

(11) *Número de Publicação:* PT 89126 B

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 5)

A61K007/50 A

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) *Data de depósito:* 1988.11.30

(30) *Prioridade:* 1987.12.02 US 128013

(43) *Data de publicação do pedido:*
1989.12.29

(45) *Data e BPI da concessão:*
03/93 1993.03.05

(73) *Titular(es):*

COLGATE PALMOLIVE COMPANY
300 PARK AVENUE N. Y. 10 022 EST.U. AMÉRICA
US

(72) *Inventor(es):*

JOHN BLAKE-HASKINS US
FREDERICK A. SIMION US
LINDA D. RHEIN US
STEPHEN WILLIAM BABULAK US
ROBERT H. CAGAN US

(74) *Mandatário(s):*

JORGE BARBOSA PEREIRA DA CRUZ
RUA DE VÍTOR CORDON 10-A 3/AND. 1200 LISBOA
PT

(54) *Epígrafe:* PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE LIMPEZA SUAVE E DE CONDICIONAMENTO PARA AMACIAMENTO DA PELE, CONTENDO BAIXOS NIVEIS DE UM AGENTE TENSIO-ACTIVO NÃO IONICO E UM ÁCIDO ORGÂNICO

(57) *Resumo:*

[Fig.]

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 89 126

REQUERENTE: COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, norte-americana,
com sede em 300 Park Avenue New York 10022
Estados Unidos da America do Norte.

EPÍGRAFE: " PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE LIMPEZA SUAVE E DE CONDICIONAMENTO PARA AMACIAMENTO DA PELE, CONTENDO BAIXOS NIVEIS DE UM AGENTE TENSIO-ACTIVO NÃO IONICO E UM ÁCIDO ORGÂNICO ".

INVENTORES: Frederic Anthony Simion, Linda D.Rhein, Stephen William Babulak, Robert H. Cagan e John Charles Blake-Haskins.

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883. Estados Unidos da América do Norte, em 2 de Dezembro de 1987 sob o nº. 128,013.

81/20



MEMÓRIA DESCRITIVA

Resumo

O presente invento diz respeito a um processo para a preparação de uma composição de limpeza e condicionamento da pele e, mais particularmente, um produto de enxaguamento facial que remove o residuo de sabão e de agente tensio-activo da pele, evitando desse modo a irritação provocada pela deposição de sabões e agentes tensio-activos nela.

=====

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE LIMPEZA SUAVE E DE CONDICIONAMENTO PARA AMACIAMENTO DA PELE, CONTENDO BAIXOS NÍVEIS DE UM AGENTE TENSIO-ACTIVO NÃO IONICO E UM ACIDO ORGANICO"

O processo consiste em se incluir na referida composição baixos níveis de um agente tensio-activo não iônico, baixos níveis de um ácido orgânico, nomeadamente ácido cítrico/citrato de sódio, e uma quantidade principal de água, podendo a referida composição apresentar-se na forma de um líquido ou de um gel.

CAMPO DO INVENTO

Este invento diz respeito a uma formulação aquosa para enxaguamento da pele para remoção de resíduos de sabão e de agente tensio-activo, consistindo numa quantidade mínima de um agente tensio-activo não iónico solúvel em água na forma de óxido de polietileno-condensados de alcoóis gordos superiores, e um polissorbato contendo 20 mol de óxido de etileno, uma quantidade mínima de um ácido orgânico tendo um pKa de 4,5 a 6,5 e/ou um sal catiónico monovalente do ácido, e numa quantidade principal de água, numa quantidade de cerca de 84-98%, em peso, da formulação líquida tendo um pH na gama de cerca de 4,5-6,5. Este produto pode ser utilizado como um produto de limpeza da pele, como um enxaguamento posterior, isto é depois de se ter retirado a espuma de sabão, por enxaguamento, da face, ou como uma loção para antes da barba/condicionamento de pele, para evitar ou reduzir a deposição na pele de sabão em creme para a barba. A presente composição de enxaguamento facial tem a dupla função de remover praticamente todo o residuo de sabão e de agente tensio-activo ou de evitar a deposição de sabão e/ou agente tensio-activo e, simultaneamente, de condicionar a pele, para que ela se apresente macia, suave e hidratada.

ENQUADRAMENTO DO INVENTO E ANTERIOR TÉCNICA DA ESPECIALIDADE

Tem-se verificado que o residuo de sabão e de agente tensio-activo que fica retido na pele após a lavagem facial a torna áspera, rija e seca. Os agentes tensio-activos, tais como alquil-éter-sulfatos, alquil-sulfatos,

alquilbenzeno-sulfonatos, e, mesmo os óxidos de amina, são potencialmente irritantes para a pele. Teste de esparadrapo com eles confirma que têm o potencial para irritar a pele.

Para que o agente tensio-activo tenha um efeito negativo na pele, ele tem de ser absorvido e retido pela pele após a lavagem. Com efeito Imokawa e Mishima (Nahihi Kaishi 86 473-481 (1976)) revelaram que a aspereza da pele estava relacionada com a deposição de agente tensio-activo. Quando se estuda os efeitos na pele da deposição de agente tensio-activo, verifica-se que houve precipitação do sabão na pele, quando se adicionou sais de cálcio e magnésio à água de lavagem (isto é, quando se aumentou a dureza da água).

Num estudo clínico com vários consumidores que lavaram as suas faces com um sabão de primeira categoria e água dura (400 ppm), com água desionizada e sabão e, com água dura sem sabão, e, com água desionizada sem sabão, foi demonstrado que a lavagem facial com um sabão de primeira categoria em água dura provocou significativamente mais aspereza sensível do que a lavagem com sabão em água desionizada. (A lavagem com sabão e água desionizada provocou alguma aspereza sensível). Não se sentiu qualquer aspereza ou outra característica de sensação da pele quer com água dura ou água desionizada sem sabão. Este estudo demonstrou que a lavagem com sabão provoca aspereza da pele.

