de tratamento pessoal deve fornecer algum benefício para o corpo do usuário. As composições de tratamento pessoal incluem composições de tratamento de cabelo, cuidados com a pele, proteção solar e higiene bucal. exemplos de substâncias que podem ser adequadamente incluídas, mas não se limitando a eles, nos produtos de tratamento pessoal de acordo com a presente invenção são como se segue:

1) perfumes, que dão origem a uma resposta olfativa na forma de uma fragrância e perfumes desodorantes que além de fornecer uma resposta de fragrância também pode reduzir o mal cheiro do corpo;

2) refrescantes de pele, tais como o mentol, acetato de mentila, mentil pirrolidona carboxilato N-etil-p-mentano-3-carboxamida e outros derivados de mentol, que dão origem a uma resposta tátil na forma de uma sensação refrescante sobre a pele;

3) emolientes, tais como isopropilmiristato, materiais de silicone, óleos minerais e óleos vegetais que dão origem a uma resposta tátil na forma de um aumento na lubricidade da pele;

4) desodorantes diferente de perfumes, cuja função é reduzir o nível ou eliminar a microflora na superfície da pele, especialmente aquelas responsáveis pelo desenvolvimento do mal cheiro do corpo. Os precursores de desodorantes diferentes de perfumes também podem ser utilizados;

5) ativos antiperspirantes, cuja função é reduzir ou eliminar o aparecimento de suor na superfície da pele;

6) agentes umectantes, que mantêm a umidade da pele mediante a adição de umidade ou prevenção da evaporação da pele;

7) agentes de limpeza, que removem a sujeira e óleo da pele;

8) ingredientes ativos de proteção solar, que protegem a pele e o cabelo dos raios de luz UV e outros nocivos do sol. De acordo com esta invenção uma quantidade terapeuticamente eficaz normalmente será de 0,01 a 10 % em peso, preferivelmente de 0,1 a 5 % em peso da composição;

9) agentes de tratamento do cabelo, que condiciona o cabelo, limpa o cabelo, desembaraça o cabelo, atua como agente de mota, agentes de volume e brilho, agente de retenção da cor, agente anticaspa, promotores de crescimento do cabelo, tinturas e pigmentos de cabelo, perfumes de cabelo, relaxantes de cabelo, agente de branqueamento de cabelo, umectante de cabelo, agente de tratamento de cabelo oleoso e agente anti-ondulação;

10) agentes de higiene bucal, tais como dentifrícios e antissépticos bucais, que limpa, embranquecem, desodorizam e protegem os dentes e gengivas;

11) adesivos de dentadura que fornecem propriedades de aderência para dentaduras;

12) produtos de barbear, tais como cremes, géis e loções e tiras lubrificantes de lâmina de barbear;

13) produtos de papel tecido, tais como tecidos umectantes ou de limpeza;

14) auxiliares de beleza, tais como pós de base, batons e tratamento para os olhos;

15) produtos têxteis, tais como lenços umectantes e de limpeza; e

16) pigmentos e tinturas que transmitem cor aos cabelos, pele, ou substrato têxtil.

De acordo com a presente invenção, o ingrediente de tratamento doméstico deve fornecer algum benefício para o usuário. exemplos de subs-

tâncias que podem ser adequadamente incluídas, mas não se limitando a eles, de acordo com a presente invenção, são os seguintes:

1) perfumes, que dão origem a uma resposta olfativa na forma de uma fragrância e perfumes desodorantes que além de fornecer uma resposta de fragrância também podem reduzir o odor;

2) agente repelente de inseto cuja função é reter os insetos de uma área particular ou que atacam a pele;

3) agente gerador de bolhas, tal como o tensoativo que gera espuma ou escuma;

4) desodorante ou inseticidas de animal de estimação, tais como piretrinas que reduzem o odor do animal de estimação;

5) agentes e ativos de xampu de animal de estimação, cuja função é remover sujeira, material estranho e germes das superfícies da pele e cabelo;

6) barra de qualidade industrial, gel de banho de chuveiro, e ativos de sabão líquido que removem germes, sujeira, graxa e óleo da pele, sanifica a pele, e condiciona a pele;

