

2 F



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

PCT

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21 EXPEDIENTE N°

03-60591

54 TÍTULO

UN ETÉR DE AMONIO CUATERNARIO DE ALQUIL HIDROXIETIL
CELULOZA COMO ACONDICIONADOR PARA LA PIEL Y EL CABELLO

51 CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

C08B 11/14

AGIK 7/06

71 SOLICITANTE

AKZO NOBEL N V

DOMICILIO

Amhem, Holanda

74 APODERADO

LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONE

22 BOGOTÁ, D C

17 JUL 2008

202099

(FORMA P 10)

SS

PETITORIO

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA



03 060591 00

Radicación : 03060591 00000000
Fecha (AMB) : 2003-07-17 15:40:43
Trámite : 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Folios: 26

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL

1

SOLICITUD DE:

☒

Patente de Invención

☐

Patente de Modelo de Utilidad

☐

Capítulo I

☒

Capítulo II

2

SOLICITANTE
(71)

Nombre: AKZO NOBEL N.V.

Dirección: P.O. Box 9300

Nacionalidad o domicilio: Arnhem, Holanda

Lugar de Constitución: Suecia

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual
Número

3

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONE

Dirección: Carrera 13 No. 37-43 Piso 12

Teléfono: 285 7480 Fax: 28 9287

E-mail: info@castillograu.com

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NIT ☐

C.E. ☐ OTRO ☐

Cual
Número 79.397.879 TP 68.995 del
de Bogotá C.S.J.

4

INVENTOR(ES)
(72)

Nombre: Asa Busk, P.M. van der Horst, Holger Platz, Yonghua Tang

Dirección: Slupen 551, Hagemanewal 92, Jungersdorfer Str. 64a, 2 Cutler Court

Nacionalidad o Domicilio: Stenungsund (Suecia), Arnhem (Holanda), Langerwehe (Alemania),
Suffern (NY, E.U.A.)

5

PCT (88)

Solicitud Internacional No. PCT/SE02/00466

Fecha: 14/03/02

Publicación Internacional No. WO 02/079259 A1

Fecha: 10/10/02

6

Título (54)

UN ETÉR AMONIO CUATERNARIO DE ALQUIL HIDROXIETIL CELULOSA COMO
ACONDICIONADOR PARA LA PIEL Y EL CABELLO

7

Clasificación Internacional (51)

C08B 11/14

AGIK 7/06

8

Prioridad

Si

☒

No

☐

(33) País de origen
SUECIA

(32) Fecha

Marzo 29, 2001

(31) Número de Solicitud

0101108-9

9

Comprobante de pago N°:

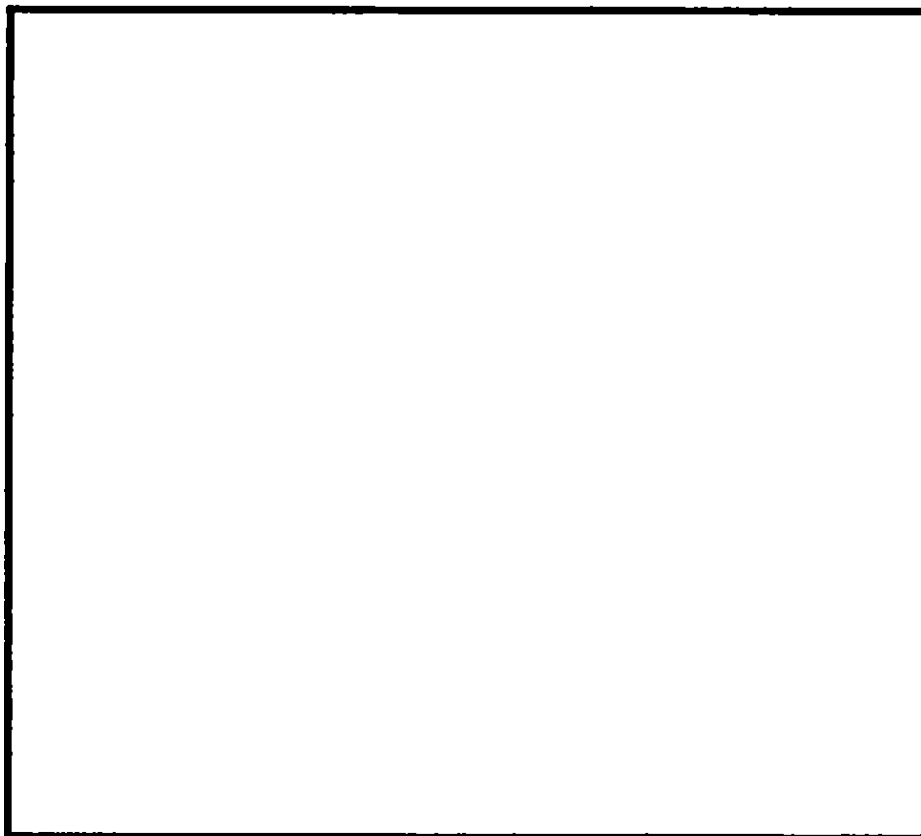
49675

Fecha:

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso
- ☐ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica
- ☐ Documento de Cesión del Inventor al solicitante o a su acusante
- ☐ Declaraciones
- ☐ Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito de material biológico.
- ☐ Arte final 12 x 12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ Otros

11 FIGURA CARACTERISTICA



12 Solicito la concesión de patente,

NOMBRE: LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONEFIRMA: C.C. 78'387.878
de BogotáT.P No. 68.995
del C.S.J.

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página

3

SUPERINTENDENCIA Y LICENCIADO
Radicacion : 03060591 00000000 Folios: 26
Fecha (HH): 2003-07-17 15:40:43
Tramite : 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

NIT : 000176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 03 - 49,675
FECHA : JULIO 16 DE 2003

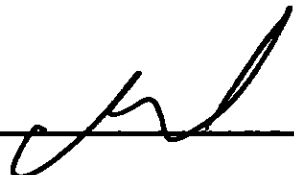
CONSIGNACION

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CASTILLO GRAU Y ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	030-00110-b	16586694	16/07/2003	2,230,000.00

C O N C E P T O

CANT. CONTABILITIVA	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITE DE SOL. DE PATENTE DE IN	400,000.00
	TOTAL :	400,000.00

SON: CUATROCIENTOS MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

UN ÉTER DE AMONIO CUATERNARIO DE ALQUIL HIDROXIETIL CELULOSA COMO ACONDICIONADOR PARA LA PIEL Y EL CABELLO

La presente invención se refiere al uso de un cierto derivado de éter cuaternario de amonio celulosa, que tiene propiedades mejoradas como suavizante en comparación con los derivados de este tipo previamente conocidos, como acondicionador para el cabello y la piel.

Los derivados de celulosa catiónica que contienen grupos de cloruro de amonio de 2-hidroxi propiltrialquil son ampliamente usados como agentes suavizantes en productos para el cuidado del cabello y de la piel y varias publicaciones tratan este tema; ver por ejemplo, el artículo de Bernard Idson, *Cosmet. Sci, Technol. Ser.* (1999), 21, 251-279. El efecto acondicionador se obtiene porque los grupos de amonio cargados positivamente de los derivados de la celulosa catiónica pueden ligarse en sitios aniónicos presentes en las queratinas naturales, como el cabello y la piel. De este modo, el cabello se puede desenredar más fácilmente cuando se peina en húmedo, y cuando está seco, será más suave, brillante y manejable. Se reducen tanto las fuerzas del peinado como del cabello lacio. Para la piel, los derivados de celulosa catiónica imparten una sensación suave, emolencia y protección.