Um estudo in vitro utilizando tecido de lã e sabão de laurato demonstrou que os sais Ca^{++} e Mg^{++} que produzem a dureza da água aumentam a deposição do agente tensio-activo e a absorção do sabão pelo tecido de lã, um substrato de queratina. Por isso, a dureza da água aumenta a ligação do sabão do laurato à lã e, por analogia à pele, reduz a capacidade de retirar o sabão da lã ou da pele, por lavagem, ligando o agente tensio-activo do sabão à lã, de uma maneira semelhante. A remoção deste resíduo de sabão da pele é um aspec

to do tema objecto do presente invento.

Os produtos de limpeza faciais comerciais, tais como "Noxema", que é um creme branco, e "Olay Beauty" contêm sabões como ingredientes nas suas formulações que exacerbam os problemas de irritação associados com os resíduos de sabão na pele. Arremocção de resíduos de sabão após a lavagem com sabão não foi assunto tratado na anterior técnica da especialidade. No entanto tem-se utilizado hidratantes para dissimular as sensações negativas da pele após lavagem com sabão.

A anterior técnica da especialidade apresenta várias loções líquidas cosméticas para fins de limpeza, como revelado na Patente dos E.U.A. nº. 3.011.950, em que uma quantidade menor de um agente tensio-activo não iónico ou aniónico é dissolvida na fase aquosa contendo um polímero solúvel em água e um gás inerte como oxigénio, azoto ou ar comprimido, disperso nela para fornecer um efeito cintilante. A patente dos E.U. nº. 4.323.468 revela uma composição de remoção da pintura da face e dos olhos consistindo numa emulsão de óleo em água contendo um agente tensio-activo não iónico, aniónico ou catiónico, um extracto de salsaparrilha, um conservante, e uma solução tampão de lactato ou fosfato ou citrato para manter um pH, de 4-8,5 e, de preferência, 6-8. A Patente dos E.U. nº. 4.533.545 revela composições cosméticas contendo derivados de polietileno-glicol, como espessante, na presença de um agente tensio-activo não iónico, aniónico, catiónico ou anfotérico. A Patente dos E.U. nº. 3.956.951 revela um método para barbear que consiste em lavar a face com sabão e água, em enxaguar todo o sabão da face e em esfregar a pele humida com uma barra de polímero de óxido de polietileno sólido solúvel em água antes de se fazer a barba com um aparelho para barbear com lâmina. A Patente dos E.U. nº. 4.412.943 revela um "shampoo" contendo um alquil sulfato, sais de etileno-diamino-tetra-acetato e um ácido, nomeadamente ácido cítrico. A Patente dos E.U. nº. 3.748.276 revela composições aquosas em gel para utilização em

cosmética contendo um poli-éter-poliol como agente gelizante. A Patente dos E.U. nº. 4.140.656 revela um produto de limpeza facial em gel transparente anidro para remoção da pintura dos olhos, contendo óleo mineral, ésteres de fosfato e polímeros carboxi-vinílicos, nomeadamente um polímero de ácido acrílico de ligação cruzada com poliéter de polialquileno (Carbopol da B.F. Goodrich Company). A Patente dos E.U. nº. 4.360.451 revela géis tensio-activos anfotéricos contendo um agente tensio-activo anfotérico, um copolímero em bloco polioxietileno-polioxibutileno e água, para utilização em banho de limpeza facial, géis para chuveiro, "shampoos" e afins.

Nenhuma das composições cosméticas da anterior técnica da especialidade tratou os efeitos prejudiciais do resíduo de sabão retido na pele, em particular na face, após lavagem com sabão e água.

Verificou-se agora que o produto líquido de limpeza da pele, em particular uma formulação para enxaguamento facial/condicionador da pele, eficaz para remover tanto os resíduos de sabão como agente tensio-activo da pele, reduzindo assim a irritação da pele e as sensações negativas da secura, rigidez e aspereza da pele, consiste em pequenas concentrações de um agente tensio-activo não iónico, como único agente tensio-activo, e num ácido orgânico (ou um seu sal), tal como ácido cítrico para ajustar o pH para o da pele humana (4,5 a 6,5), e numa quantidade principal de água, de preferência água desionizada; que pode ser tornada espessa com polietileno glicol-di-estearato 150 até se obter um líquido espesso ou tornada espessa com um polímero de ácido acrílico até se formar um gel, e contendo de preferência um conservante. Um material deste tipo contém 1,3-dimetilol-5,5-dimetil (DMDM)-hidantoina e etileno-diaminotetra-acetato dissódico (EDTA). Um outro é "Germaben II", um produto de Sutton Laboratories Inc.

A utilização de um agente tensio-activo não iónico como um dos ingredientes num detergente líquido para lavar tecidos é bem conhecido na anterior técnica da especialidade, como revelado nas Patentes dos E.U. nos. 3.764.544, 3.959.163 e 4.206.070.

A Patente dos E.U. nº. 3.915.633 revela uma composição aquosa de libertação de sujidades em aerossol para pulverizar, para pre-lavagem, para emprego com um detergente ou sabão numa operação de lavagem de roupa, consistindo em 1-20%, em peso, de um ácido orgânico, isto é, ácido cítrico, 2-30%, em peso, de um agente tensio-activo aniónico ou não iónico, água e um propulsor em aerossol. A Patente Canadiana nº. 1.086.178 revela uma composição detergente líquida de acção reforçada, para lavagem da roupa, contendo 20-70%, em peso, de um agente tensio-activo não iónico etoxilado solúvel, 0,1-1,25%, em peso, de um poliácido, isto é, ácido cítrico, e água/solventes orgânicos, tendo um pH de 6-7,5.

Também na anterior técnica da especialidade se revelam misturas de um agente tensio-activo não iónico e espessante de poliacrilato em formulações detergentes aquosos para lavagem de louça, como revelado nas Patentes dos E.U. nos. 3.950.260 e 4.226.736.

A Patente dos E.U. nº. 4.501.680 revela composições detergentes líquidas acídicas para limpeza de azulejos de cerâmica sem desgaste da argamassa entre eles, que consistem numa proporção menor de ácido glutárico e numa quantidade menor de ácido fosfórico para fornecer um pH de 3-5, numa quantidade menor de um álcool gordo etoxilado, numa quantidade menor de um éter monoalquílico de dietileno glicol e numa quantidade principal de água.