7) todos os agentes de limpeza propostos, que removem a sujeira, óleo e graxa, germes da superfície em áreas tais como cozinha, banheiro e instalações públicas;

8) ingredientes desinfetantes que matam ou impedem o crescimento de germes em uma casa ou uma instalação pública;

9) ativos de limpeza de tapete e tapeçaria que levantam e removem as partículas de sujeira e corpos estranhos das superfícies e também liberam amaciante e perfumes;

10) ativo amaciante de roupa, que reduz a estática e torna o tecido mais macio ao toque;

11) ingredientes detergentes de lavagem de roupa que removem a sujeira, óleo, graxa, manchas e mata germes;

12) ingredientes detergentes ou amaciantes de tecido de lavagem de roupa que reduzem a perda de cor durante o ciclo de lavagem, enxágue e secagem do tratamento de tecido;

13) detergentes para máquina de lavar pratos que removem manchas, alimentos, germes;

14) agentes de limpeza de cubas de instalações sanitárias, que removem manchas, mata germes e desodoriza;

15) ativos de pré-remoção de manchas para lavagem de roupas que ajuda na eliminação de manchas das roupas;

16) agente de engomagem de tecido que reforça a aparência do tecido;

17) ativos de limpeza de veículo que removem a sujeira, graxa, etc dos veículos e equipamentos;

18) agente librificante que reduz a fricção entre as peças; e

19) produtos têxteis, tais como lenços de espanar ou desinfetar.

A lista acima de ingredientes ativos de tratamento pessoa e tratamento doméstico são apenas exemplos e não uma lista completa dos ingredientes ativos que podem ser utilizados. Outros ingredientes que são utilizados nestes tipos de produtos são bem conhecidos na indústria. Além dos ingredientes acima convencionalmente utilizados, a composição de acordo com a presente invenção pode opcionalmente também incluir, mas não são limitados a eles, ingredientes tais como um colorante, conservante, antioxidante, suplementos nutricionais, ácido alfa ou beta hidróxi, intensificador de atividade, emulsificantes, polímeros funcionais, agentes de viscosidade (tais como sais, isto é, NaCl, NH_4Cl & KCl, polímeros solúveis em água, isto é, hidroxietilcelulose, hidroxipropilmetilcelulose, e álcoois graxos, isto é, álcool cetílico), álcoois tendo de 1 a 6 carbonos, gorduras ou compostos gordurosos, compostos antimicrobianos, piritiona de zinco, material de silicone, polímero de hidrocarboneto, emolientes, óleos, tensioativos, medicamentos, flavorizantes, fragrâncias, agentes de suspensão, e misturas destes.

De acordo com a presente invenção, os exemplos de polímeros funcionais que podem ser utilizados em misturas com a poligalactomanana tratada com quelante orgânico de metal ou seus derivados desta invenção incluem polímeros solúveis em água tais como homopolímeros de ácido acrílico tais como o produto Carbopol® e copolímeros de ácido acrílico aniônicos

e anfotéricos, homopolímeros de vinilpirrolidona e copolímeros de vinilpirrolidona catiônicos; polímeros celulósicos não-iônicos, catiônicos, aniônicos e anfotéricos tais como hidroxietilcelulose, hidroxipropilcelulose, carboximetilcelulose, hidroxipropilmetilcelulose, hidroxietilcelulose catiônica, carboximetilidroxietilcelulose catiônica, e hidroxipropilcelulose catiônica; homopolímeros de acrilamida e copolímeros de acrilamida catiônicos, anfotéricos e hidrofóbicos, polímeros e copolímeros de polietileno glicol, poliéteres hidrofóbicos, polieteracetais hidrofóbicos, polieteruretanos hidrofobicamente modificados e outros polímeros referidos como polímeros associativos, polímeros celulósicos hidrofóbicos, copolímeros de óxido polietilenoóxido-propileno, e polissacarídeos não-iônicos, aniônicos, hidrofóbicos, anfotéricos e catiônicos tais como xantana, quitosana, algínato e goma arábica.