La capacidad de actuar como acondicionador depende de qué tanta sustancia se deposite en las superficies del cabello o de la piel, y también de qué tanta sustancia permanezca luego del enjuague. La resistencia al enjuague se llama sustentividad, y un buen acondicionador debe tener grande sustentividad. Sin embargo, demasiada sustentividad puede ser negativa, ya que no debe quedar acondicionador acumulado en el cabello si se usa con frecuencia. La acumulación hará que el cabello luzca desmadejado y que se sienta tieso y pesado.

La producción de éteres de celulosa catiónica del tipo arriba mencionado se ha descrito por ejemplo, en la publicación US 3472840. Estos éteres se obtienen haciendo reaccionar un material celulósico con un cloruro de amonio de 2,3-epoxipropiltrialquil o con un cloruro de amonio de 3-cloro-2-hidroxipropiltrialquil en presencia de un hidróxido alcalino acuoso. El material celulósico de inicio puede ser una celulosa insustituída o un derivado de éter celulosa, tal como hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa o metil celulosa.

Los éteres de celulosa modificados hidrofóbicamente, en los que el grupo hidrofóbico tiene al menos 10 átomos de carbono y que contienen un grupo de sal

de amonio cuaternario, se describen en WO 00/66656 como modificadores de reología para recubrimientos flotantes.

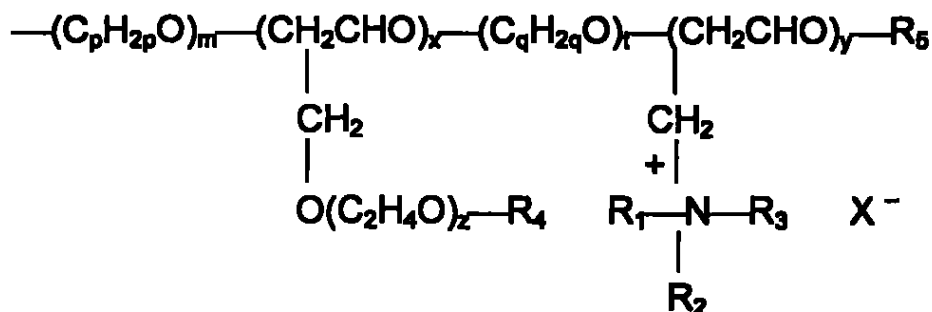
Los derivados de celulosa catiónica que más se usan a nivel comercial como acondicionadores son los derivados de hidroxietil celulosa catiónica (HEC) conocidos como polycuaternio-10, que contienen grupos éter 2-hidroxi-3-(trimetilamonio)propil. Una serie de publicaciones describen diferentes composiciones que contienen derivados de celulosa catiónica en general, más frecuentemente ejemplificados por el uso de derivados de polycuaternio-10. Una publicación de patente anterior que describe una composición de enjuague champú-crema es la US 3816616, en la cual se divulga que los derivados de celulosa catiónica, ejemplificados por HEC catiónica, se pueden usar en combinación con un surfactante aniónico. La composición divulgada se usa para lavar el cabello y también para acondicionarlo con el fin de mejorar el peinado en mojado y la apariencia general.

Los éteres de celulosa se describen normalmente indicando el número de sustituyentes de alquil o hidroxialquil presentes en el promedio por unidad anhidroglucosa. El número de los grupos alquil se da como el grado de sustitución (DS) y el número de grupos hidroalquilo, como sustitución molar (MS). Como máximo, DS podría ser 3, pero MS podría ser mayor ya que se puede agregar varias unidades de oxialquilenos a la misma posición mediante reacción adicional del grupo hidroxilo con más epóxido.

Sorprendentemente, ahora se ha encontrado que los derivados de celulosa catiónica basados en un éter de amonio cuaternario de hidroxietil celulosa que comprenden un sustituyente de éter que contengan un grupo alquilo con 2 a 4 átomos de carbono, preferiblemente, 2 átomos de carbono, con un DS_{alquil} de 0,1 – 2,5, preferiblemente, 0,2 – 2,0 y más preferiblemente 0,3 – 1,5, presentan excelentes propiedades como acondicionadores para el cabello y la piel. Por ejemplo, el éter de amonio cuaternario de hidroxietil celulosa presenta una sustentividad aumentada para el cabello, sin mostrar ninguna acumulación luego de varios champús. El cabello que ha sido tratado con el éter de celulosa arriba mencionado también demuestra propiedades mejoradas de peinado en mojado en comparación con el cabello que ha sido tratado con éteres de hidroxietil celulosa catiónica de la técnica anterior. El DS_{alquil} se adapta a la hidrofobicidad de los grupos alquilo, lo que significa que DS es normalmente más bajo para los grupos más hidrofóbicos de propilo y butilo, que lo que son para etilo. Preferiblemente, DS_{etilo} es 0,3 – 2,5, preferiblemente 0,5 – 2,0 y más preferiblemente, 0,7 – 1,5.

El $MS_{hidroxetil}$ de los éteres de celulosa de la presente invención pueden variar dentro de amplios límites, pero normalmente está entre 0,4 y 4,0, preferiblemente, 1,0 – 3,0 y preferiblemente, 1,5 – 2,8. El $MS_{amonio\ cuaternario}$ es típicamente 0,02 – 2,0, preferiblemente, 0,04 – 1,0 y más preferiblemente 0,05 – 0,5. El éter cuaternario de celulosa también puede ser sustituido por grupo hidrofóbicos más largos, tales como grupos que contengan un grupo hidrocarbano derivado de un éter de glicidilo o un éter de clorogliceril de C5 a C22, preferiblemente, C10 a C18, alcohol o aquil fenol, que es preferiblemente etoxilado, o de C5 a C22, preferiblemente C10 a C18, halogenuro de alquilo. Si se sustituye de este modo, típicamente el producto tiene un $DS_{hidrofobo}$ de 0,001 – 0,2, preferiblemente 0,003 – 0,1 y más preferiblemente 0,005 – 0,02. Ejemplos de este tipo de grupos hidrofóbicos se pueden encontrar en las Patentes US 4 228 277, EP-A-390 240, EP-A-426 086 y WO 00/08058. Además de los grupos alquilo con 2-4 átomos de carbono, el éter de celulosa catiónica también puede contener otros grupos alquilo, tales como grupo metilo. Los grupos metilo, pueden estar presentes, por ejemplo, en una cantidad que produzca un DS_{metil} de 0,2-1,2.

El éter de celulosa tiene un máximo de tres posiciones que pueden ser sustituidas, y los sustituyentes pueden tener la fórmula general:



donde p y q independientemente son 2 ó 3, m es un número entre 0 y 5, x es un número entre 0 y 2, t es un número entre 0 y 5, y es un número entre 0 y 2, z es un número entre 0 y 10, R_1 , R_2 y R_3 son cada uno independientemente un grupo alquilo con 1 a 22 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 4 átomos de carbono, R_4 es un grupo hidrocarbano con 5 a 22 átomos de carbono, preferiblemente 10 a 18 átomos de carbono, R_5 es un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o H y X^- es un anión, tal como halogenuro.