A Patente dos E.U. nº. 4.172.140 revela uma composição anti-microbiana para inibir o crescimento de micro-organismos num meio fluido aquoso contendo, como

ingredientes activos, uma mistura de 1,3-dimetilol-5,5-dimetil-hidantoína e etileno-diaminotetra-acetato dissódico, para utilização em fluidos de beneficiamento do metal, fluidos de óleo de corte, agentes de arrefecimento, lubrificantes e afins.

Nenhuma das patentes da anterior técnica da especialidade atrás referidas refere qualquer produto de limpeza da pele e de condicionamento da pele, ou um produto de condicionamento da pele para antes ou para depois da barba, consistindo num baixo nível de um agente tensio-activo não iónico como único agente tensio-activo, numa quantidade menos de um ácido orgânico (ou um seu sal) tendo um pKa de 4,5 a 6,5 para fornecer um pH de cerca de 4,5 a 6,5, e numa quantidade principal de água, que pode ser tornada espesso com polietileno glicol-di-estearato 150 para um líquido espesso ou tornado espesso com um polímero de ácido acrílico para formar um gel, e contendo de preferência um sistema conservante.

RESUMO DO INVENTO

Verificou-se que o resíduo de sabão e agente tensio-activo retido na pele após lavagem facial com sabão provoca danos na pele tal como secura, aspereza e rigidez. Verificou-se ainda que o resíduo de sabão pode ser eficazmente removido da pele com a presente e nova formulação de limpeza, que consiste numa quantidade menor de um agente tensio-activo não iónico solúvel em água, com pH ajustado para o da pele humana, utilizando-se um ácido orgânico tendo um pKa de 4,5 a 6,5 e numa quantidade principal de água, de preferência água desionizada. Os novos produtos de limpeza são produtos transparentes com viscosidade variando de soluções aguadas a géis espessos, pela adição de um agente de contról da visco-

sidade, seleccionada a partir do grupo formado por um di-éter de ácido esteárico e polioxietileno (di-estearato PEG 150), e resina de ácido poliacrílico (carbopol 941). As composições p preparadas com qualquer dos espessantes fazem com que a pele fique macia e suave, tal como com a solução aguada não espessa, sem deixar uma sensação viscosa ou pegajosa. A presente e nova composição funciona como um produto de limpeza e de condicionamento da pele, como um produto de enxaguamento facial e como um produto para condicionamento da pele para antes da barba e para depois da barba, que reduz a deposição do sabão em creme de barbear na pele e que remove os resíduos de sabão da pele.

Este invento permite ao consumidor que se lave com sabão, sem que resultem efeitos na pele que ele considera nocivos, tal como secura, aspereza ou rigidez. Este invento representa uma melhoria sobre a aplicação de hidratantes para a pele, dado que remove a espécie irritante (sabão) em vez de dissimular sensações negativas (por ex. secura). Ao contrário dos hidratantes, a utilização deste produto não deixa uma película oleosa na pele depois da aplicação.

Nesta conformidade, um objectivo principal do presente invento é fornecer uma composição líquida de limpeza e condicionamento da pele para remoção dos resíduos de sabão e de agente tensio-activo da pele evitando assim a irritação provocada pelo sabão e pelo agente tensio-activo.

Um outro objectivo deste invento é fornecer um condicionador da pele para enxaguamento facial, a ser utilizado após a lavagem com água e sabão e que resulta numa pele macia, suave e hidratada.

Ainda um outro objectivo deste invento é fornecer um condicionador da pele/enxaguador da pele contendo, como principais ingredientes, um agente tensio-activo não iónico, um ácido orgânico, uma quantidade principal de água e tendo um pH ajustado para a da pele humana.

Um outro objectivo deste invento é fornecer um produto de limpeza da pele líquido transparente, um produto de enxaguamento e condicionamento facial um condicionador da pele para antes da barba ou um produto de enxaguamento para depois da barba, com viscosidades variando de soluções aguadas a géis espessos.

Um outro objectivo deste invento é fornecer um produto de limpeza e de condicionamento da pele, espesso ou em forma de gel, em particular um produto de limpeza facial e condicionador da pele, contendo um di-éster de ácido esteárico e polioxietileno ou uma resina de ácido poliacrílico, com o agente de espessamento.

Ainda um outro objectivo deste invento é fornecer um condicionador da pele que não deixa uma película gordurosa na pele após a utilização.

Um outro objectivo deste invento é fornecer um produto de limpeza e condicionamento da pele ou um condicionador da pele para antes da barba, contendo também um sistema conservante.

Outros objectivos, vantagens e novos aspectos do invento tornar-se-ão evidentes, em parte pela memória descritiva que se segue, e em parte pelo exame da seguinte especificação, ou então podem ser apreendidos pela prática do invento.

Para se alcançarem estes e outros objectivos de acordo com o presente invento, conforme é aqui fundamentado e descrito em termos gerais, a nova composição líquida de limpeza e de condicionamento da pele para remover resíduos de sabão e agente tensio-activo da pele, deste invento, consiste essencialmente de uma quantidade principal de água, de preferência água desionizada, cerca de 0,25-6%, em peso, de

um agente tensio-activo não iónico como único agente tensio-activo, cerca de 0,05-5%, em peso, de um ácido orgânico tendo um pKa de 4,5 a 6,5 ou um sal catiónico monovalente do ácido ou uma mistura do referido ácido e sal, tendo a referida composição um pH de 4,5-6,5 e de preferência 5-6.

Mais especificamente a composição líquida transparente de limpeza e condicionamento da pele do presente invento, que remove os resíduos de sabão e de agente tensio-activo da pele e simultaneamente condiciona a pele, consiste essencialmente em cerca de 84-98% de água; cerca de 0,7-6%, em peso, de um agente tensio-activo não iónico etoxilado solúvel em água, como único agente tensio-activo, seleccionado do grupo formado por um condensado de éter polietileno-glicólico de um álcool C_8-C_{20} gordo ou de uma mistura de alcoois gordos com uma média de 5 a 30 mol de óxido de etileno e um polisorbato tendo uma média de 20 mol de óxido de etileno; cerca de 0,1-2%, em peso, de um ácido orgânico, e/ou sal de sódio do ácido para ajustar o pH da composição para cerca de 5-6; cerca de 0,5-4% e de preferência 0,6-2%, em peso, de um agente espessante seleccionado do grupo formado por um di-éster de ácido esteárico e polioxietileno, e uma resina de ácido poliacrílico; e um sistema conservante, que pode conter 1,3-dimetilol-5,5-dimetil-hidantoina e etileno-diamino-tetra-acetato dissódico em quantidades iguais, ou "Germaben II".