De acordo com a invenção, os materiais de silicone que podem ser utilizados são poliorganossiloxanos que podem estar na forma de polímeros, oligômeros, óleos, ceras, resinas, gomas ou copolióis de poliorganossiloxano poliéter, amodimeticonas, materiais de polidimetilsiloxano catiônicos e qualquer outro material de silicone que seja usado nas composições de tratamento pessoal ou tratamento doméstico.

Em uma modalidade, a composição de tratamento de cabelo ou pele da presente invenção é um sistema aquoso compreendendo água e o polímero da invenção. Em uma modalidade, a composição de tratamento de cabelo ou pele da presente invenção contém um ou mais compostos tensoativos, incluindo tensoativos anfotéricos, tensoativos catiônicos, tensoativos aniônicos, tensoativos não-iônicos, tensoativos zwitteriônicos, e suas combinações.

Foi observado que as poligalactomananas catiônicas tratadas por quelante orgânico de titânio podem depositar com alta eficácia sobre o cabelo/pele e podem transmitir grandes benefícios de condicionamento para os substratos de queratina debatidos.

Tais polímeros concedem outros benefícios no tratamento de cabelo, loções corporais e protetores solares devido à formação de película hidrofóbica sobre os substratos de queratina que atuaria como barreira entre

estas superfícies e a atmosfera circundante.

Os polímeros da presente invenção podem ser úteis como agentes condicionadores em xampus 2 em 1, loções corporais, protetores solares, antifrisamento e tratamento de cabelo. Os polímeros desta invenção também podem ser usados para melhorar o volume de cabelo, maneabilidade, reparação do cabelo, ou manutenção da cor, umectação da pele e retenção da umidade, retenção de fragrância, longevidade de proteção solar sobre o cabelo, a pele e tecidos, intensificação do sabor e desempenho antimicrobiano em aplicações de higiene bucal, e melhorar a resistência à abrasão e estabilidade da cor em aplicações de tratamento doméstico.

As medições da capacidade de pentear o cabelo úmido e seco são métodos de teste típicos utilizados para medir o desempenho condicionante nas aplicações de xampu e condicionador. Nas aplicações de tratamento da pele, a lubricidade da pele ou fricção reduzida ou sensação suave da pele, transmissão de vapor de água reduzida e a elasticidade da pele melhorada são métodos de teste utilizados para medir o condicionamento da pele. Em formulações de produto de limpeza doméstica com base em tensoativo onde o desempenho de condicionamento é desejado, tais como detergentes de louça, amaciantes de tecido e produtos antiestáticos, condicionamento refere-se a transmitir uma sensação suave ao tecido e eliminar os efeitos estáticos, eliminando a quebra da fibra do tecido ou deformação conhecida como desfiadura. Conceder propriedades de retenção da cor aos tecidos também é importante e pode ser medido.

Os seguintes exemplos demonstram a reticulação da guar catiônica com quelantes de titânio orgânicos (titanatos orgânicos Tyzor®LA, fornecidos pela E.I. du Pont de Nemours and Company) e seu uso em composições de tratamento pessoal. Além disso, verificou-se que as poligalactomananas catiônicas tratadas com quelante orgânico de titânio funcionam bem como agentes condicionadores e agentes espessantes em composições de tratamento pessoal.

Os exemplos são meramente apresentados para propósitos ilustrativos, todas as partes e porcentagens sendo em peso, a não ser que de

outra maneira indicada. Deve ficar entendido que outras modificações da presente invenção podem ser feitas pelos artífices versados na indústria relacionada sem divergir do espírito escopo da invenção.

exemplos de 1 a 6

Preparação de Guar Catiônica

A guar catiônica foi preparada por procedimentos conhecidos, sem o uso de um agente de reticulação.

Lascas de guar (750 g) e água (450 g) foram misturadas em um reator agitado sob nitrogênio. O reator foi pressurizado com nitrogênio e ventilado para remover o oxigênio. A reação foi conduzida em uma temperatura entre 30 a 50 °C, após a adição de cloreto de 3-cloro-2hidroxipropiltrimetilamônio (288 g), seguido por 250 gramas de hidróxido de sódio a 25 %. A reação foi esfriada para a temperatura ambiente. O produto de reação é mostrado no exemplo 1, e utilizado para experiências de reticulação nos exemplos de 3 a 7 na tabela 1.

