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

(21) PI 0718308-9 A2

(22) Data de Depósito: 02/11/2007
(43) Data da Publicação: 19/11/2013
(RPI 2237)

(51) Int.Cl.:
A61K 8/73
A61K 8/35
A61Q 5/12

(54) Título: POLÍMEROS DE POLIGALACTOMANANA CATIÔNICA DISPERSÍVEL TRATADOS COM GLIOXAL.

(57) Resumo:

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

(73) Titular(es): Hercules Incoporated

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

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

(86) Pedido Internacional: PCT US2007023156 de 02/11/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/057425de 15/05/2008

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"POLÍMEROS DE POLIGALACTOMANANA CATIÔNICA DISPERSÍVEL TRATADOS COM GLIOXAL".**

Pedidos Relacionados

Este pedido reivindica o benefício do Pedido Provisório U.S Nº Série 60/856.486, depositado em 3 de novembro de 2006, que é incorporado aqui a título de referência em sua totalidade.

Campo da Invenção

A presente invenção refere-se a composições de poligalactomanana e mais particularmente composições de goma guar que, quando reticuladas com glioxal, a partir de partículas de guar discretas, são capazes de serem facilmente dispersas em água, o que permite subsequente processamento da guar, tal como lavagem. A guar e seus derivados são desejáveis para uso em aplicações tais como produtos de cuidado pessoal ou de cuidados da casa, e seus similares.

Antecedentes da Invenção

As poligalactomananas e seus derivados são usados em várias aplicações tais como recuperação de óleo, produtos de cuidado pessoal, aplicações têxteis, aplicações de papel, aplicações de revestimento, aplicações alimentícias, etc. As poligalactomananas e seus derivados são difíceis de dispersar em soluções aquosas, à medida que eles tendem a formar partículas pegajosas que se agrupam e aglomeram, tornando a dissolução difícil. Para aperfeiçoar a dissolução dos polímeros, os agentes de reticulação, tal como bórax, são usados para permitir a lavagem com água da poligalactomanana após a reação e para dispersibilidade aperfeiçoada 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 tal como sais de metal à base de titânio e zircônio foram mencionados, sem a definição clara do método ou procedimento para seu uso.

Existe uma preocupação sobre os perigos dos compostos con-

tendo boro em alguns produtos de consumo, e existe uma necessidade por agentes de reticulação alternativos para uso na purificação e manipulação de polímeros de poligalactomanana e seus derivados.

Em aplicações de cuidado pessoal, tal como tratamento de cabelos e pele, e em aplicações de cuidado de caso, tal como aplicações de tratamento de tecido, há um desejo de depositar um revestimento produzido sem o uso de boro contendo compostos no substrato. No caso de aplicações de cuidado dos cabelos, o revestimento depositado resultante reduz a energia necessária para mover um pente através do cabelo no estado molhado ou seco ou fornece uma sensação suave e sedosa à pele ou ao tecido. Esse revestimento pode também agir para aperfeiçoar a retenção de brilho e umidade do cabelo e pele, bem como seu manuseio e sensação.

Sumário da Invenção

Em um primeiro aspecto, a presente invenção refere-se a um processo para produzir uma poligalactomanana compreendendo as etapas de: obter uma poligalactomanana catiônica; reticular a poligalactomanana com uma quantidade eficaz de glioxal para produzir uma partícula de poligalactomanana catiônica reticulada. A partícula de poligalactomanana catiônica reticulada é subsequentemente dispersa em água tendo um pH na faixa abaixo de aproximadamente 7 a aproximadamente 3 e lavada em água para remover impurezas da partícula de poligalactomanana catiônica reticulada.

Em um segundo aspecto, a presente invenção é direcionada a uma composição de cuidado pessoal e cuidados da casa compreendendo um polímero de poligalactomanana catiônica reticulada com glioxal e derivados. Essa poligalactomanana catiônica reticulada com glioxal é de utilidade em várias aplicações tal como produtos de cuidado pessoal ou produtos de cuidados de casa. A poligalactomanana catiônica reticulada com glioxal é de particular utilidade em aplicações onde o uso de compostos contendo boro tem que ser reduzido ou eliminado.

Breve Descrição dos Desenhos

A figura 1 é um gráfico da viscosidade de uma dispersão a 1% do produto do Exemplo 2 em água destilada pelo tempo em um pH de ?.

A figura 2 é um gráfico da viscosidade de uma dispersão a 1% do produto do Exemplo 3 em água destilada pelo tempo.

Descrição Detalhada da Invenção

Na presente invenção, concluiu-se que o tratamento de uma mistura reacional de poligalactomanana catiônica com glioxal em uma relação entre aproximadamente 0,5 a 5,0 em peso de glioxal / peso de polímero de galactomanana leva a uma poligalactomanana dispersível em água que permanece como um particulado discreto que não aglomera em um gel. O produto resultante é facilmente lavado em água e prontamente dispersível em água.

Essa aplicação é de utilidade como um auxílio de processamento para galactomananas. As poligalactomananas são polissacarídeos compostos principalmente de unidades de galactose e manose e são encontrados geralmente no endosperma de sementes de leguminosas tal como guar, alfarroba, honey locust, árvore flamejante, e seus similares. As poligalactomananas podem ser usadas ou em sua forma natural ou podem ser substituídas com um ou mais grupos funcionais (por exemplo, grupo carboximetila). A poligalactomanana mais comumente usada é a guar. A guar é uma guar derivatizada, ou seja, guar catiônica.