O produto de limpeza da pele do presente invento é, de preferência tornado espesso para aumentar a aceitação pelo consumidor, utilizando-se a resina de ácido poliacrílico para formar um gel, ou o di-éster de ácido esteárico e polioxietileno para formar um líquido espesso.

Os sistemas conservantes nas presentes novas composições preservam eficazmente o produto contra bactérias tais como *B. subtilis* e bolor.

O produto para limpeza da pele do presente invento remove o sabão e os agentes tensio-activos, bem como sujidade, óleo e outras sujidades tradicionais da pele, sem irritar a pele e a face.

As formulações de acordo com o presente invento podem também ser usados para remover sabão de outras superfícies que contêm queratinas ou proteínas semelhantes, tais como cabelo, lã, algodão e outros tecidos.

As presentes novas formulações podem ser utilizadas para remover outros agentes tensio-activo da lã e de outras superfícies.

MEMÓRIA DESCRITIVA DO INVENTO

O principal e essencial componente nas composições líquidas de limpeza e de condicionamento da pele do presente invento é constituído por 84 a 98%, em peso, de água, de preferência água desionizada. O componente água é essencial na preparação dos presentes produtos estáveis e suaves para limpeza facial e funciona como solvente ou veículo para os outros ingredientes activos na composição, que podem ser rapidamente enxaguados da pele. O componente água não provoca sensação negativa na pele.

Um outro ingrediente essencial no presente invento e produto de limpeza da pele é um agente tensio-activo não iónico solúvel em água, como único agente tensio-activo, de preferência um agente tensio-activo não iónico etoxilado seleccionado do grupo formado por um condensado de éter polietilenoglicólico de um álcool C_8-C_{20} gordo ou uma mis-

tura de alcoóis gordos com uma média de 5-30 mol de óxido de etileno e um polissorbato contendo 20 mol de óxido de etileno. Os alcoóis gordos adequados contêm, de preferência, 9 a 18 átomos de carbono e muito preferivelmente 11 a 15 átomos de carbono. São exemplos típicos os alcoóis laurílico, tridecílico, miristílico, cetílico, estearílico e oleílico ou suas missuras, que podem ser condensadas com cerca de 5 a 20 mol de óxido de etileno. Os produtos comerciais típicos são os tergitóis vendidos pela Union Carbide. Mais especificamente, o "Tergitol 15-S-9" é um éter polietilenoglicólico de uma mistura de alcoóis $C_{11}-C_{15}$ gordos sintéticos com uma média de 9 mol de óxido de etileno. O "Tergitol 25-L-7" é um éter polietilenoglicólico de uma mistura de alcoóis $C_{12}-C_{15}$ gordos sintéticos com uma média de 7 mol de óxido de etileno.

Os polissorbatos são condensados de óxido de polietileno com ésteres de ácidos gordos ou misturas de ésteres de ácidos gordos de sorbitol e anidrido de sorbitol. Os ésteres de ácidos gordos incluem ésteres laurato, ésteres estearato, ésteres palmitato ou ésteres oleato. Os ésteres de ácidos gordos de sorbitol e anidrido de sorbitol são de preferência condensados com 20 mol de óxido de etileno. Os produtos típicos são os "Tweens" comercializados pela Atlas Company, também conhecidos por "Polysorbates". Mais especificamente, "Polysorbate 20" ("Tween 20") é uma mistura de ésteres laurato de sorbitol e anidridos de sorbitol, consistindo predominantemente no mono-éster, condensado com 20 mol de óxido de etileno, usualmente conhecido por "Monolaurato de Polioxietileno (20) Sorbitano", "Polysorbate 80" ("Tween 80") é uma mistura de ésteres oleato de sorbitol e anidridos de sorbitol, consistindo predominantemente no mono-éster, condensado com cerca de 20 mol de óxido de etileno, usualmente conhecido como "Mono-oleato de Polioxietileno (20) sorbitano". O agente tensio-activo não iónico constitui cerca de 0,25-6%, de preferência cerca de 0,7-6% e muito preferivelmente 0,5-2%, em peso, da composição. A quantidade mínima de agente tensio-activo não iónico necessária para a base aquosa de enxaguamento para remover de forma



adequada o sabão aderente é indicada no quadro I.

Utilizou-se queratina de lã como um bom substituto para a camada córnea humana para comparação quantitativa da remoção de sabão residual de um substrato semelhante à pele, com vários tratamentos por enxaguamento. A queratina de lã foi tratada previamente com uma solução de sabão marcado com rádio, enxaguada com água dura para remover o sabão livremente aderente e a seguir tratada com várias formulações de enxaguamento. A quantidade de sabão removido da queratina é determinada por análise das soluções de enxaguamento e da lã quanto à radioactividade.

As formulações de enxaguamento foram preparadas, contendo 2,0% de ácido cítrico e agente tensio-activo não iónico ("Tergitol 15-S-9") variando em concentração de 0 a 2,0%. Todas as soluções foram ajustadas para um pH de 5,0. Os resultados revelados no Quadro I indicam que, na ausência de agente tensio-activo, é removido menos de 20% do sabão residual. A adição de mesmo uma pequena quantidade de agente tensio-activo aumenta a remoção para quase 90% e alcança-se um máximo na remoção do resíduo a cerca de 2,0%. Estes resultados revelam que o agente tensio-activo não iónico é necessário para a base de enxaguamento para remover de forma adequada o sabão aderente, embora a quantidade necessária para uma quase total remoção seja relativamente baixa.