Uma reação similar foi conduzida com a adição de tetraidrato borato de sódio para reticular a guar catiônica. Este produto de reação é mostrado no exemplo 2.

Reticulação de Titânio

O produto de reação de guar catiônica não purificada foi colocado em um recipiente e a quantidade especificada de titanatos orgânicos Tyzol®LA, diluída com água nos exemplos 3, 4, 5, 6, é adicionada às lascas enquanto se mistura com um misturador manual durante dois minutos. A reação foi conduzida na temperatura ambiente. Para os exemplos 4 e 6, uma solução diluída de ácido acético glacial foi adicionada às lascas usando o mesmo procedimento de mistura, antes da adição dos titanatos orgânicos Tyzor® LA, solução.

Para o exemplo 7, o produto de reação de guar catiônica foi colocado em um misturador ABBE, com a velocidade de rotação fixada em 2 (85 rpm). O sistema foi evacuado para 10 em HG e pressurizado com nitrogênio em 0,1 mPa (10 psi), seguido por um controle de 2 minutos. Este procedimento foi repetido 5 vezes. Após a ventilação, 31,9 gramas de Tyzor LA

(50 % ativo, E.I Du Pont de Nemours, Wilmington, DE) em 369 gramas de água foram adicionados aos sólidos de guar catiônica (pH 11,5) durante 30 minutos, evacuação e pressurização com nitrogênio após cada 50 ml de adição. A temperatura foi mantida em 18 a 22 °C. Após a adição final de Tyzor, a mistura foi mentida em 22 °C e misturada por 30 minutos, sob pressão de nitrogênio de 10 psi. A agitação foi interrompida e o produto recuperado.

Procedimento de Lavagem

Um peso medido do polímero reticulado ou não reticulado foi colocado em um frasco de vidro de 8 onças e água destilada foi adicionada conforme especificado para a lavagem 1 na tabela 1. Após 30 a 40 minutos, a camada superior de água foi decantada das lascas e medida. Uma segunda lavagem foi realizada utilizando a quantidade especificada de água na tabela 1, e a pasta fluida permaneceu na temperatura ambiente durante 24 horas.

Se uma camada superior de água estava presente, foi decantada e medida como Lavagem 3 recuperada. Note-se que houve uma quantidade significativa de água decantada a partir da segunda lavagem do exemplo 2 (controle de reticulação de borato), exemplos 5 e 6 (reticulação de titanato). A forma do polímero nos exemplos 2, 5 e 6 era como particulados discretos após a Lavagem 2, indicando que reticulação suficiente tinha ocorrido para evitar o intumescimento do polímero durante a etapa de lavagem. O polímero no exemplo 1 (sem controle de reticulador) formou um tampão de gel contínuo após a Lavagem 2, quando nenhum reticulador estava presente, e o polímero foi se dissolvendo na água de lavagem. Nos exemplos 3 e 4, o polímero estava presente tal como intumescido, mas partículas discretas de gel após a lavagem 2, indicando que alguma tinha ocorrida, mas uma quantidade insuficiente para evitar o intumescimento do polímero durante a etapa de lavagem.

A ressuspensão das fases poliméricas nos exemplos de 1 a 6 em uma terceira etapa de lavagem demonstra que a reticulação ocorreu nos exemplos de 2 a 6, com a recuperação de uma fase aquosa decantada e isolamento da fase polimérica reticulada. O exemplo 1 (sem controle de reti-

culador) produziu um gel intumescido que continuou a intumescer com uma outra adição de água.

Para o exemplo 7, o produto (660 partes em peso) foi misturado com 3300 partes em peso de água durante 30 a 40 minutos usando um agitador mecânico. O produto depois sedimentou no fundo do béquer, e a fase líquida foi decantada. O produto sólido foi secado 72 h em uma coifa, com uma corrente de ar, para um teor de sólidos de 87 %. O produto foi esfriado com gelo seco, depois triturado através de uma tela de 0,5 mm depois uma de 0,2 mm em um secador de leito fluidificado. Este produto foi então usado para preparar o xampu condicionador do exemplo 8 e lavagem corporal do exemplo 10, nas Tabelas 2 e 3, respectivamente.