El éter cuaternario de amonio celulosa de la invención puede usarse provechosamente como componente en un champú acondicionador, incluidos champús acondicionadores 2 en 1, en acondicionadores para el cabello, en

7A

lociones corporales o en jabones de barra. Una formulación adecuada de un champú acondicionador o loción corporal contiene:

- 1) un surfactante no iónico, aniónico o anfotérico o una mezcla de lo mismo, en una cantidad total entre 5 y 30%, preferiblemente entre 10 y 20%
- 2) 0,2 a 5% de espesante, y
- 3) 0,05 a 2%, preferiblemente 0,1 a 1% y más preferiblemente 0,2 a 0,5%, de un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa según la invención,

la composición tiene un pH entre 5,0 y 7,0.

Ejemplos indicados de surfactantes no iónicos son alcoholes alcoxilados, alquil poliglicósidos, ésteres de sorbitán alcoxilados, ácidos grasos alcoxilados y glicéridos alcoxilados. Los alcoxilados pueden contener un grupo alquilo o acilo hidrofóbico con 8 a 22 átomos de carbono, y los grupos alquilenoxi pueden ser grupos etilenoxi o propilenoxi y el número de estos grupos puede ser de 2 a 15, preferiblemente 3 a 10.

Ejemplos indicados de surfactantes aniónicos son sulfatos de alquilo, sulfatos de alquilarilo, sulfatos de alquil éter, sulfonatos de alquilo y alquilarilo, olefinsulfonatos, sulfonatos de alquilo secundario, isetionatos de acilo sódico, sulfosuccinatos de monoalquilo, acil-N-alquiltauratos y condensados de ácidos grasos de proteína.

Ejemplos indicados de surfactantes anfotéricos son N-alquil betainas, N-alquil glicinatos, N-alquil aminopropionatos, N-alquil iminodipropionatos o alquil imidazolinas. Ejemplos especialmente indicados son betaina de cocoamidopropilo, betaina de cocodimetilo, glicinato de cocoanfocarboxi, propionatos de cocoanfocarboxi y carboxilatos de coco u oleilpoliamino.

El espesante puede ser una sal inorgánica, tal como cloruro de sodio o cloruro de amonio; un éter de celulosa, por ej: etil hidroxietil celulosa; o un polímero sintético, tal como derivados de ácido poliacrílico, glicoles de polialquileno y di- o poliuretanos de compuestos polietoxilados.

Además, la composición puede contener un agente de ajuste de pH compatible con la piel, aceite de perfume, preservativos, opacificadores, perlíferos, tintes, humectantes y agentes re-engrasantes. Los champús 2 en 1 también contienen frecuentemente siliconas, tales como dimeticonas o

- 4
- 1) un surfactante aniónico, que es un surfactante aniónico sintético y/o un jabón, o un surfactante anfotérico o una mezcla de lo mismo, en una cantidad total entre 40 y 90%
 - 2) 10 a 60% de un plastificante,
 - 3) 0,05 a 2%, preferiblemente 0,1 a 1% y más preferiblemente 0,2 a 0,5% de un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa según la invención.

Ejemplos indicados de surfactantes aniónicos son sulfatos de alquilo, sulfatos de alquilarilo, sulfatos de alquil éter, sulfonato de alquilo y alquilarilo, olefinsulfonatos, sulfonatos de alquilo secundario, acil-N-alquilauratos, condensados de ácidos grasos de proteína y jabones de ácido graso.

Ejemplos indicados de surfactantes anfotéricos son N-alquil betainas, N-alquil glicinatos, N-alquil aminopropionatos, N-alquil iminodipropionatos o alquil imidazolininas. Ejemplos especialmente indicados son betaina de cocoamidopropilo, betaina de cocoanfocarboxi, glicinato de cocoanfocarboxi, propionatos de cocoanfocarboxi y carboxilatos de coco u oleil poliamino.

El plastificante puede ser por ejemplo un ácido graso o ceras de parafina o mezclas de lo mismo.

Otros ingredientes que se pueden agregar son humectantes, aceites de perfume, tintes, desinfectantes, agentes complejantes y dióxido de titanio.

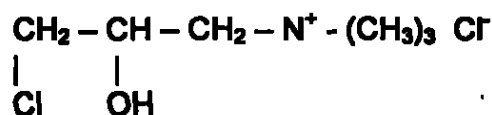
Los éteres de amonio cuaternario de celulosa de la presente invención, por ejemplo 2-hidroxi-3-(trimetil-amonio)propil etil hidroxietil celulosa, son solubles en mezclas de etanol/agua que contengan una alta proporción de etanol. Esta propiedad hace estos compuestos adecuados para uso en geles alcohólicos para el peinado del cabello, así como en lacas para el cabello basadas en alcohol. Los éteres de celulosa, así como sus formulaciones, también encuentran uso en el procesamiento de papel, detergentes, artículos para el cuidado de las telas, limpiadores de superficie dura, colorantes para el cabello, emplastos, fórmulas para recubrimientos, agentes de minería, emulsificantes para asfalto, control de reología para campos petroleros, aplicaciones farmacéuticas tales como agentes de recubrimiento para productos sólidos o viscosificantes, procesamiento de viscosa y un agente de transferencia de sustancias, tales como preservativos.

El éter de amonio cuaternario de celulosa de la presente invención puede producirse por los métodos generales descritos por ejemplo en la Patente US

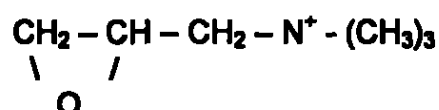
3472840. El orden de los diferentes pasos del proceso es opcional, pero preferiblemente, el compuesto de amonio cuaternario, por ej: un epóxido catiónico, tal como cloruro de glicidil trimetilamonio, o la correspondiente halohidrina, por ej: cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil trimetilamonio se agrega al éter de hidroxietil celulosa prefabricada que comprende un grupo alquilo con 2 a 4 átomos de carbono, el grupo alquilo con un DS_{alquilo} de 0,1 a 2,5. El éter de celulosa prefabricado se hace agregando un epóxido, tal como óxido de etileno u óxido de propileno, y un halogenuro de alquilo, tal como cloruro de etilo, propilo o butilo, a celulosa alcalina. Si se sigue esa ruta, el éter de celulosa prefabricada que se usa como material de inicio, preferiblemente tiene un punto de turbidez (temperatura de floculación) por debajo de 100°C y más preferiblemente entre 25°C y 85°C. El éter de celulosa también puede ser modificado hidrofóticamente, por ejemplo con grupos alifáticos que contengan entre 6 y 18 átomos de carbono. Este tipo de modificación se puede obtener haciendo reaccionar el éter de celulosa con un epóxido obtenido de un alcohol graso o un alcohol graso etoxilado por medio de la ruta de epiclorohidrina, o de un halogenuro de alquilo de cadena larga. Los derivados indicados de celulosa no iónica que se pueden usar como materiales de inicio para los derivados de celulosa catiónica de la presente invención son etil hidroxietil celulosa, propil hidroxietil celulosa o butil hidroxietil celulosa, o los derivados modificados hidrofóticamente de lo mismo. Os derivados de celulosa no iónica arriba mencionados también se pueden reaccionar con otros halogenuros de alquilo, por ejemplo con cloruro de metilo. El material de inicio preferido es etil hidroxietil celulosa (EHEC) o etil hidroxietil celulosa modificada hidrofóticamente. Los materiales EHEC más preferidos incluyen, más no se limitan a derivados EHEC solubles o dilatables en agua y/o derivados EHEC solubles en alcohol (por ej: etanol). Debe entenderse igualmente, que los derivados sustituidos por EHEC (por ej: EHEC carboxi-metilados o hidroxipropilados) están dentro del alcance y significado de los materiales de inicio EHEC.