QUADRO I

Efeito da Concentração do Agente Tensio-Activo na Remoção de Sabão Residual por uma Fórmula de Enxaguamento

| <u>Tratamento*</u> | <u>Sabão percentual</u> |
|--------------------|-------------------------|
| <u>Remoção</u> | |
| 0% de Tergitol | 17,9 +/-1,10 |
| 0,25% de Tergitol | 87,0 +/-2,34 |
| 0,50% de Tergitol | 91,4 +/-0,38 |
| 0,75% de Tergitol | 89,5 +/-0,80 |
| 1,00% de Tergitol | 92,9 +/-1,66 |
| 2,00% de Tergitol | 96,4 +/-0,31 |

* Todas as soluções de tratamento continham 2% de ácido cítrico, ajustado para um pH de 5,0.

Um outro ingrediente essencial no presente produto de limpeza facial e de condicionamento da pele é um ácido orgânico tendo um valor de pKa de 4,5 a 6,5, um sal catiónico monovalente do ácido, ou uma mistura do referido ácido e sal. O ácido preferido é ácido cítrico $C_3H_4(OH)(COOH)_3$, ou uma mistura de ácido cítrico e um sal de citrato feito com um catião monovalente, tal como sódio ou trietanolamina. O ácido cítrico e/ou citrato actuam como solução tampão na remoção de sabão da pele pela acção conjunta com o agente tensio-activo não iónico na remoção dos resíduos de sabão ligados à pele. Outros ácidos adequados incluem ácidos acético, succínico e glutárico. O ácido orgânico constitui cerca de 0,05 a 5%, de preferência 0,1 a 2%, em peso, da composição. A quantidade mínima de ácido orgânico necessária para actuar como so

lução tampão na remoção de sabão da pele é indicada no Quadro II, utilizando-se a queratina de lã tratada previamente como anteriormente referido, sendo igualmente determinada a quantidade de sabão removido.

As formulações de enxaguamento foram preparadas contendo 0,25% de Tergitol, pH 5,0, e concentrações de ácido cítrico variando de 0 a 2%. Os resultados são indicados no Quadro II. Como pode ser claramente visto, o ácido cítrico é também necessário para uma adequada remoção de resíduos.

A base de enxaguamento remove apenas 66% do sabão residual, enquanto que a adição da mais pequena quantidade de ácido cítrico (0,25%) aumenta o rendimento do presente produto para 88%. Os resultados indicam um desvio do comportamento ideal, em que há uma concentração óptima de ácido cítrico para rendimento máximo próximo de 0,5%, seguindo-se uma diminuição no rendimento à medida que a concentração de ácido cítrico continua a aumentar.

QUADRO II

Efeito da Concentração de Ácido Orgânico na Remoção de Sabão Residual por uma Fórmula de Enxaguamento

| <u>Tratamento*</u> | <u>Sabão Percentual</u> |
|------------------------|-------------------------|
| <u>Remoção</u> | |
| 0% de Ácido Cítrico | 66,0 +/-5,4 |
| 0,25% de Ácido Cítrico | 87,4 +/-0,41 |
| 0,50% de Ácido Cítrico | 88,6 +/-0,27 |
| 0,75% de Ácido Cítrico | 86,8 +/-1,28 |
| 1,00% de Ácido Cítrico | 84,9 +/-1,30 |
| 2,00% de Ácido Cítrico | 72,5 +/-6,42 |

* Todas as soluções de tratamento continham 0,25% de Tergitol, ajustado para um pH de 5,0.

Um aditivo preferido no presente produto de limpeza da pele é um agente espessante seleccionado do grupo formado por um di-éster de ácido esteárico e polioxietileno (di-estearato PEG 150) e uma resina poliacrílica (tal como "Carbopol" 941, 940 ou 1342) o "Carbopol" 940 possui vantagens de enxaguamento sobre o "Carbopol" 941. As resinas de "Carbopol" vendidas por Goodrich Co., na forma de um pó seco e leve, são polímeros solúveis em água de ácido acrílico com um agente poli/funcional, também conhecidos como resinas de ácido poliacrílico pelo nome CTFA de "Carbomers". Concentrações baixas de resinas de ácido poliacrílico, nomeadamente cerca de 0,1-4% e de preferência cerca de 0,1-2%, em peso, tornam eficazmente espesso o produto de limpeza facial e formam um produto de limpeza facial em forma de gel, que é transparente, in-

color e flui lentamente quando derramado. No entanto, os géis "Carbopol" perdem viscosidade quando expostos à luz UV. Por isso, deve adicionar-se um agente estabilizante de UV, tal como benzofenona, especialmente se o produto é vendido num frasco transparente. O di-estearato PEG-150, em quantidades de 0,1-4%, e de preferência 2-4%, em peso, aumenta a viscosidade da solução aquosa para uma espessamento desejado de preferência para um líquido espesso.

Verificou-se que os agentes de controlo da viscosidade anteriormente referidos asseguram um controlo da viscosidade sem atributos sensoriais negativos. Em pequenas testes simples os avaliadores relataram que os produtos de limpeza faciais protótipos preparados com qualquer espessante davam como resultado uma pele macia e suave, sem deixar uma sensação pegajosa e viscosa, semelhante à utilização dos produtos não espessos. Verificou-se ainda que os dois agentes de espessamento referidos permitem que a formulação deste produto varie dentro de uma gama de viscosidades, que vão de soluções aguadas a géis espessos, enquanto mantêm a transparência bem como as sensações tácteis proporcionadas pelas formulações não espessas. Podem também utilizar-se outros agentes espessantes adequados capazes de manter a transparência e as sensações tácteis de formulações não espessas. No entanto, verificou-se que a utilização dos agentes espessantes, nomeadamente gomas de guar e resinas de celulose, são inaceitáveis sob um ponto de vista sensorial. O produto contendo goma de guar deu como resultado uma pele com uma sensação viscosa; e o produto contendo um espessante à base de celulose deu como resultado uma pele com uma sensação pegajosa. Nesta conformidade, os gantes espessantes preferidos são di-estearato PEG-150 e as resinas poliacrílicas.