Estes exemplos demonstram a preparação de uma poligalactomanana dispersível em água no tratamento com quantidades suficientes de reticuladores de titânio.

Tabela 1. reticulação de guar catiônica

Exemplo	1	2	3	4	5	6	7
	nenhum controle de reticulação	controle de borato					
Guar catiônico (DS0.13; XA1232-62)			47.08	25	25	25	399.08
Cationic guarfDS0.13: 56% water)			107	56.8181818	56.8181882	56.8181882	907
Tyzor LA (50%) ativo			0.4708	0.25	3.75	3.75	15.9632
boro/guar em peso	0	0.003					
titânio em peso/guar em peso	0	0	0.001598639	0.00159864	0.023979592	0.023979592	0.006394558
gramas de solução de Tyzor a 50 %			0.9416	0.5	7.5	7,5	31.9264
gramas de água para diluir Tyzol			50	27			400
gramas de ácido acético glacial				0.B7		0.87	31.9264

Tabela 1. reticulação de guar catiônica							
Exemplo	1	2	3	4	5	6	7
	nenhum controle de reticulação	controle de borato					
gramas de água para diluir o ácido				23		23	368.073 6
rxn temp/C		34C	20C	20C	20C	20C	20C
pH			11.9	10.1	11.9	9.5	11.5
mols de Tyzol/mols de guar							
pH após rxn			11.2	9.57			
etapa de lavagem							
gramas de polímero	17.2	9.3	12.3	9	13.4	14.4	
lavagem 1	100 ml	100 ml	100 ml	100 mi	100ml	100ml	
lavagem 1 recuperada (30 minutos)	50ml	50ml	50ml	50ml	50ml	50ml	
lavagem 2	70	70	60	7D	90ml	90ml	
lavagem 2 recuperada	0 (gel intumescido)	70ml (particulados compactos)	0 particulados intumescidos	1 particulados intumescidos	70ml (particulados compactados)	70ml (particulados compactados)	
Lavagem 3	70ml	70ml	70mi	70ml	70ml	70ml	
Lavagem recuperada 3	0	70ml	50ml	50ml	70ml	70ml	
pH da lavagem 2	11.3	12	11.9	9.6			

Exemplo 8 e Exemplos Comparativos 9 e 10

Demonstração do Desempenho de Condicionamento dos Produtos da Invenção

O uso dos materiais de poligalactomanana catiônica da invenção do exemplo 7, em uma formulação de xampu condicionador, é demonstrado no exemplo 8, tabela 2, e contrasta com um xampu de controle comparativo contendo uma guar catiônica reticulada com borato do (exemplo 9) e um xampu não contendo nenhuma guar catiônica (exemplo 10).

Preparação de Xampu

As formulações de xampu condicionador na tabela 2 foram preparadas mediante a combinação de 77 partes em peso (partes em peso) da

composição de pré-mistura tensoativa mostrada na tabela 3, com 19 partes em peso de água desionizada, e 0,3 partes em peso do polímero da invenção usando um agitador mecânico superior Caframo com uma lâmina de dispersão, agitação em 600 rpm, e deixando a composição misturar durante 45 minutos em temperatura ambiente. Neste momento, 3 partes em peso de uma emulsão de silicone (Dow Corning 1784) foram adicionados à formulação, e a mistura foi mantido durante um adicional de 15 minutos. As composições de xampu foram mantidas na temperatura ambiente durante a noite, e a viscosidade de cada xampu foi medida utilizando um viscosímetro Brookfield LVT com um pequeno adaptador de amostra, rosca 31, na velocidade de rotação especifica.

Medições da Viscosidade do Xampu

Comparação da viscosidade do xampu para o exemplo 8, que contém o guar catiônico reticulado por glioxal da invenção, com o exemplo comparativo 10, que não contém nenhum polímero, demonstra o desempenho de viscosidade dos produtos da invenção. A viscosidade do xampu no exemplo 8 é similar à viscosidade do xampu contendo guar catiônica reticulada por borato no exemplo 9.