El EHEC o el material de inicio del derivado EHEC se provee con grupos de amonio cuaternario por medio de varios métodos conocidos para las personas versadas en la técnica. Para preparar derivados EHEC catiónicos se puede comenzar bien sea con celulosa o con celulosa que ya haya sido reaccionada con óxido de etileno y cloruro de etilo, y opcionalmente, con otros agentes de alquilación no iónicos y/o aniónicos. Para proveer el EHEC o el derivado de EHEC con el grupo catiónico, se puede hacer una reacción de eterificación en presencia de soda cáustica, bien sea con cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil trialquilamonio o con cloruro de glicidil trialquilamonio. Preferiblemente, todos estos tres grupos de

alquilo son grupos metilo, como en los compuestos que se presentan a continuación:



Cloruro de 3-Cloro-2-hidroxipropil trimetilamonio (CHPTAC)



Cloruro de glicidil trimetilamonio (GTAC)

Cuando se use CHPTAC, se consumirá un equivalente de hidróxido de metal alcalino para formar el epóxido, que es el reactivo que toma parte en la reacción de eterificación, y se producirá un equivalente de NaCl. La reacción de GTAC con EHEC solo requiere una cantidad catalítica de hidróxido de metal alcalino. En caso de que la eterificación se haga por la secuencia de reaccionar primero la celulosa alcalina con el óxido de etileno y el cloruro de etilo, luego de lo cual se hace la eterificación con CHPTAC o GTAC sin una purificación de EHEC, alguno de CHPTAC o GTAC también puede reaccionar con los subproductos que resulten de la eterificación con óxido de etileno o cloruro de etilo. Este también es el caso cuando la eterificación con óxido de etileno, cloruro de etilo y CHPTAC o GTAC se hace al mismo tiempo. Otros derivados de EHEC catiónico se pueden derivar de la misma forma en que se prepara el derivado EHEC de 2-hidroxipropil trimetilamonio y los procesos generales para hacerlo se conocen en la técnica.

La producción en general de éteres polisacáridos solubles o dilatables en agua se hace suspendiendo el polisacárido en un diluyente. Diluyentes indicados incluyen, pero no se limitan a etanol, alcohol isopropílico, alcohol Pert-butílico, acetona, agua, metiletil cetona y mezclas de lo mismo. Las reacciones se pueden hacer en una cantidad relativamente grande de diluyente o con una cantidad mínima de diluyente según se desee, es decir, usando bien sea una suspensión o un proceso en seco respectivamente.

Típicamente, el polisacárido es reaccionado con un hidróxido de metal alcalino para preparar un polisacárido de metal alcalino. La cantidad de hidróxido de metal alcalino por unidad repetidora de sacárido puede variar dependiendo del tipo y la cantidad de agente de alquilación que se usen. Típicamente, se usa una

11

reología para recubrimientos flotantes. Los éteres de celulosa que menciona dicha publicación contienen al menos un grupo hidrofóbico seleccionado del grupo compuesto por arilo, alquilo, alquenilo, aralquilo y mezclas de lo mismo, y tienen al menos 10 átomos de carbono. En adición a dicho grupo hidrofóbico, los éteres de celulosa también contienen al menos un grupo de sal de amonio cuaternario. Sin embargo, la presencia de estos grupos hidrofóbicos no es esencial para la presente invención. Por lo tanto, la invención también se refiere a los éteres de amonio cuaternario de hidroxietil celulosa *per se*, y a un proceso para su producción, con la condición de que los éteres de celulosa no contengan ningún grupo hidrofóbico, seleccionados del grupo compuesto por arilo, alquilo, alquenilo, aralquilo y mezclas de lo mismo, y que tengan al menos 10 átomos de carbono, el grupo hidrofóbico no formando parte de ningún grupo de amonio cuaternario.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de la invención y no deben considerarse como limitantes de la misma.

Ejemplo 1

Se produjo cloruro de éter de 2-hidroxi-3-(trimetilamonio)propil etil hidroxietil celulosa (Q-EHEC) por el denominado proceso en seco, usando un reactor Drais equipado con un mezclador de reja de arado. El material de inicio fue éter de etil hidroxietil celulosa (EHEC) con una pureza de aproximadamente 95% sobre base seca. El EHEC usó un MS_{EO} promedio de 2,1 y un DS_{OH} promedio de 0,9. ($MS_{each} = 280$). La viscosidad Brookfield a una concentración de 2% del EHEC fue de 2200 ± 450 mPas con eje/velocidad 3/12, lo que corresponde a un grado de polimerización promedio de 650. Esto daría un peso molecular promedio de aproximadamente 180 000.

Se agregaron 350 gramos (1,12 mol) del EHEC a un reactor Drais de 2,5 L. Una vez se cerró el reactor, se rociaron 70 g de alcohol isopropílico acuoso al 89%/peso y 70 g de agua sobre la masa de reacción, mientras se agitaba. Una vez el contenido del reactor se llevó a una atmósfera de nitrógeno, se agregaron al reactor 49,3 g de una solución NaOH acuosa al 50%. Luego de agitar durante 15 minutos, se agregaron al reactor 84,2 g de una solución acuosa de cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil trimetilamonio al 69%. Luego, la temperatura de la masa de reacción, que hasta ahora había sido a temperatura ambiente, se elevó a 65°C. La masa de la reacción se mantuvo a esta temperatura durante dos horas para completar la reacción, luego de lo cual se neutralizó mediante la adición de ácido acético acuoso. En seguida se descargó el reactor.

12

El producto se purificó dispersando primero el material en agua salada caliente (15% NaCl; 90°C) luego de lo cual, la suspensión se filtró y luego se purificó lavándola con más agua salada caliente hasta que los subproductos de amonio cuaternario se retiraron a un nivel de <0,2% por peso. Esto se verificó usando métodos de análisis de Electroforesis de Zona Capilar. El contenido de nitrógeno determinado mediante un análisis Kjeldahl del Q-EHEC purificado (pero aún conteniendo 3% / peso de NaCl) fue de 1,05 %/peso, lo que corresponde a un MS_{amonio cuaternario} de 0,24. En adelante, este producto se referirá como Q-EHEC A.