Uma vantagem do uso do glioxal sobre os sais de borato é que as poligalactomananas reticuladas com borato se desassociam mais rapidamente em água em um pH ácido do que as galactomananas tratadas com glioxal. Isso resulta na formação de partículas de gel infladas ou uma massa de gel em um pH ácido. Permitindo-se que a poligalactomanana permaneça como uma partícula discreta em valores de pH mais baixos, a lavagem da poligalactomanana em uma faixa de pH mais alta pode ser executada e desse modo permitindo a remoção de impurezas que não seriam removidas nas faixas de pH mais altas. Essas impurezas podem reduzir a clareza de soluções aquosas da poligalactomanana ou ser prejudiciais se permitidas a permanecer com a galactomanana em certas aplicações finais, tal como cuidado pessoal.

Em adição, concluiu-se que a função das poligalactomananas

catiônicas tratadas com glioxal bem como agentes de condicionamento e agentes espessantes em composições de cuidado pessoal.

De acordo com a presente invenção, a poligalactomanana catiônica ou derivado dessa geralmente tem um grau de substituição (DS) de substituinte com limite inferior de aproximadamente 0,001 e um limite superior de aproximadamente 3,0. Preferencialmente, o limite inferior do DS catiônico é 0,01, e mais preferencialmente 0,05. Preferencialmente, o limite superior do DS catiônico é 3,0, mais preferencialmente 1,0, e ainda mais preferencialmente 0,25. A poligalactomanana catiônica ou derivado dessa da presente invenção geralmente tem um peso molecular médio (Mw) com um limite inferior de aproximadamente 50.000 e um limite superior de aproximadamente 5.000.000 preferencialmente, o limite inferior do peso molecular é 300.000, e mais preferencialmente 400.000. Preferencialmente, o limite superior do peso molecular é 1.500.000, mais preferencialmente 1.000.000.

A funcionalidade catiônica da poligalactomanana ou poligalactomanana derivatizada pode ser adicionada à estrutura principal por método conhecidos. Por exemplo, o material de poligalactomanana pode ser reagido por um tempo suficiente e em uma temperatura suficiente com reagentes alquilantes amônio quaternário ou amino terciário, tal como cloreto de 2-dialquilaminoetila e compostos de amônio quaternário tal como cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio, e cloreto de 2,3-epóxi-propiltrimetilamônio. Exemplos preferenciais incluem sais de glicidiltrialquilamônio e sais de 3-halo-2-hidroxipropiltrialquilamônio tal como cloreto de glicidiltrimetilamônio, cloreto de glicidiltrietilamônio, cloreto de glicidiltripropilamônio, cloreto de glicidiletildimetilamônio, cloreto de glicidildietilmetilamônio, e iodetos correspondentes; cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrietilamônio, cloreto de 3-cloro-2- hidroxipropiltripropilamônio, cloreto de 3-cloro-2- hidroxipropiletildimetilamônio, e seus iodetos correspondentes; e compostos de amônio quaternário tal como compostos contendo haletos de anel de imidazolina.

A poligalactomanana catiônica pode também conter outros grupos substituintes tal como substituintes não-iônicos, isto é, alquila ou hidro-

xialquila onde a alquila representa uma porção de hidrocarboneto linear ou ramificada aromática tendo 1 a 30 átomos de carbono (por exemplo, etila ou hidroxietila, propila ou hidroxipropula, butila ou hidroxibutila) ou substituintes aniônicos, tal como grupos carboximetila são opcionais. Esses substituintes opcionais são 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 hidroxietila, grupos hidroxipropila ou grupos hidroxibutila, ou com (2) ácido clorometil acético para obter um grupo carboximetila. O processo para preparar a poligalactomanana derivatizada é bem conhecido na técnica. A poligalactomanana catiônica pode também conter mistura de um ou mais outros grupos substituintes tal como substituintes não-iônicos, aniônicos e catiônicos.

Os polímeros de poligalactomanana catiônica ou seus derivados, úteis na invenção podem ser tratados com vários reagentes conhecidos, tal como (1) cáustica, (2) ácidos, (3) por oxidantes bioquímicos, tal como galactose oxidase, (4) oxidantes químicos, tal 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 desses reagentes e métodos. Os reagentes tal como metabissulfito de sódio ou sais inorgânicos de bissulfito podem também ser opcionalmente incluídos.

O uso final preferencial dos polímeros de poligalactomanana catiônica tratados com glioxal da invenção é como um componente em composições de cuidado pessoal ou composições de cuidado da casa, onde a composição compreende uma poligalactomanana catiônica tratada com glioxal e um ingrediente ativo. O ingrediente ativo inclui, mas não está limitado a, ingredientes ativos de cuidado pessoal, tal como, por exemplo, analgésicos, anestésicos, agentes antibióticos, agentes antifúngicos, agentes antissépticos, agentes anticaspa, agentes antibacterianos, vitaminas, hormônios, agentes antidiarreia, corticosteroides, agentes anti-inflamatórios, vasodilatadores, agentes queratolíticos, composições para olho seco, agentes de cicatrização de ferida, agentes anti-infecção, bem como solventes, diluentes,

adjuvantes e outros ingredientes tal como água, álcool etílico, álcool isopropílico, propileno glicol, alcoóis superiores, glicerina, sorbitol, óleo mineral, conservantes, tensoativos, propelente, fragrâncias, óleos essenciais, e agentes de viscosidade.