Os polissacarídeos catiônicos e outros polímeros foram usados amplamente nos produtos de tratamento pessoal, tratamento doméstico, industriais e institucionais para executar uma função no produto final, que vão desde o uso do polímero como geladores, aglutinantes, espessantes, estabilizantes, emulsionantes, dispersantes e auxiliares de deposição e portadores para intensificar a reologia, eficácia, deposição, estética e liberação dos ingredientes química e fisiologicamente ativos nas composições de tratamento pessoa, tratamento doméstico, institucionais e industriais. Dependendo da aplicação, o substrato ao qual o produto é aplicado pode ser a pele, cabelo, ou substratos têxteis.

Os polissacarídeos catiônicos são utilizados em produtos de tratamento de cabelo para fornecer condicionamento aos cabelos. Nos produtos de tratamento da pele, estes mesmos polímeros podem fornecer efeitos condicionadores para a pele. Quando incorporados em formulações deter-

gentes e amaciantes de tecido, estes mesmos polímeros podem fornecer características condicionadoras, amaciantes, anti-abrasivas e antiestáticas aos tecidos.

As medições da capacidade de pentear úmido e seco são métodos de teste típicos utilizados para medir o desempenho condicionador em aplicações de xampu e condicionador. O desempenho de pentear de cada formulação de xampu foi medido dentro de 24 horas da preparação de xampu, em dois cachos de cabelo Europeu virgens marrom médio (National Hair Importers, New Jersey) que tinham sido anteriormente tratados com uma solução de lauril sulfato de sódio (SLS), enxaguados e secados durante a noite em 23 °C e 50 % de umidade relativa.

Medições do Desempenho de Pentear

O desempenho de pentear foi medido mediante a aplicação da formulação de xampu em um cacho de cabelo molhado com água, em uma relação de 0,5 partes em peso de xampu/1 partes em peso de cacho de cabelo. O cacho foi amassado durante 60 segundo, depois enxaguado com água a 40 °C durante 30 segundos. Este processo foi repetido, depois o cacho de cabelo foi enxaguado com água desionizada e o excesso de água espremido do cacho de cabelo. O cacho de cabelo foi colocado sobre o mecanismo duplo de pentear e a força de pentear úmida medida 8 vezes em um Instron 5542 em uma velocidade de cruzeta de 12,5 cm/min o método de pente duplo, com pentes de bolso finos de borracha endurecida Ace, a 23 °C e 50 % de umidade relativa. Os cachos de cabelo foram depois deixados secar durante a noite a 23 °C e 50 % de umidade relativa, e a desempenho de pentear a seco foi medido utilizando o mesmo método duplo de pente. As energias de normalizadas do pentear na tabela 2 representam a energia/peso de pentear total do cacho de cabelo.

O desempenho de condicionamento dos produtos da invenção é demonstrado pelos resultados de energia em pentear a úmido e a seco significativamente reduzidos para o exemplo 8 em comparação com as energias de pentear mais elevadas para o xampu sem controle de polímero no exemplo 10. As energias de pentear para o exemplo 8 comparam bem com a

energia de pentear para o xampu contendo guar catiônico reticulado de borato no exemplo 9.

Tabela 2. Desempenho dos Polímeros de Galactomanana Catiônico Reticulado com Lactato de Titânio em Xampu Condicionador

Exemplo	7
tratamento	lactato de titânio
DS catiônico	0.14
% de umidade	7.8
viscosidade aquosa @ 1 % como recebida	2650

Exemplos de xampu de silicone com energia de pentear em cabelo Europeu marrom médio virgem

Exemplo	8	9 (exemplo comparativo)[1]	10 (exemplo comparativo sem polímero)
Viscosidade do xampu condicionador – pequeno adaptador de amostra	3285	6010(3rpm;pH5.8)	1421(12rpm)
Energia de pentear em umidade normalizada	1273	963	2340
Energia de pentear a seco normalizada	329	242	670

1. guar catiônico N-Hance® 3196, borato reticulado (Aquolon Division of Hercules Incorporated)