Si hizo un producto análogo de un éter de etil hidroxietil celulosa con un DS_{etl} de 0,9, un MS_{hidroxietil} de 2,1 y una viscosidad Brookfield a una concentración de 2% del EHEC de 300 ± 60 mPas con eje/velocidad 1/12, lo que corresponde a un grado de polimerización promedio de 300, y lo cual daría un peso molecular promedio de aproximadamente 80 000. El contenido de nitrógeno de este producto determinado mediante análisis de Kjeldahl fue de 0,93, lo cual corresponde a un MS_{amonio cuaternario} de 0,21. En adelante, este producto se referirá como Q-EHEC B.

Ejemplo 2

La tensión de superficie se determinó según du Nouy (DIN 53914) a 25°C para una solución al 0,1% de Q-EHEC A, Q-EHEC B y dos cloruros de 2-hidroxi-3-(trimetilamonio)propil hidroxietil celulosa (Q-HEC) comercialmente diferentes que se usaron como referencias.

Producto	Tensión de superflicie (mM/m)
Q-EHEC A	49
Q-EHEC B	49
Leogard GP ¹ (Q-HEC) (referencia)	60
Polímero JR 400 ² (Q-HEC) (referencia)	65
Agua (referencia)	72

¹Leogard GP es un cloruro de éter de hidroxietil 2-hidroxi-3-(trimetil-amonio)propil celulosa con un MS_{hidroxietil} de 1,8 y un MS_{amonio cuaternario} de 0,38.

²El polímero JR 400 es un cloruro de éter de hidroxietil 2-hidroxi-3-(trimetil-amonio)propil celulosa con un MS_{hidroxietil} de 1,9 y un MS_{amonio cuaternario} de 0,35.

De los valores de tensión de superficie es evidente que los derivados de Q-EHEC son más activos en superficie que los derivados Q-HEC.

Ejemplo 3

El siguiente comportamiento de espuma de los dos productos Q-EHEC del Ejemplo 1 se comparó con las mismas referencia del Ejemplo 1. La espuma se midió como mm de espuma producida en un cilindro de medición de 500 ml con un diámetro interno de 49 mm de 200 ml de una solución al 0,05% de los éteres de amonio cuaternario de celulosa en agua destilada y desmineralizada, cuando el cilindro se hizo girar cerca de 40 veces en un minuto. La prueba se hizo a temperatura ambiente, y la altura de la espuma se registró directamente y luego de 5 minutos.

Producto	Altura de la espuma (mm) luego de 0 minutos	Altura de la espuma (mm) luego de 5 minutos
Q-EHEC A	74	72
Q-EHEC B	72	61
Leogard GP ¹ (Q-HEC) (referencia)	20	5
Polímero JR 400 ² (Q-HEC) (referencia)	14	0

De los valores de la altura de la espuma es volvió que los derivados de Q-EHEC son mejores espumantes que los derivados de Q-HEC.

Ejemplo 4

Se investigó la sustantividad de los derivados de celulosa catiónica mediante Espectroscopia de Electrones para Análisis Químico (ESCA) . Existe una descripción detallada de esta técnica, por ejemplo en la versión electrónica I(año 2000) de la Enciclopedia de Química Industrial de Ullmann, Capítulo sobre Análisis de Superficie. Se usó un derivado de Q-HEC como una referencia de las mediciones ESCA.

Descripción del método:

Se preparó en agua destilada una solución al 1% de derivado de celulosa catiónica.

Primero se lavó durante un minuto un cabello castaño normal con una solución de sulfato de laurel sódico (SLS) . El cabello se remojó en 5g de la solución SLS y se lavó frotando el cabello entre los dedos. Luego de lavar el cabello, se enjuagó completamente con agua destilada. Luego el manojo de

cabello se dividió en dos, una parte para la prueba en blanco y la otra para el tratamiento. Se apartó la porción de la prueba en blanco y se dejó secar. Para todas las pruebas en blanco, el valor N+ fue de cero.

El cabello lavado se remojó en 2,5 g de la solución del derivado de celulosa catiónica y se frotó entre los dedos durante un minuto. Luego se enjuagó el cabello completamente y se dejó secar al aire.

La medición ESCA se hizo así:

Se recogieron espectros de XPS a temperatura ambiente con un espectrómetro de electrones de 5600ci de Physical Electronics. La calibración de la escala de energía de unión se hizo según se describe en el documento E-42 ASTM-902.

Se tomaron muestras para todos los análisis desde lo más cerca al punto medio a lo largo de la madeja del cabello que se pudo lograr de manera reproducible. Las fibras del cabello se montaron entre máscaras de cubierta de dos y tres agujeros, (Pieza PHI # 612448) para mantener las fibras coplanares y paralelas.

El control de instrumentos, la recolección de datos y el análisis de datos todo se hizo con software PC-ACCESS de Physical Electronics ejecutado en un PC Pentium de HP Vectra. Los cálculos de cuantificación se basaron en las áreas pico medidas y en los factores de sensibilidad instrumental empírica dentro de dicho software. El análisis de ajuste de curvas empleó un fondo integral y una forma mixta de pico Gauss – Lorentz. Las cantidades XPS se expresan como porcentaje atómico.

Las cantidades de N+ en los polímeros de celulosa catiónica se determinaron mediante el análisis de Kjeldahl.

Producto	Contenido de N+ (%) en el polímero (mediante análisis de Kjeldahl)	% atómico N+ en la fibra de cabello (mediante ESCA)
Q-EHEC A	1,05	0,5
Q-EHEC B	0,93	0,6
Polímero JR 400 ² (Q-HEC) (referencia)	1,75	0,55

15

Aunque la cantidad de nitrógeno cargado positivamente adsorbido en la fibra de cabello es igual para los derivados Q-EHEC y para la referencia Q-HEC, la cantidad total del polímero adsorbido debe ser el doble que para los derivados 1-EHEC puesto que el contenido N⁺ en el polímero Q-EHEC es solo casi la mitad de la cantidad en Q-HEC.

Ejemplo 5

La acumulación en las fibras de cabello se midió por microfluorometría. Este método implica la incorporación de un fluorocromo adecuado (agente de rotulación) en la formulación, y provee información acerca del espesor de la sedimentación en la superficie de los polímeros acondicionadores. Esta técnica también se puede usar para estudiar el efecto de acumulación debido a tratamientos múltiples.

Procedimiento para el tratamiento del cabello:

1. Cada manojo de cabello se trató durante un minuto con la solución de base de champú (lauril etersulfato sódico al 10% y betaina de cocoamidopropil al 3%) seguido por enjuague y secado.
2. Se retiraron de 10 a 15 fibras de cabello del manojo para probar el control del champú mediante microfluorometría.
3. Se volvieron a colocar esas 10 a 15 fibras de cabello en el manojo, el cual se lavó por 2 minutos con la solución de champú acondicionador (lauril etersulfato sódico al 10%, betaina de cocoamidopropil al 3%, Q-EHEC al 0,3% y CIFB-113 al 0,03% (4,4'-bis[anilino-6-[bis(2-hidroxietil)amino]-s-triacin-2-il)amino]-2,2'-etilbenedisulfonato:)). En seguida, las fibras se enjuagaron con agua caliente y se secaron.

La cuantificación del grado de acumulación o falta de la misma, se hizo mediante exploraciones microfluorométricas a lo largo de las mismas fibras de cabello antes y después de aplicaciones sencillas y múltiples de las soluciones rotuladas de acondicionador basado en champú.