De acordo com a presente invenção, o ingrediente ativo de cuidado pessoal deveria fornecer algum benefício ao corpo do usuário. As composições de cuidado pessoal incluem composições de tratamento de cabelo, tratamento de pele, proteção contra o sol e de cuidados orais. Exemplos de ingredientes de cuidado pessoal que podem ser adequadamente incluídos, mas não limitados, nos produtos de cuidado pessoal de acordo com a presente invenção são como segue:

1) Perfumes, que fornecem uma resposta olfatória na forma de uma fragrância e perfumes desodorantes que, em adição a fornecer uma resposta de fragrância podem também reduzir o mal-odor do corpo;

2) Refrescantes da pele, tal como mentol, acetato de mentila, mentil pirrolidona, carboxilato N-etil-p-mentano-3-carboxamida e outros derivados de mentol, que fornecem uma resposta tátil na forma de uma sensação refrescante na pele;

3) Emolientes, tal como isopropilmiristato, materiais de silicone, óleos minerais e óleos vegetais, que fornecem uma resposta tátil na forma de um aumento na lubricidade da pele;

4) Desodorantes além dos perfumes, cuja função é reduzir ou eliminar o nível de microflora na superfície da pele, especialmente aquela responsável pelo desenvolvimento de mal-odor corporal. Os precursores dos desodorantes além do perfume podem também ser usados;

5) Ativos antitranspirantes, cuja função é reduzir ou eliminar a aparência da transpiração na superfície da pele;

6) Agentes umectantes, que mantêm a umidade da pele ou adicionando umidade ou impedindo a evaporação da pele;

7) Agentes de Limpeza, que removem sujeita e óleo da pele;

8) Ingredientes ativos de protetor solar, que protegem a pele e o cabelo de raios UV e outros raios de luz prejudiciais provenientes do sol. De

acordo com essa invenção, a quantidade terapeuticamente eficaz será normalmente de 0,01 a 10% em peso, preferencialmente 0,1 a 5% em peso da composição;

9) Agentes de tratamento do cabelo, que condicionam, limpam e desembaraçam o cabelo, agem como agente de penteado, agentes de brilho e de volume, agentes de retenção de cor, agente anticaspa, promotores de crescimento capilar, corantes e pigmentos para o cabelo, perfumes para o cabelo, relaxador capilar, agente de branqueamento capilar, umidificador de cabelo, agente de tratamento de óleo capilar, e agente anticachos;

10) Agentes de cuidados orais, tal como dentifrícios e enxaguatórios bucais, que limpam, branqueiam, desodorizam e protegem os dentes e gengivas;

11) Adesivos de dentadura que fornecem propriedades de aderência a dentaduras;

12) Produtos para barbear, tal como cremes, géis, e loções e tiras de lubrificação de lâminas de barbear;

13) Pigmentos ou corantes que conferem cor ao cabelo, pele ou substrato têxtil.

De acordo com a presente invenção, o ingrediente ativo de cuidado da casa deveria fornecer algum benefício ao usuário. Exemplos de ingredientes de cuidado da casa que podem ser adequadamente incluídos, mas não limitados, de acordo com a presente invenção, são como segue:

1) Perfumes, que fornecem uma resposta olfatória na forma de uma fragrância e perfumes desodorantes que, em adição a fornecer uma resposta de fragrância podem também reduzir o odor;

2) Agente repelente de inseto cuja função é manter afastados insetos de uma área particular ou de ataque à pele;

3) Agente de geração de bolhas, tal como um tensoativo que gera espuma ou bolhas;

4) Desodorizador ou inseticidas de animais tal como piretrina que reduz o odor do animal;

5) Agente de xampu para animais e ativos, cuja função é remo-

ver sujeira, material estranho e germes de superfícies de pele e cabelo;

6) Barra de grau industrial, gel de banho, e ativos de sabonete líquido que removem germes, sujeira, gordura e óleo da pele, sanitiza e condiciona a pele;

7) Agentes de limpeza para todos os propósitos, que removem sujeira, óleo, gordura, germes da superfície em áreas tais como cozinhas, banheiros, e instalações públicas;

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

9) Ativos de limpeza de tapetes e estofamentos que elevam e removem sujeira e partículas estranhas das superfícies e também fornecem amaciamento e perfumes;

10) Um ativo de amaciante de lavanderia, que reduz a estática e torna o tecido mais macio;

11) Ingredientes de detergente de lavanderia que removem sujeira, óleo, gordura, manchas e mata germes;

12) Ingredientes amaciantes de tecido ou de detergente de lavanderia que reduzem a perda de cor durante o ciclo de lavagem, enxágue, e secagem do tecido;

13) Detergentes de lavagem de louças que removem as manchas, alimentos e germes;

14) Agentes de limpeza de pia de banheiro, que removem manchas, matam germes, e desodorizam;

15) Ativos de pré-tiragem de manchas de lavanderia que auxiliam na remoção de manchas das roupas;

16) Agente de dimensionamento de tecido que aperfeiçoa a aparência do tecido;

17) Ativos de limpeza de veículo que removem a sujeira, gordura, etc. de veículos e equipamento;

18) Agente lubrificante que reduz o atrito entre as partes; e

A lista acima de ingredientes ativos de cuidado pessoal e cuidado da casa são somente exemplos e não são uma lista completa de ingredi-

entes ativos que podem ser usados. Outros ingredientes que são usados nesses tipos de produtos são bem conhecidos na indústria. Em adição aos ingredientes acima convencionalmente usados, a composição de acordo com a presente invenção pode opcionalmente também incluir, mas não está limitada, a ingredientes tais como corante, conservante, antioxidante, suplementos nutricionais, alfa ou beta hidróxi ácido, intensificador de atividade, emulsificantes, polímeros funcionais, agentes de viscosidade (tal como sais, isto é, NaCl, NH_4Cl e KCl, polímeros solúveis em água, isto é, hidroxietilcelulose, hidroxipropilmetil celulose, e alcoóis graxos, isto é, cetil álcool), alcoóis tendo 1 a 6 carbonos, gorduras ou compostos graxos, composto antimicrobiano, piritiona de zinco, material à base de silicone, polímero de hidrocarboneto, emolientes, óleos, tensoativos, medicamentos, flavorizantes, fragrâncias, agentes de suspensão, e misturas desses.