Tabela 3. Composição de Pré-mistura de Xampu

Ingrediente	Fabricante	partes em peso (partes em peso)
água desionizada		896
Stepanol AM	Stepan Company, Northfield, IL	1027
Steol CA-330	Stepan Company	310
Amphosol CA	Stepan Company	186
Glydant	Lonza Group LTD, Basel Switzerland	16.25
25 % em peso de cloreto de amônio (aq)		65

Exemplo 11 e Exemplo Comparativo 12

Demonstração de uso em Aplicação de Tratamento da Pele, Lavagem Corporal

O desempenho espessante dos produtos da invenção em uma formulação de lavagem corporal é demonstrado na tabela 4. As formulações de lavagem corporal foram preparadas pela adição de 0,3 partes em peso dos polímeros da invenção no exemplo 7 a 76 partes em peso da formulação de pré-mistura de lavagem corporal na tabela 5, e água (adicionada para levar o volume a 100). A mistura foi executada utilizando um agitador mecânico superior com uma lâmina de dispersão, durante 1 h. O pH da lavagem corporal era de 5,6.

O exemplo 11 de lavagem corporal contém o polímero da invenção do exemplo 7. A adição do polímero da invenção à formulação de lavagem corporal leva a viscosidade aumentada da lavagem corporal em relação à lavagem corporal de controle comparativa, não contendo nenhuma guar catiônica, no exemplo 12.

Tabela 4. Desempenho dos Produtos da Invenção em Formulação de Lavagem Corporal

Exemplo	11	12
Polímero	Ex.7	nenhum
Viscosidade/cps[1]	3080(6rpm)	1864

1. Brookfield LVT, spindle3, 12 rpm

Tabela 5. Formulação de Pré-mistura de Lavagem Corporal

Ingrediente	Fabricante	Partes em peso
Stepanol AM	Stepan Company, Northfietd, IL	697
Steol CA 330	Stepan Company	2500
Amphosoi CA	Stepan Company	500
Água desionizada		279
Glidante	Lonza Group LTD, Basel Switzerland	24.5

Além do uso de sais metálicos de não-borato como agentes de reticulação para polímeros de poligalactomanana e seus derivados, outros

agentes que formam um complexo de intumescível a água ou dispersível em água com os polímeros de poligalactomanana, também podem atuar para melhorar a capacidade de dispersão em água da poligalactomanana. Estes agentes incluem oligômeros ou polímeros contendo grupos de fosfato, sulfato, sulfonato, carboxilato ou carbonato, incluindo hexametafosfato poliestireno sulfonato de sódio, e proteínas tais como a caseína ou soro de leite que podem formar um complexo dispersível em água com polímeros de poligalactomanana catiônicos. Estes agentes também incluem agentes tensoativos aniônicos, catiônicos e anfotéricos tais como lauril sulfato de amônio, lauril sulfato de sódio, cloreto ou brometo de cetiltrimetilamônio, e betaína de cocamidopropila.

Além disso, outros reticuladores, tais como cloroformiato, reagentes de reticulação com base em siloxano, tais como trietoxissilano, glioxal e outros materiais de dialdeído, podem ser usados para reticular a poligalactomanana, tornando-a dispersível em água.

Os produtos reticulados dispersíveis em água descritos acima podem ser depois usados em aplicações tais como produtos de tratamento pessoal ou tratamento doméstico, onde eles podem ser dispersos e dissolvidos nas fases aquosas pelo ajuste apropriado do pH da solução ou pela adição de sais.

Embora a invenção tenha sido descrita com referência às modalidades preferidas, deve ficar entendido que variações e modificações na forma e seus detalhes podem ser feitas sem se afastar do espírito e escopo de invenção reivindicada. Tais variações e modificações devem ser consideradas dentro do campo de ação e escopo das reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição compreendendo, uma poligalctomanana tratada com sal ou quelante de metal não-borato, e um agente de ingrediente ativo, em que a composição é um produto de tratamento pessoal ou tratamento doméstico.

2. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a poligalactomanana tratada com sal ou quelante de metal não-borato compreende uma poligalctomanana catiônica tratada com sal ou quelante de metal não-borato.

3. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a poligalctomanana catiônica tratada com sal ou quelante de metal não-borato é um guar catiônico tratado com sal ou quelato de metal não-borato.

4. Composição de acordo com a reivindicação 3, em que a guar catiônica tratada com sal ou quelante de metal não-borato possui um grau de substituição de limite inferior de substituição (DS) de cerca de 0,001 e um limite superior de cerca de 3,0.

5. Composição de acordo com a reivindicação 3, em que a guar catiônica tratada com sal ou quelante de metal não-borato tem um peso molecular médio ponderado (Mw) com um limite inferior de cerca de 50.000 e um limite superior de cerca de 5.000.000.

6. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o sal ou quelante de metal não-borato compreende um sal metálico com base em titânio.

7. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o sal ou quelante de metal não-borato compreende um sal metálico com base em zircônio.

8. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a composição compreende uma composição de tratamento pessoal selecionado do grupo consistindo de composições de limpeza, condicionadores e produtos de estilo de cabelo.

9. Composição de acordo com a reivindicação 8, em que a composição de tratamento pessoal ainda compreende um ou mais compostos

tensoativos, selecionados de tensoativos anfotéricos, tensoativos catiônicos, tensoativos aniônicos, tensoativos não-iônicos, tensoativos zwitteriônicos, e suas combinações.

10. Composição de acordo com a reivindicação 9, em que ainda compreende um ou mais ingredientes adicionais selecionados do grupo consistindo em conservantes, espessantes, polímeros funcionais, modificadores da viscosidade, eletrólitos, agentes de ajuste do pH, perfumes, tinturas, protetores de UV, materiais de organossilicona, agentes anticaspa, vitaminas, derivados de vitamina.

11. Composição de acordo com a reivindicação 8, em que a composição de tratamento pessoal é uma composição de tratamento do cabelo.

12. Composição de acordo com a reivindicação 8, em que a composição de tratamento pessoal é uma composição de tratamento da pele.

13. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a composição compreende uma composição de tratamento doméstico.

14. Processo para a produção de uma poligalctomanana tratada com sal ou quelante de metal não-borato que compreende as etapas de:

a. obter uma poligalactomanana;

b. colocar em contato a poligalactomanana com uma quantidade eficaz de sal ou quelante de metal não-borato para produzir uma poligalactomanana tratada com sal ou quelante de metal não-borato;

c. dispersar a poligalactomanana tratada com sal ou quelante de metal não-borato em água tendo um pH na faixa de abaixo de cerca de 7 a cerca de 3; e

d. lavar a poligalactomanana tratada com sal ou quelante de metal não-borato em água.

15. Processo de acordo com a reivindicação 14, em que a poligalactomanana compreende guar.

16. Processo de acordo com a reivindicação 15, em que a poligalactomanana ainda compreende guar catiônica.

15. Processo de acordo com a reivindicação 14, em que o sal ou quelante de metal não-borato compreende um sal metálico com base em titânio.

16. Processo de acordo com a reivindicação 14, em que o sal ou quelante de metal não-borato compreende um sal metálico com base em zircônio.

17. Processo de acordo com a reivindicação 15, em que a quantidade eficaz de titânio compreende uma relação entre cerca de 0,001 a 0,025 em peso de titânio/em peso de polímero de galactomanano.

RESUMO

Patente de Invenção: **"POLÍMEROS DE POLIGALACTOMANANA TRATADOS COM SAL OU QUELANTE DE METAL NÃO-BORATO DISPERSÍVEL PARA USO EM APLICAÇÕES DE TRATAMENTO PESSOAL E TRATAMENTO DOMÉSTICO".**

A presente invenção refere-se às composições de poligalactomanana, e mais particularmente às composições de goma guar, que quando reticuladas com agentes quelantes orgânicos, tais como sal ou quelantes de metal não-borato, para formar partículas discretas de guar que são capazes de serem facilmente dispersas em água que permite subsequente processamento da guar, tal como lavagem. A guar e seus derivados são desejáveis para uso em aplicações tais como produtos de tratamento pessoal e tratamento doméstico.