Um outro aditivo no produto de limpeza facial é um sistema conservante de 1,3-dimetiol-5,5-dimetil-hidantoina (DMDM-hidantoina) e etileno-diamino-tetracetato dissódico (EDTA), de preferência em quantidades iguais

de 0,3%, em peso, de cada componente. Este sistema conservante preserva eficazmente o produto de limpeza facial do presente invento contra bolor e bactérias como *B. subtilis*. Na Patente dos E.U. nº. 4.172.140, que é aqui incorporada como referência, descreve-se uma solução aquosa de uma combinação de DMDM-hidantoina e EDTA, como uma composição anti-microbiana para inibir o crescimento de micro-organismos. Esta patente descreve a utilização de uma relação de 0,25:1 a 20:1 de DMDM-hidantoina para EDTA como um preservante em fluidos para beneficiamento de metal, fluidos de óleo de corte e outros líquidos refrigerantes. Um outro preservante adequado é "Germaben II", um produto de Sutton Laboratories, Inc., que consiste em 50% de propilenoglicol, 30% de diazolidinil-ureia, 11% de metilparabeno e 3% de propilparabeno. O preservante "Germaben II" não reduz tanto a viscosidade como a combinação de EDTA e DMDM-hidantoina, como conservantes, sendo assim necessário menos "Carbopol" para se obter a mesma viscosidade.

As composições de limpeza e de condicionamento deste invento podem também conter quantidades menores de componentes adicionais convencionais para se obter qualquer característica desejada, que são compatíveis com a formulação da composição de limpeza facial e que não afectam de forma prejudicial as suas propriedades tácteis e propriedades de remoção de sabão. Os aditivos adequados incluem agentes de deslizamento ou emolientes para a formulação da composição de limpeza em forma de gel para melhorar a aceitação cosmética pelos consumidores nomeadamente polietileno glicóis até um máximo de 6%, um copolímero de éter metil-vinílico e hidreto maleico (Gantrez) até um máximo de 0,5%, e glicerina até um máximo de 1%. Os silicones tais como copolímero de dimeticone até um máximo de 2%, podem ser adicionados ao condicionador da pele para antes da barba ou para depois da barba, para aumentar a lubrificação da barba e para reduzir os danos da pele durante a operação de barbear. Estes aditivos substituirão uma parte da água na formulação.

O pH do produto de limpeza facial líquido transparente do presente invento, que pode ter a forma de uma solução aguada, um líquido espesso, ou um gel, pode variar na gama de 4,5 a 6,5 e, de preferência, de 5 a 6. Utilizando-se um substrato de lã pre-tratada in vitro descrito nas experiências anteriores para avaliar o efeito da concentração de agente tensio-activo na eficácia da base de enxaguamento, isto é, na remoção do sabão residual, efectuo-se um estudo do efeito de se alterar o pH da base de enxaguamento. As concentrações do agente tensio-activo e ácido orgânico foram mantidas constantes a 0,25% e 2%, respectivamente.

Os resultados revelados no Quadro III indicam que quando se aumenta o pH da formulação de enxaguamento a eficácia da remoção de sabão diminui apenas levemente, de cerca de 90% a um pH de 4,5 a 83% a um pH de 6,5. Estas ligeiras perdas no rendimento do produto podem ser compensadas pela optimização das concentrações do agente tensio-activo e ácido orgânico.

QUADRO III

Efeito do pH na Remoção de Sabão Residual por uma Fórmula de Enxaguamento

| <u>Tratamento*</u> | <u>Sabão Percentual</u> |
|--------------------|-------------------------|
| <u>Remoção</u> | |
| pH 4,5 | 89,2 +/- 2,34 |
| pH 5,0 | 90,5 +/- 1,90 |
| pH 5,5 | 84,2 +/- 0,79 |
| pH 6,0 | 82,9 +/- 0,27 |
| pH 6,5 | 83,1 +/- 4,41 |

* Todas as soluções de tratamento continham 0,25% de Tergitol e 2,0% de ácido cítrico.

Utilizando-se a técnica in vitro, avaliou-se a eficácia das fórmulas clínicas de composição de limpeza da pele e enxaguamento facial na remoção de sabão residual. As fórmula 'A' e 'C' continham 2,0% de ácido cítrico foram ajustadas para um pH de 5,0 e tinham 1% e 6% de Tergitol respectivamente. A fórmula 'B' continha apenas água de 300 ppm de dureza. Os resultados do estudo são revelados no Quadro IV, em comparação com os contrôlos apropriados

QUADRO IV

Eficácia de Fórmulas Clínicas de Enxaguamento Facial na Remoção de Sabão Residual

| <u>Tratamento</u> | <u>Remoção de Sabão Percentual</u> |
|---|------------------------------------|
| Produto A (1% de Tergitol)* | 92,2 +/- 1,05 |
| Produto B (Água Dura) | 13,7 +/- 0,77 |
| Produto C (6% de Tergitol)* | 98,1 +/- 0,30 |
| Contrôlo 1 (1% de Tergitol, 2% de Ácido Cítrico) | 92,9 +/- 1,66 |
| Controlo 2 (Água dura) | 14,9 +/- 0,66 |

* Estas fórmulas continham 2,0% de ácido cítrico, ajustadas para um pH de 5,0.

Os resultados do estudo da remoção de sabão estão de acordo com a composição da fórmula, isto é, água dura ('B') removem a menor quantidade de sabão (13,7%), a fórmula com 1% de Tergitol ('A') removeu 93%, e a fórmula com 6% ('C') removeu 98% do sabão residual das amostras de queratina de lã. Os resultados estão de acordo com os do estudo clínico, tendo-se verificado significativas diferenças entre os produtos de controle e de teste.

As avaliações in vitro revelam ainda que os níveis ótimos dos ingredientes na fórmula para a remoção de sabão residual, com uma fórmula de pH 6,0, eram 0,54% de ácidos cítrico e 0,77% de "Tergitol 15-S-9", apresentando uma remoção de sabão de 99%.

A acção conjunta do agente tensio-activo não iónico, do ácido cítrico e do pH resulta um produto de limpeza da pele facial que optimiza a remoção de sabão residual e proporciona à pele uma sensação de suavidade, maciez e hidratação. O presente e novo produto de limpeza facial veio resolver o problema da sensação de secura, rigidez asperza e escamação. da pele após a lavagem com sabão. Os dados do teste indicaram que as composições contendo a combinação de 0,5% de ácido cítrico e 0,5% de agente tensio-activo não iónico remove cerca de 91% de sabão, ao passo que as composições com ácido cítrico removem cerca de 10% de sabão, com 1% de "Tergitol" (não iónico) removem cerca de 77% de sabão e a de controlo (apenas água) remove 33,9% de sabão. Nesta conformidade, a cristalinidade dos ingredientes e a especificidade de cada ingrediente são aspectos necessários na formulação do presente e novo produto de limpeza da pele facial/condicionador da pele, que pode também ser utilizado como um condicionador da pele para antes da barba ou para depois da barba.