De acordo com a presente invenção, exemplos de polímeros funcionais que podem ser usados em misturas com a poligalactomanana tratada com glioxal ou derivados desses desta invenção incluem polímeros solúveis em água tal como homopolímeros de ácido acrílico tal como produto Carbopol® e copolímeros de ácido acrílico aniônicos e anfotéricos, homopolímeros de vinil pirrolidona e copolímeros de vinil pirrolidona catiônica, polímeros celulósicos catiônicos, aniônicos e anfotéricos tais como hidroxietil celulose, hidroxipropil celulose, carboximetil celulose, hidroxipropilmetil celulose, hidroxietil celulose catiônica, carboximetilhidroxietil celulose catiônica, e hidroxipropil celulose catiônica, homopolímeros de acrilamida e copolímeros de acrilamida catiônica, anfotérica e hidrofóbica, polímeros e copolímeros de polietileno glicol, poliéteres hidrofóbicos, polieteracetal hidrofóbico, poliuretanos hidrofobicamente modificados e outros polímeros referidos como polímeros associativos, polímeros celulósicos hidrofóbicos, copolímeros de polietileno óxido - propileno óxido, e polissacarídeos não-iônicos, aniônicos, hidrofóbicos, anfotéricos e catiônicos tal como xantana, quitosana, carboximetila, alginatos e goma arábica.

De acordo com a invenção, os materiais à base de silicone que podem ser usados são poliorganossiloxanos que podem estar na forma de

polímeros, oligômeros, óleos, ceras, resinas, ou gomas ou poliorganossiloxano poliéter copolióis, amodimeticonas, materiais à base de polidimetilsiloxano catiônico e qualquer outro material à base de silicone que é usado em composições de cuidado pessoal e de cuidado de casa.

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

Concluiu-se que as poligalactomananas catiônicas tratadas com glioxal podem se depositar com alta eficácia no cabelo/pele e podem conferir benefícios de condicionamento aos substratos de queratina discutidos.

Tais polímeros conferem outros benefícios no penteado de cabelo, loções corporais e protetores solares devido à formação de película hidrofóbica em substratos de queratina que agiriam como barreira entre essas superfícies e a atmosfera ao redor.

Os polímeros desta invenção podem ser úteis como agentes de condicionamento em xampus 2 em 1, loções corporais, protetores solares, produtos para pentear os cabelos e antiformação de cachos. Os polímeros desta invenção podem também ser usados para aperfeiçoar o volume do cabelo, o manuseio, o reparo do cabelo, ou a retenção de cor, umidificação da pele e retenção de umidade, retenção de fragrância, longevidade do protetor solar no cabelo, pele e tecidos, e intensificação de sabor e desempenho antimicrobiano em aplicações de cuidado oral, e aperfeiçoam a resistência à abrasão no tecido e durabilidade da cor em aplicações de cuidado da casa.

As medições de penteabilidade do cabelo seco e molhado são métodos de teste típicos usados para medir o desempenho do condicionamento em aplicações de xampu e condicionador. Em aplicações de cuidado da pele, lubricidade da pele ou atrito reduzido ou sensação mais suave da

pele, a transmissão de vapor de água reduzida e elasticidade da pele aperfeiçoada são métodos de teste usados para medir o condicionamento da pele. Em formulações de produto de limpeza de cuidado da casa à base de tensoativo onde o desempenho de condicionamento é desejado, tal como detergentes de louças, amaciantes de tecido, e produtos antiestáticos, o condicionamento se refere a conferir um toque mais macio ao tecido e eliminar os efeitos estáticos, eliminando a quebra das fibras do tecido ou deformação conhecida como formação de bolinhas. A propriedade de conferir retenção de cor a tecidos é também importante e pode ser medida.

Os seguintes exemplos demonstram a reticulação de guar catiônica com glioxal e seu uso em composições de cuidado pessoal. Os exemplos são meramente apresentados para propósitos ilustrativos, todas as partes e porcentagens sendo por peso, a menos que de outra forma indicado. Entende-se que outras modificações da presente invenção podem ser feitas pelos versados na técnica na indústria relacionada sem abandonar o espírito e escopo da invenção.

Exemplo Comparativo 1 e Exemplos 2 a 4

Preparação de Guar Catiônica

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

Segmentos de guar (882 g), e água (450 g) foram misturados em um reator agitado sob nitrogênio. O reator é purgado com nitrogênio e ventilado para remover oxigênio. A reação é conduzida em uma temperatura entre 30°C e 50°C, após a adição de cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio (289 g de uma solução aquosa a 65%), seguida por 280 gramas de hidróxido de sódio a 25%. A reação é resfriada à temperatura ambiente.