En la siguiente tabla se muestran los datos promedio de intensidad de fluorescencia para una muestra no tratada, tratada una vez y tratada varias veces, consistente en 10 fibras de cabello. La emisiones de intensidad de la fluorescencia se $\lambda_{\text{max}} = 450 \text{ nm}$ y se dan como valores en %

Producto	Control (lavado pero no tratado con acondicionador)	Un solo tratamiento	Tratamiento múltiple	Adsorción (un solo tratamiento – control)
Q-EHEC A	3,60	4,10	4,22	0,50
Q-EHEC B	3,78	4,04	4,00	0,28
Polímero JR 400	4,15	4,30	4,38	0,15

Los derivados de Q-EHEC no demostraron ninguna acumulación de polímero de acondicionamiento en la superficie del cabello luego de múltiples tratamientos de los respectivos acondicionadores basados en champú, tal como se muestra por la comparación entre las muestras tratadas una vez y las tratadas varias veces. Todos los resultados produjeron intensidades de emisión de fluorescencia más bien bajas y uniformes, lo cual indica una acumulación insignificante. De los datos de un solo tratamiento, tanto los derivados Q-EHEC A como Q-EHEC B mostraron la tendencia de una afinidad levemente mayor a la fibra de cabello que el Polímero JR 400, lo cual está acorde con las mediciones ESCA.

Ejemplo 6

La prueba de Compatibilidad en Mojado, Diastron, usando el producto Diastron MTT 170 se hizo para medir la efectividad del acondicionador.

Las mediciones se hicieron en manojos de cabello decolorado. Todos los manojos se lavaron con laurel sulfato sódico al 10% y se enjuagaron completamente antes de usarlo. Cada manojos de cabello decolorado se peinó una vez para desenredarlo y luego otras 5 veces con el Dias-tron MTT 170 a 150 mm/min. El manojos de cabello se sumergió en agua y se exprimíó entre dos dedos antes de cada peinada. El computador registró la fuera (fuerza métrica en gramos, g) requerida para peinar los manojos, y el trabajo de pinado total (Joule, J) se obtuvo calculando el área bajo la curva completa de fuerza del peinado.

Una vez se peinaron los manojos sin tratar para obtener el valor del control, se mojaron con agua corriente a 40°C durante 1 minuto. En seguida se aplicaron 2 ml de solución que contenía el polímero de celulosa catiónica (lauril etersulfato sódico al 10% (2 moles de óxido de etileno), botaina de cocoamidopropil al 3% y polímero acondicionador al 0,3%) y se le sacó espuma suavemente durante 1 minuto, luego de lo cual, el cabello se enjuagó durante 5 minutos en agua corriente caliente. Los manojos se peinaron nuevamente según se describió antes. Los datos se expresan como reducción de porcentaje en la fuerza de pico

de peinado o trabajo de peinado del manojo de cabello de una persona como resultado del tratamiento. Para cada acondicionador investigado se hicieron cuatro réplicas con diferentes manojos de cabello.

Producto	Reducción del trabajo de peinado total (%)	Reducción de la fuerza de peinado pico (%)
Q-EHEC A	78	78
Q-EHEC B	69	69
Polímero JR 400 ²	58	62

De estas pruebas se demuestra claramente que tanto la reducción en el trabajo del peinado total así como la reducción de la fuerza del peinado pico es mayor para los acondicionadores de celulosa catiónica de la invención que para la hidroxietil celulosa catiónica.

Ejemplo 7

También se investigó la adsorción del acondicionador en las fibras de cabello mediante experimentos de humectabilidad.

Se usaron seis fibras para cada uno de los productos y los resultados que aparecen más adelante reflejan el promedio de seis mediciones. Todas las fibras se escogieron de un manojo de cabello castaño oscuro (De Meo Bros., N.Y.) que habían sido lavadas en solución de lauril sulfato sódico (SLA al 10%, relación peso cabello:SLS = 1:0,5, frotando suavemente con la mano durante 1 minuto, seguido por enjuague total en agua desionizada durante 15 minutos).

Luego, cada una de las seis fibras para un acondicionador en particular se sometió al siguiente tratamiento. Las fibras se sumergieron en una solución que contenía SLES al 10% + 1% del acondicionador respectivo, y luego se distribuyó suavemente la solución a lo largo de las fibras. Las fibras luego se enjuagaron con agua desionizada durante 30 segundos y se dejaron secar de durante la noche. Se hicieron experimentos de humectabilidad para calcular θ , que es el ángulo de contacto de la superficie de fibra parcialmente cubierta por el acondicionador, usando el Escáner TRI Wetting Force Scanner basado en el principio de Wilhelmy. Nuevamente, las fibras se dejaron secar durante la noche y luego se sumergieron en 0,5% del acondicionador puro en agua, se retiró suavemente, se secó durante unos minutos y se volvieron a remojar. Esto se hizo 3 veces para garantizar el cubrimiento total de la superficie de la fibra con el compuesto del acondicionador puro. Sin lavarlas, las fibras se dejaron secar durante la noche y luego se hizo la

medición de humectabilidad que arrojaría el valor θ_t , el ángulo de contacto de la superficie de la fibra completamente cubierta.

18

Luego del paso de lavado que se acaba de describir, las muestras de control se remojaron en agua desionizada durante la noche con el fin de separar cualquier SLS que hubiera quedado. Luego se dejaron secar durante la noche antes de hacer las mediciones de humectabilidad. Estas mediciones daría el valor θ_u , es decir, el ángulo de contacto de la superficie de fibra descubierta.

Al determinar por separado los ángulos de contacto tanto de las superficies de las fibras completamente cubiertas (θ_t) como de las superficies de fibra descubiertas (θ_u) la fracción cubierta, X_t se da por:

$$X_t = (\cos \theta - \cos \theta_u) / \cos \theta_t - \cos \theta_u$$

donde θ es el ángulo de contacto de la superficie parcialmente cubierta.

Producto	Fracción de la superficie cubierta (X_t)
Q-EHEC B	0,118
Polímero JR 400 (Q-HEC)	0,031

Los resultados muestran una adsorción más alta para cabello tratado con el derivado Q-EHEC que para el producto de la referencia, lo cual está acorde con las mediciones ESCA y microfluorométricas.

Ejemplo 8

La fórmula de una composición de un champú acondicionador según la invención es la siguiente:

Ingredientes	Peso (%)
Elfacos T212 ¹	1,0
Sympatens ALM-020 ²	0,5
Q-EHEC A ³	0,3
Elfan NS242 (27% a.s.) ⁴	37
Tego Betain L7 (30% a.s.) ⁵	10
Euxyl 700 ⁶	1,0
Acido cítrico	Se agregó para obtener pH 5
Agua	Balance

19

Se agregaron los surfactantes, el polímero acondicionador y el espesante a agua a 40°C

La mezcla se agitó a esta temperatura hasta que se disolvieron todos los ingredientes. Se agregó el ácido cítrico para ajustar el pH, y finalmente, se agregó el preservativo por debajo de 30°C. La formulación que se obtuvo fue una solución transparente con una viscosidad Brookfield de corte bajo a 20°C de aproximadamente 7000 mPas.