Os produtos de limpeza da pele do presente invento são geralmente preparados procedendo-se à misturação do agente de espessamento, quando utilizado, com água até à hidratação, adicionando-se a seguir o agente tensio-activo não iónico e o ácido orgânico e/ou o seu sal de sódio, nomeadamente ácido cítrico e/ou citrato de sódio na água, para formar uma solução espessa aquosa uniforme, adicionando-se uma solução aquosa do sistema preservante à referida solução aquosa com misturação, misturando-se até se formar um gel ou líquido espesso homogéneo e ajustando-se o pH se necessário.

Os produtos de limpeza da pele do presente invento são líquidos incolores transparentes que podem ser derramados de qualquer recipiente adequado. Os líquidos finos ou aguados fluem rapidamente como a água quando derramados. Os líquidos viscosos ou espessos fluem lentamente quando derramados. O gel também flui lentamente quando derra-

mado.

Este produto é de preferência utilizado após a lavagem da face e/ou do corpo com sabão e água.

Após se retirar, por enxaguamento, a espuma de sabão, o produto de limpeza do presente invento é aplicado na face e/ou no corpo por qualquer meio adequado.

Por exemplo, a face é limpa com uma bola de sabão embebida pelo produto de limpeza facial, ou o líquido é deitado nas mãos, esfregando-se a face com elas. A face é enxaguada com água e seca com uma toalha.

Os exemplos seguintes são meras ilustrações do invento, sendo evidente que o invento não está limitado a eles. Todas as quantidades dos vários ingredientes nos exemplos e na especificação são em peso salvo indicação em contrario.

EXEMPLO 1 e 2

Produto de Limpeza Facial/Condicionador da Pele

| <u>Ingredientes</u> | <u>1</u> <u>%</u> | <u>2</u> <u>%</u> |
|---------------------|----------------------|----------------------|
| "Tergitol 15-S-9" | 1 | 6 |
| Citrato de sódio | 2,0 | 2,0 |
| Água | 97,0 | 92,0 |
| pH | 5 | 5 |

Estes produtos são preparados adicionando-se o "Tergitol" e o citrato de sódio à água e misturando-se até se obter uma solução uniforme. Um estudo in vivo (clínico) foi feito com ambos os exemplos para testar o aspecto da pele após a limpeza da face com cada formulação a seguir à lavagem com sabão e à remoção por enxaguamento de espuma de sabão com água de 300 ppm de dureza. Os avaliadores indicaram que ambos os produtos 1 e 2 deixaram uma sensação na pele facial bastante menos seca, rija e áspera, parecendo menos escamada após a lavagem com sabão, em comparação com um enxaguamento de água de 300 ppm de dureza. Após a utilização destes produtos, a pele facial apresentava-se bastante mais macia e suave e mais hidratada após a lavagem com sabão, em comparação com um enxaguamento de água de 300 ppm de dureza. Os exemplos 1 e 2 podem também ser utilizados na forma de um produto de limpeza/condicionados para depois da barba.

Os exemplos 1 e 2 foram também utilizados como um condicionador da pele para antes da barba, para evitar ou reduzir a deposição do sabão em creme de barbear na pele e prevenindo assim ou reduzindo a irritação da pele



provocada pelo sabão, nomeadamente, rigidez, aspereza e secura.

Os estudos in vitro demonstraram que estas formulações reduzem a deposição de até 33% de sabão do creme para a barba no tecido de lã.

EXEMPLO 3

Produto de Limpeza Facial em Gel Ingrediente

| <u>Ingrediente</u> | <u>%</u> |
|--|----------|
| Água desionizada estéril | 95,9% |
| "Tergitol 15-S-9" | 2,0% |
| "Carbopol 941" | 1,0% |
| Ácido Cítrico | 0,5% |
| DMDM-Hidantoina | 0,3% |
| Ácido etileno-diamino-tetracético (EDTA) | 100,0% |

O produto de limpeza facial em forma de gel é um gel transparente e incolor que flui lentamente quando derramado.

Este produto é preparado dissolvendo-se "Carbopol" ("Carbomer 941") em água desionizada, adicionando-se a seguir "Tergitol" ("Parath 15-9") e ácido cítrico e misturando-se até se obter uma solução aquosa espessa uniforme.

Adiciona-se DMDM-hidantoina (Glu-
dent-Glyco) e EDTA à solução e mistura-se até uma completa dis
solução. Forma-se um gel quando o pH é ajustado para 6,0 com
hidróxido de sódio.

Os avaliadores utilizaram o pro-
duto de limpeza in vivo após lavagem facial e afirmaram que a
sua pele se apresentava menos rígida, seca e áspera, e até mais
macia, mais suave e mais hidratada em comparação com o seu es-
tado depois de lavada com sabão. O produto de limpeza contém
um baixo nível de um detergente suave não iônico.

Esta formulação pode também ser
utilizada como um condicionador da pele para antes da barba
para reduzir a deposição do sãbão em creme de barbear na pele.
Bem como um produto de limpeza e condicionados para depois da
barba, resultando numa pele mais macia e mais suave.

EXEMPLO 4

Produto de Limpeza Facial em Gel

1,0% de "Tergitol 15-S-9"
0,6% de "Carbopol 940" (agente de espessamento)
0,3% de DMDM-hidantoina
0,3% de EDTA
0,1% de Citrato
97,7% de Água desionizada esterilizada pH ajustado para 6,0
com hidróxido de sódio.

Este gel é preparado de acordo com o processo indicado no Exemplo 3.

Este produto apresenta as mesmas propriedades condicionantes de macieza, suavidade e hidratação quando aplicado como um produto de limpeza durante a lavagem ou após se ter feito a barba com sabão.