Quando os segmentos de guar catiônica foram lavados com água para remover os sais e impurezas, os segmentos transformados em gel inflável, e a filtração não foi possível. Uma amostra dos segmentos não purificados foi seca e moída para determinar o teor de sais, analisada como cinzas de sulfato. O produto da reação é mostrado no Exemplo Comparativo 1 na Tabela 1.

Reticulação com Glioxal

Uma guar catiônica foi preparada similarmente ao Exemplo 1. No fim da reação com cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropilmetilamônio, várias quantidades de ácido acético e glioxal foram adicionadas com agitação. As quantidades de ácido acético e glioxal usadas são indicadas na Tabela 1 para os Exemplos 2 a 4. A mistura foi aquecida acima de 45°C para efetuar a reticulação.

Procedimento de Lavagem

Após a mistura reacional ser resfriada à temperatura ambiente, o produto bruto foi lavado com água por 2 horas. O produto foi então filtrado, seco e moído.

Os sais residuais como um resultado da purificação com água são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1 – Reticulação da Guar Catiônica				
Exemplo	1 (Exemplo Comparativo)	2	3	4
Ácido acético, g	0	225	135	90
Solução de glioxal a 40%, g	0	28	56	16
Lavagem com água	2 horas	2 horas	2 horas	40 minutos
Filtração	Sem líquido livre	Bem filtrado	Bem filtrado	Bem filtrado
DS Catiônico	~0,14	0,14	0,14	0,11
Cinzas, %	11	2	2	3
Dispersibilidade de 1% do produto em água	-	Bem disperso	Bem disperso	Bem disperso

O produto final foi analisado para ter um grau de substituição catiônica de 0,14 para ambos os Exemplos 2 e 3 e 0,11 para o Exemplo 4. O Exemplo Comparativo 1 é presumido como tendo o mesmo DS à medida que a mesma fórmula é usada para a derivatização catiônica.

À parte de habilitar a purificação com água, a reticulação com glioxal também fornece um produto dispersível em água. O produto não reticulado se aglomerou prontamente quando adicionado à água. As figuraS 1 e 2 ilustram que os produtos produzidos nos Exemplos 2 e 3 foram facilmente dispersos em água antes de começarem a dissolver.

Exemplos 5 e 6 e Exemplo Comparativo 7

Os produtos reticulados adicionais da invenção são mostrados nos Exemplos 5 e 6 na Tabela 2. O Exemplo 5 foi preparado de acordo com

o procedimento no Exemplo 3 para produzir uma guar catiônica com um DS catiônico de 0,14. O produto no Exemplo 6 foi preparado de acordo com o procedimento no Exemplo 3, usando uma quantidade 30% maior de cloreto de 2-hidroxipropil-3-trimetilamônio para alcançar um DS catiônico de 0,2. Uma viscosidade aquosa a 1% dos produtos da invenção nos Exemplos 5 e 6 é similar à viscosidade aquosa a 1% da guar catiônica reticulada com borato comparativo no Exemplo 7.

Exemplo 8 e 9 e Exemplos Comparativos 10 e 11

Demonstração do Desempenho de Condicionamento de Produtos da Invenção

O uso dos materiais à base de poligalactomanana catiônica da invenção dos Exemplos 5 e 6 em uma formulação de xampu de condicionador é demonstrado nos Exemplos 8 e 9, Tabela 2, e contrastado com um xampu de controle comparativo contendo a guar catiônica reticulada com borato do Exemplo 7 (Exemplo 10) e um xampu não contendo guar catiônica (Exemplo 11).

Preparação do Xampu

As formulações de xampu condicionador na Tabela 2 foram preparadas combinando-se 77 partes em peso (pbw) da composição de pré-mistura de tensoativo mostrada na Tabela 3 com 19 pbw de água desionizada, e 0,3 pbw do polímero da invenção usando um agitador mecânico superior Caframo com uma lâmina de dispersão, agitando a 600 rpm, e permitindo que a composição misture por 45 minutos em temperatura ambiente. Nessa hora, 3 pbw de uma emulsão de silicone (Dow Corning 1784) foram adicionados à formulação, e a mistura foi continuada por mais 15 minutos. As composições de xampu foram mantidas em temperatura ambiente de um dia para o outro, e a viscosidade de cada xampu foi medida usando um viscômetro Brookfield LVT com um pequeno adaptador de amostra, eixo 31, na velocidade de rotação especificada.

Medições de Viscosidade de Xampu

A comparação da viscosidade do xampu para os Exemplos 8 e 9, que contém as guar catiônicas reticuladas com glioxal da invenção, com o

Exemplo Comparativo 11, que não contém polímero, demonstra o desempenho de viscosidade dos produtos da invenção. As viscosidades dos xampus nos Exemplos 8 e 9 são similares à viscosidade do xampu contendo guar catiônica reticulada com borato no Exemplo 10.

Os polissacarídeos catiônicos e outros polímeros foram amplamente usados em produtos de cuidado pessoal, de cuidado da casa, industriais, e institucionais para executar uma função no produto final, do uso do polímero como gelificantes, ligantes, espessantes, estabilizantes, emulsificantes, auxiliadores de difusão e deposição e veículos para intensificar a reologia, eficácia, deposição, estética e liberação de ingredientes química e fisiologicamente ativos em composições de cuidado pessoal, de cuidado da casa, institucionais e industriais. Dependendo da aplicação, o substrato ao qual o produto é aplicado pode ser pele, cabelo ou substrato têxtil.