¹Elfacos T212 = (alcohol palmitílico + 14 PO + 60 EO) dicarbamato de hexilo (PPG-14 Palmeth-60 Dicarbamato de hexilo)

²Sympatens ALM-020 = alcohol laurílico + 2 EO (Laureth-2)

³Q-EHEC A = según se define en el Ejemplo 1

⁴Elfan NS242 = lauril éter(2EO) sulfato sódico (Laureth Sulfato sódico)

⁵Tego Betain L7 = betaina de cocoamidopropilo

⁶Euxil 700 = mezcla de fenoxietanol, alcohol bencílico, sorbato de potasio, tocoferol y agua.

Los nombres INCI aparecen en paréntesis según sea el caso.

Ejemplo 9

La fórmula de una composición de un champú acondicionador según la invención es la siguiente:

Ingredientes	Peso (%)
Elfacos CD 481 ⁷	0,9
Elfacos OW 10 ⁸	0,5
Lanette 16 ⁹	2,5
Kessco IPS ¹⁰	3,0
Q-EHEC A ¹¹	0,3
Arquad 16-29 (29%) ¹²	1,7
Acido cítrico	Se agregó para obtener pH de 3,7
Euxyl 700 ¹³	1,0
Agua	Balance

Los primeros cuatro ingredientes se agregaron a agua a 70°C en el mismo orden que se muestran en la tabla. Se agitó la mezcla a esta temperatura hasta que se disolvieron todos los ingredientes. Se bajó la temperatura a 40°C y se agregó el Q-EHEC y el Arquad. En seguida se agregó el ácido cítrico para ajustar el pH, y finalmente el preservativo por debajo de 30°C. La formulación que se obtuvo fue

una emulsión blanca estable con una viscosidad Brookfield de corte bajo a 20°C de aproximadamente 22000 mPas.

- ⁷Elfacos CD 481 = etil hidroxietil celulosa
- ⁸Elfacos OW 100 = Polietilen glicol metilbloqueado (17EO) / copolímero de dodecil glicol (Metoxi PEG-17/copolímero de dodecil glicol)
- ⁹Lanette 16 = alcohol cetílico
- ¹⁰Kessco IPS = estearato isopropílico
- ¹¹Q-EHEC A = según se define en el Ejemplo 1
- ¹²Arquad 16-29 = cloruro de hexadeciltrimetil amonio (cloruro de cetrimonio)
- ¹³Euxyl 700 = mezcla de fenoxietanol, alcohol bencílico, sorbato de potasio, tocoferol y agua.

Los nombres INCI aparecen en paréntesis según sea el caso.

Ejemplo 10

La fórmula de una composición de una loción corporal acondicionadora según la invención es la siguiente:

Ingredientes	Peso (%)
Elfan AT 90 G (86%) ¹⁴	5,8
Q-EHEC A ¹⁵	0,3
Elfan NS242 (27%) ¹⁶	18,7
Elfacos T212 ¹⁷	1,0
Sympatens ALM/020 ¹⁸	0,5
Tego Betain L7 (30%) ¹⁹	10,0
Acido cítrico	Se agregó para obtener pH de 5,3
Euxyl 700 ²⁰	1,0
Agua	Balance

Los primeros seis ingredientes se agregaron a agua a 40°C en el mismo orden que se muestran en la tabla. Se agitó la mezcla a esta temperatura hasta que se disolvieron todos los ingredientes. En seguida se agregó el ácido cítrico para ajustar el pH, y finalmente el preservativo por debajo de 30°C. La formulación que se obtuvo fue una solución transparente con una viscosidad Brookfield de corte bajo a 20°C de aproximadamente 4500 mPas.

- ¹⁴Elfan AT 90 G (86%) = cocoil isetionato sódico
- ¹⁵Q-EHEC A = según se define en el Ejemplo 1
- ¹⁶Elfan NS242 (27%) – lauril éter (2EO) sulfato sódico (Laureth sulfato sódico)

¹⁷Elfacos T212 = (alcohol palmítico + 14 PO + 60 EO) dicarbamato hexílico (PPG-14 Palmeth-60 Dicarbamato hexílico)

¹⁸Sympatens ALM/020 = alcohol laurílico + 2 EO (Laureth -2)

¹⁹Tego Betail L7 (30%) = Betaina de cocoamidopropil

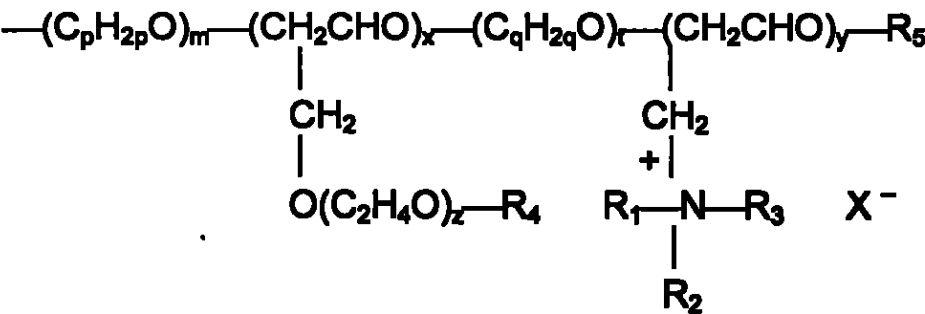
¹³Euxyl 700 = mezcla de fenoxietanol, alcohol bencílico, sorbato de potasio, tocoferol y agua.

Los nombres INCI aparecen en paréntesis según sea el caso.

22

REIVINDICACIONES:

1. Un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa, caracterizado en que comprende un sustituyente de éter que contiene un grupo alquilo con 2-4 átomos de carbono y que tiene un DS_{alquil} de 0,1 – 2,5 como acondicionador para el cabello o la piel.
2. Un éter de celulosa según la reivindicación 1, caracterizado en que el grupo alquilo comprende un grupo etilo que tiene un DS_{etilo} de 0,3 – 2,5.
3. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que el éter de celulosa tiene un $MS_{hidroxietil}$ de 0,4 – 4,0.
4. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que tiene un $MS_{amonio\ cuaternario}$ de 0,02 – 2,0.
5. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado en que el grupo de amonio cuaternario es un grupo de cloruro de 2-hidroxipropil trialquil amonio, donde los grupos alquilo contienen de 1 a 22 átomos de carbono.
6. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado en que el grupo de amonio cuaternario es un grupo de cloruro de 2-hidroxipropil trialquil amonio, donde los grupos alquilo contienen de 1 a 4 átomos de carbono.
7. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado en que el grupo de amonio cuaternario es un grupo de cloruro de 2-hidroxipropil trimetil amonio.
8. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado en que comprende sustituyentes de la fórmula:

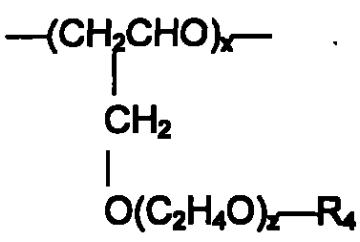


Fórmula (I)

27

donde p y q son independientemente 2 ó 3, m es un número entre 0-5, x es un número entre 0-2, t es un número entre 0-5, y es un número entre 0-2, z es un número entre 0-10, R^1 , R^2 y R^3 son independientemente el uno del otro un grupo alquilo con 1-22 átomos de carbono, R^4 es un grupo hidrocarbano con 5-22 átomos de carbono, R^5 es un grupo alquilo con 1-4 átomos de carbono o H y X^- es un anión.