Os exemplo atrás descritos podem ser modificados pela substituição de "Tergitol 15-S-9" por outros agentes tensio-ativos não iônicos, tais como "Tween 20", "Tween 80" e "Neodol 25-7" (Pareth 25-7-Shell), sem qualquer efeito prejudicial para as composições. De igual modo o agente de espessamento "Carbopol" pode ser substituído por PEG-di-estearato para formar um líquido espesso. O ácido cítrico ou citrato podem também ser substituídos por ácido glutárico succínico ou acético e/ou seus sais de sódio ou trietanolamina.

É evidente que a anterior memória descritiva é dada apenas como ilustração e que podem ser fei-

tas variações sem que haja um afastamento do espírito do invento.



REIVINDICAÇÕES

1ª. - Processo para a preparação de uma composição transparente, líquida, para limpeza e condicionamento da pele, destinada a remover o resíduo de sabão e de agente tensio-activo da pele e, simultaneamente, a condicionar a pele tornando-a macia, suave e hidratada, em especial sob a forma de uma loção líquida para antes da barba para condicionamento da pele que reduz a deposição na pele do sabão em creme para a barba ou sob a forma de um produto de limpeza e condicionador para enxaguamento facial, em particular sob a forma de um produto de limpeza e condicionador para depois da barba, caracterizado por se incluir essencialmente na referida composição uma quantidade principal de cerca de 84-98%, em peso, de água, cerca de 0,25-6,0%, em peso, de um agente tensio-activo não iónico, como único agente tensio-activo cerca de 0,05-5,0%, em peso, de um ácido orgânico tendo um pKa de 4,5 a 6,5, ou um sal catiónico monovalente do ácido ou uma mistura de ácido e sal, tendo a referida composição um pH de 4,5-6,5.

2ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o agente tensio-activo não iónico ser um agente tensio-activo não iónico, etoxilado, solúvel em água, seleccionado do grupo formado por um condensado de éter poliglicólico de um álcool C_8-C_{20} gordo ou mistura de álcoois gordos com uma média de 5 a 30 mol de óxido de etileno e por um polissorbato contendo 20 mol de óxido de etileno.

3ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incluir ainda na referida composição

um sistema conservante de 1,3-dimetilol-5,5-dimetil-hidantoina e etileno-diamino-tetraacetato dissódico, em quantidades iguais.

4ª. - Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por se incluir ainda na referida composição cerca de 0,1-4,0%, em peso, de um agente espessante selecionado a partir do grupo formado por um diéster de ácido esteárico e polioxietileno e uma resina de ácido poliacrílico.

5ª. - Processo de acordo com a reivindicação 4, para a preparação de uma composição que tem a forma de um gel transparente, em especial sob a forma de um gel para antes da barba, para condicionamento da pele, que reduz a deposição na pele do sabão em creme para barbear, evitando ou reduzindo a irritação da pele cansada pelo sabão ou sob a forma de um produto de limpeza e condicionador facial em gel, em particular sob a forma de um produto de limpeza e condicionador para depois da barba em gel, caracterizado por se incluir na referida composição cerca de 0,1-2,0%, em peso, de uma resina de ácido poliacrílico.

6ª. - Processo de acordo com a reivindicação 4, para a preparação de uma composição que tem a forma de um líquido espesso, em especial sob a forma de uma loção espessa para antes da barba para condicionamento da pele, que reduz tanto a deposição na pele do sabão em creme para a barba, como a irritação da pele cansada pelo sabão ou sob a forma de um produto de limpeza e condicionador facial líquido espesso, em particular sob a forma de um produto de limpeza e condicionador líquido espesso para depois da barba, caracterizado por se incluir na referida composição cerca de 2,0-4,0%, em peso, de um diéster de ácido esteárico e polixietileno.



7ª. - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o agente tensio-activo não iónico constituir 0,7-6,0%, em peso, da composição, tendo um pH de 5-6.

8ª. - Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por o agente tensio-activo não iónico ser um éster polietileno-glicólico de uma mistura de álcoois C_{11} - C_{13} gordos sintéticos com uma média de 9 mol de óxido de etileno.

9ª. - Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por o agente tensio-activo não iónico ser um éter polietileno-glicólico de uma mistura de álcoois C_{12} - C_{15} gordos sintéticos com uma média de 7 mol de óxido de etileno.

10ª. - Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por o agente tensio-activo não iónico ser uma mistura de ésteres laurato ou oleato de sorbitol e anidridos de sorbitol condensados com cerca de 20 mol de óxido de etileno.

11ª. - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o agente tensio-activo não iónico constituir cerca de 0,5-2,0%, em peso, da composição.

12ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o ácido orgânico e o sal ácido serem ácido cítrico e citrato de sódio e constituírem cerca de 0,1-2,0%, em peso, da composição.

13ª. - Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por cada um dos ingredientes do sistema conservante constituir cerca de 0,3%, em peso, da composição.

14ª. - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por se incluir na referida composição 0,77%, em peso, de agente tensio-activo não iónico e 0,54%, em peso, de ácido cítrico, tendo um pH de 6.

15ª. - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por se incluir na referida composição 1% de agente tensio-activo não iónico e 2% de citrato de sódio, tendo um pH de 5.

16ª. - Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por se incluir no referido gel 2%, em peso, de agente tensio-activo não iónico, 1%, em peso, de resina de ácido poliacrílico, 0,5%, em peso, de ácido cítrico, 0,3%, em peso, de DMDM-hidantoina, 0,3%, em peso, de ácido etileno-diamino-tetraacético e 95,9%, em peso, de água desionizada, tendo um pH de 6.

17ª. - Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por se incluir no referido gel 1% de agente tensio-activo não iónico, 0,6%, em peso, de resina de ácido poliacrílico, 0,1%, em peso, de citrato de sódio, 0,3%, em peso, de DMDM-hidantoina, 0,3%, em peso, de ácido etileno-diamino-tetraacético e 97,7% de água desionizada, tendo um pH de 6.

Lisboa, 30 de Novembro de 1988



J. PEREIRA DA CRUZ
Agente Oficial da Propriedade Industrial
RUA VICTOR CORDON, 10-A 3.º
1200 LISBOA