Os polissacarídeos catiônicos são usados em produtos de tratamento de cabelo para fornecer condicionamento do cabelo. Em produtos de tratamento de pele, esses mesmos polímeros podem fornecer efeitos de condicionamento à pele. Quando incorporados em detergentes e formulações de amaciamento de tecidos, esses mesmos polímeros podem fornecer características de condicionamento, amaciamento, antiabrasão e antiestáticas a tecidos.

As medidas de penteabilidade seca ou molhada são métodos de teste típicos usados para medir o desempenho de condicionamento em aplicações de xampu e condicionador. O desempenho de penteado de cada formulação de xampu foi medido dentro de 24 horas de preparação do xampu, em dois cachos de cabelo Europeu virgens castanho médio (National Hair Importers, New Jersey) que foram previamente tratados com uma solução de lauril sulfato de sódio (SLS), enxaguados, e secos de um dia para o outro a 23°C e com 50% de umidade relativa.

Medidas de Desempenho de Penteado

O desempenho do penteado foi medido aplicando-se a formulação de xampu a um cacho molhado com água, em uma relação de 0,5 pbw de xampu/1 pbw de cacho de cabelo. O cacho foi massageado por 60 se-

gundos, então enxaguado com água a 40°C por 30 segundos. Esse processo foi repetido, então o cacho foi enxaguado com água desionizada e a água em excesso foi espremida do cacho. O cacho foi localizado no aparelho de pente duplo e a força de penteado molhado medida 8 vezes em um Instron 5542 em uma velocidade de tração de 12,5 cm/min usando o método do pente duplo, com pentes de bolso fino de borracha duros Ace, em 23°C e 50% de umidade relativa. Os cachos de cabelo foram então permitidos a secar de um dia para o outro a 23°C e 50% de umidade relativa, e o desempenho do pente seco foi medido usando o mesmo método de pente duplo. As energias do pente normalizadas na Tabela 2 representam a energia total do pente/peso do cacho.

O desempenho de condicionamento dos produtos da invenção é demonstrado pelos resultados de energia de penteado seco e molhado significativamente reduzida para os Exemplos 8 e 9 comparado às energias de penteado mais altas correspondentes para o xampu de controle sem polímero no Exemplo 11. As energias de penteado para os Exemplos 8 e 9 comparam-se bem com a energia de penteado para o xampu contendo guar catiônica reticulada com borato no Exemplo 10.

Tabela 2 - Desempenho de Polímeros de Galactomanana Catiônica Reticulada com Glioxal em Xampu de Condicionamento

Exemplo	5	6	7 (Exemplo Comparativo)[1]
Tratamento	glioxal	glioxal	borato
DS Catiônico	0,14	0,256	0,13
% de Umidade	7,8	7,3	
Viscosidade Aquosa a 1% como recebido, cps.	2650	2600	3500

Exemplo	8	9	10 (Exemplo Comparativo)	11 (Exemplo Comparativo sem Polímero)
Viscosidade de Xampu Condicionador (Brookfield LVT SP. #31, pequeno adaptador de amostra, 6 rpm, pH 5,1), cps.	4855	5780	6010 (3 rpm; pH 5,8)	1421 (12 rpm)
Energia de Pente Molhado Normalizada (gf-mm/g)	1262	1345	963	2340
Energia de Pente Seco Normalizada (gf-mm/g)	301	281	242	670

1. Guar catiônica N-Hance® 3196, reticulada com borato (Divisão Aqualon de Hercules Incorporated)

Tabela 3 – Composição de Prémistura de Xampu

Ingrediente	Fabricante	Partes em peso
Água Desionizada		896
Stepanol AM	Stepan	1027
Steol CA-330		310
Anfosol CA		186
Glidante	Lonza	16,25
25% em peso de Cloreto de Amônio (aq)		65

Exemplos 12 e 13 e Exemplo Comparativo 14

Demonstração do uso em Aplicação de cuidado da pele, sabonete líquido

O desempenho de espessamento dos produtos da invenção em uma formulação de sabonete líquido é demonstrado na Tabela 4. As formulações de sabonete líquido foram preparadas adicionando-se 0,3 pbw dos polímeros da invenção nos Exemplos 5 e 6 para 76 pbw da formulação prémistura de sabonete líquido na Tabela 5, e água (adicionada para trazer o volume a 100). A mistura foi executada usando um agitador mecânico superior com uma lâmina de dispersão, por 1 hora. O pH do sabonete líquido foi 5,6.

O sabonete líquido dos exemplos 12 e 13 contém os polímeros da invenção dos Exemplos 5 e 6, respectivamente. A adição dos polímeros da invenção à formulação de sabonete líquido leva à viscosidade aumentada do sabonete líquido em relação ao sabonete líquido de controle comparativo, não contendo guar catiônica, no Exemplo 14.

Tabela 4 - Desempenho de Produtos da Invenção em Formulação de Sabonete Líquido

Exemplo	12	13	14
Polímero	Ex. 5	Ex. 6	Nenhum
Viscosidade/cps[1]	5120	5020	1864

1. Brookfield LVT, eixo. 3, 12 rpm

Tabela 5 – Formulação de Prémistura de Sabonete Líquido

Ingrediente	Fabricante	Partes em peso
Stepanol AM	Stepan Chemical Co.	697
Steol CA 300		2500
Amphosol CA		500
Água desionizada		279
Glidante	Lonza Chemicals	24,5

De acordo com a presente invenção, a poligalactomanana catiônica ou derivado dessa geralmente tem um grau de substituição (DS) catiônico de limite inferior aproximadamente 0,001 e limite superior de aproximadamente 0,3.