- 9. Un éter de celulosa según la reivindicación 8, caracterizado en que $x=0$.
- 10. Un éter de celulosa según la reivindicación 8, caracterizado en que tiene un MS de 0,001 – 0,2 para el grupo:



donde R^4 y z tienen el mismo significado que en la Fórmula (I)

- 11. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado en que R^5 es parcialmente metilo.
- 12. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 11, donde R^1 , R^2 y R^3 son independientemente el uno de otro, un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono.
- 13. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado en que p y q son 2.
- 14. Un éter de celulosa según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado en que R^1 , R^2 y R^3 son ---CH_3 .
- 15. Un éter de amonio cuaternario de hidroxietil celulosa caracterizado en que el éter de celulosa tiene la estructura según se define en las reivindicaciones 1 a 14, con la condición de que el éter de celulosa no contiene ningún grupo hidrofóbico, seleccionado del grupo compuesto por arilo, alquilo, alquenilo, aralquilo y mezclas de lo mismo, y que tiene al menos 10 átomos de carbono; el grupo hidrofóbico no forma parte de ningún grupo de amonio cuaternario.
- 16. Un proceso para producir un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa según la reivindicación 15, caracterizado en que el éter de celulosa es

producido haciendo reaccionar un compuesto de amonio cuaternario con el éter de hidroxietil celulosa que comprende un sustituyente de éter que contiene un grupo alquilo con 2 a 4 átomos de carbono y un DS_{alquilo} de 0,1 – 2,5 en presencia de álcali.

17. Un proceso según la reivindicación 16, donde el compuesto de amonio cuaternario es un cloruro de 2,3-epoxipropiltrialquil amonio o un cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrialquil amonio, donde los grupos alquilo contienen de 1 a 22 átomos de carbono.

18. Un proceso según la reivindicación 17, donde los grupos alquilo contienen de 1 a 4 átomos de carbono.

19. Un proceso según la reivindicación 18, donde los grupos alquilo son grupos metilo.

20. Una composición acuosa para el acondicionamiento de cabello o piel, **caracterizada en que** contiene un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa según se define en las reivindicaciones 1 a 15.

21. Una composición acuosa según la reivindicación 20 para ser usada en un champú acondicionador o en una loción corporal que contiene:

1) un surfactante no iónico, aniónico o anfotérico o una mezcla de lo mismo, en una cantidad total entre 5 y 30%,

2) 0,2 a 5% de espesante, y

3) 0,05 a 2% de un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa

la composición tiene un pH entre 5,0 y 7,0

22. Una composición acuosa según la reivindicación 20 para ser usada en un acondicionador para el cabello, que contiene:

1) 0,05 a 2%, de un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa,

2) 0,5 a 5%, de un alcohol graso de cadena larga,

3) un ácido compatible con la piel en una cantidad suficiente para obtener un pH entre 2,5 y 5,5.

23. Una composición sólida de jabón en barra, **caracterizada en que** contiene un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa según se define en las reivindicaciones 1 a 15, y un jabón syndet, natural o combinado.

25/25

24. Una composición sólida de jabón en barra según la reivindicación 23 que contiene:

1) un surfactante aniónico, que es un surfactante aniónico sintético y/o un jabón, o un surfactante anfotérico o una mezcla de lo mismo, en una cantidad total entre 40 y 90%

2) 10 a 60% de un plastificante,

3) 0,05 a 2% de un éter de amonio cuaternario de alquil hidroxietil celulosa.

Foto 26 compare a estrada
para publicação.

27/8

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
10 October 2002 (10.10.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/079259 A1

- (51) International Patent Classification⁷: C08B 11/14, 11/193, C08L 1/28, A61K 7/06

(21) International Application Number: PCT/SE02/00466 ✓

(22) International Filing Date: 14 March 2002 (14.03.2002)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data: 0101108-9 29 March 2001 (29.03.2001) ✓ SE

(71) Applicant (for all designated States except US): AKZO NOBEL NV [NL/NL]; P.O. Box 9300, NL-6800 SB Arnhem (NL).

(72) Inventors; and

(73) Inventors/Applicants (for US only): BUSK, Åsa [SE/SE]; Slupea 551, S-444 30 Stenungsund (SE). VAN DER HORST, P., M. [NL/NL]; Hagemanswei 92, NL-6843 XN Arnhem (NL). FLATE, Helger [DE/DE]; Jüngendaxer Strasse 64a, D-52379 Langerwehe (DE). TANG, Yonghua [US/US]; 2 Cutler Court, Suffern, NY 10901 (US).

(74) Agent: GOTTFREDG-KLINGSKOG, Eva; Akzo Nobel Surface Chemistry AB, S-444 85 Stenungsund (SE).
- (81) Designated States (national): AH, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GR, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (regional): ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:
— with international search report
— before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of receipt of amendments

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

WO 02/079259 A1

- (54) Title: USE OF A QUATERNARY AMMONIUM ALKYL HYDROXYETHYL CELLULOSE ETHER AS A CONDITIONER FOR HAIR AND SKIN
- (57) Abstract: The present invention relates to the use of a quaternary ammonium hydroxyethyl cellulose ether that comprises an ether substituent containing an alkyl group with 2-4 carbon atoms, preferably 2 carbon atoms, having a DS_{avg} of 0.1-2.5, preferably 0.2-2.0 and most preferably 0.3-1.5, as a hair and skin conditioner. The cellulose ether exhibits an increased substantivity to hair, without showing any build-up after repetitive shampooing. Hair that has been treated with the above-mentioned cellulose ether also shows an improved wet combability. A hair or skin conditioning composition and a solid soap bar, as well as a certain cellulose ether and a process for its production are also disclosed.

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION ✓ MODELO DE UTILIDAD	()	()
- Indicación de que se solicita la concesión de una patente.		()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()
- Descripción de la invención.	()	()
- Dibujos de ser estos pertinentes.	()	()
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()

COMPLETA () INCOMPLETA ()

DISEÑO INDUSTRIAL ()

- | | | |
|--|-----|-----|
| - Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial | () | () |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud. | () | () |
| - Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorporará el diseño. | () | () |
| - Comprobante de pago de las tasas establecidas | () | () |

COMPLETA () INCOMPLETA ()

ESQUEMA DE TRAZADO ()

- | | | |
|--|-----|-----|
| - Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado. | () | () |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud. | () | () |
| - Representación gráfica del esquema de trazado | () | () |
| - Comprobante de pago de las tasas establecidas. | () | () |

COMPLETA () INCOMPLETA ()

Firma Responsable:



Fecha:



2020
Bogotá, D.C.,

Doctor:
Luis Felipe Castillo Gibsons
Apoderado
AKZO NOBEL N.V.

Oficio N° 09102

ASUNTO:	Radicación N°	03-80591
	Solicitud internacional	PCT/SE2002/00466
	Fecha inicio fase nacional	29/10/2003
	Trámite	011
	Evento	379
	Actuación	430
	Folios	001

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

- ☐ La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 28-k) Decisión 486).
- ☐ La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única N° 10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones.

24 OCT. 2003

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha _____.