Em adição ao uso de glioxal como um agente de reticulação para polímeros de poligalactomanana e seus derivados, outros agentes que formam um complexo dispersível em água e inflável em água com os polímeros de poligalactomanana, podem também agir para aperfeiçoar a dispersibilidade em água da poligalactomanana. Esses agentes incluem oligômeros ou polímeros contendo grupos fosfato, sulfato, sulfonato, carboxilato, ou carbonato, incluindo sulfonato de polistireno hexametafosfato de sódio, e proteínas tais como caseína ou soro de leite que podem formar um complexo dispersível em água com os polímeros de poligalactomanana catiônica. Esses agentes também incluem agentes ativos na superfície aniônicos, catiônicos, e anfotéricos tais como lauril sulfato de amônio, lauril sulfato de sódio, cloreto ou brometo de cetiltrimetilamônio, e cocamidopropil betaína.

Em adição, outros reticuladores, tal como cloroformato, reagentes de reticulação à base de siloxano, tal como tietoxissilano, podem ser usados para reticular a poligalactomanana, tornando-os dispersíveis em água.

Os produtos reticulados dispersíveis em água descritos acima podem então ser usados em aplicações tais como recuperação de óleo, produtos de cuidado pessoal, aplicações têxteis, aplicações em papel, aplicações de revestimento, aplicações alimentícias onde eles podem ser dispersos e dissolvidos em fases aquosas por ajustamento apropriado do pH da solução ou por adição de sais.

Embora a invenção tenha sido descrita com relação às modali-

dades preferenciais, entende-se que variações e modificações na forma e detalhes dessas podem ser feitas sem abandonar o espírito e escopo da invenção reivindicada. Tais variações e modificações são para serem consideradas dentro do alcance e escopo das reivindicações em anexo.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição, compreendendo:

uma poligalactomanana catiônica tratada com glioxal e um agente de ingrediente ativo.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, onde a poligalactomanana tratada com glioxal compreende poligalactomanana catiônica tratada com glioxal.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 1, onde a poligalactomanana catiônica tratada com glioxal é guar catiônica tratada com glioxal.

4. Composição, de acordo com a reivindicação 3, onde a guar catiônica tratada com glioxal tem um limite inferior de grau de substituição (DS) de substituinte de aproximadamente 0,001 e um limite superior de aproximadamente 3,0.

5. Composição, de acordo com a reivindicação 3, onde a guar catiônica tratada com glioxal tem um peso molecular médio (Mw) com um limite inferior de aproximadamente 50.000 e um limite superior de aproximadamente 5.000.000.

6. Composição, de acordo com a reivindicação 1, onde a composição compreende uma composição de cuidados pessoais selecionada a partir do grupo que consiste em composições para limpeza, condicionadores, e produtos para penteado.

7. Composição, de acordo com a reivindicação 6, onde a composição de cuidados pessoais compreende adicionalmente um ou mais compostos tensoativos, selecionados a partir de tensoativos anfotéricos, tensoativos catiônicos, tensoativos aniônicos, tensoativos não-iônicos, tensoativos zwitteriônicos, e combinações desses.

8. Composição, de acordo com a reivindicação 7, adicionalmente compreendendo um ou mais ingredientes adicionais selecionados a partir do grupo que consiste em conservantes, espessantes, polímeros funcionais, modificadores de viscosidade, eletrólitos, agentes de ajustamento de pH, perfumes, corantes, bloqueadores de UV, materiais de organosilicone, agen-

tes anticaspa, vitaminas, derivados de vitamina.

9. Composição, de acordo com a reivindicação 6, onde a composição de cuidados pessoais é uma composição de cuidados dos cabelos.

10. Composição, de acordo com a reivindicação 6, onde a composição de cuidados pessoais é uma composição de cuidados da pele.

11. Composição, de acordo com a reivindicação 1, onde a composição compreende uma composição de cuidados domésticos.

12. Processo para produzir uma poligalactomanana catiônica tratada com glioxal reticulado, compreendendo as etapas de:

a. obter uma poligalactomanana catiônica;
b. tratar a poligalactomanana catiônica com uma quantidade eficaz de glioxal para produzir uma partícula de poligalactomanana catiônica tratada com glioxal reticulado;
c. dispersar a partícula de poligalactomanana catiônica tratada com glioxal reticulado em água tendo um pH na faixa abaixo de aproximadamente 7 a aproximadamente 3; e
d. lavar a partícula de poligalactomanana catiônica tratada com glioxal reticulado em água.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, onde a poligalactomanana catiônica compreende guar catiônica.

14. Poligalactomanana catiônica dispersível, compreendendo uma poligalactomanana tratada com glioxal, onde a poligalactomanana tratada com glioxal reticulado tem um grau de substituição (DS) de substituinte com limite inferior de aproximadamente 0,001 e um limite superior de aproximadamente 3,0.

15. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a reivindicação 14, onde o grau de substituição (DS) de substituinte com limite inferior é aproximadamente 0,01.

16. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a reivindicação 14, onde o grau de substituição (DS) de substituinte com limite inferior é aproximadamente 0,05.

17. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a

reivindicação 14, onde o grau de substituição (DS) de substituinte com limite superior é aproximadamente 1,0.

18. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a reivindicação 14, onde o grau de substituição (DS) de substituinte com limite superior é aproximadamente 0,25.

19. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a reivindicação 14, onde a poligalactomanana tratada com glioxal reticulado tem um peso molecular médio (Mw) com um limite inferior de aproximadamente 50.000 e um limite superior de aproximadamente 5.000.000.

20. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a reivindicação 19, onde o peso molecular médio (Mw) é aproximadamente 300.000.

21. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a reivindicação 19, onde o peso molecular médio (Mw) é aproximadamente 400.000.

22. Poligalactomanana catiônica dispersível, de acordo com a reivindicação 14, onde a poligalactomanana tratada com glioxal reticulado compreende uma guar tratada com glioxal reticulado.

FIG. 1

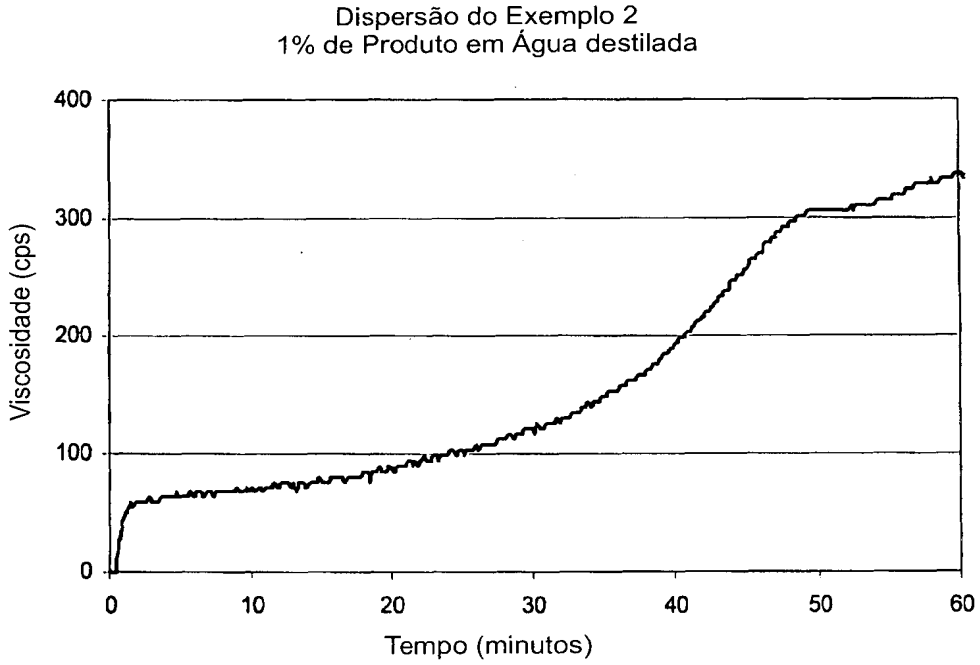
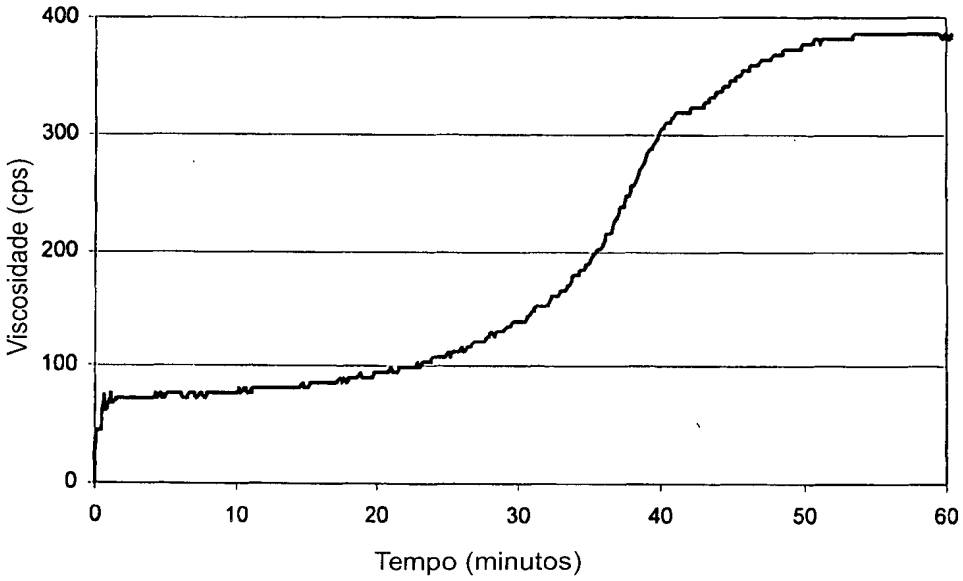

Dispersão do Exemplo 2
1% de Produto em Água destilada
Viscosidade (cps)
400
300
200
100
0
0
10
20
30
40
50
60
Tempo (minutos)

FIG. 2

Dispersão do Exemplo 3
1% de Produto em Água destilada



RESUMO

Patente de Invenção: **"POLÍMEROS DE POLIGALACTOMANANA CATIÔNICA DISPERSÍVEL TRATADOS COM GLIOXAL".**

A presente invenção refere-se a composições de poligalactomanana, e mais particularmente, composições de goma guar catiônica, que, quando reticuladas com glioxal, a partir de partículas de guar discretas que são capazes de serem facilmente dispersas em água, o que permite subseqüente processamento da guar, tal como lavagem. A guar e seus derivados são desejáveis para uso em aplicações tal como produtos de cuidados domésticos, de cuidados pessoais, e seus similares.