

Organización y
Digitalización CSA Ltda

QF



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
INVENTARIO

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

08-55475

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TITULO "BARRAS DE JABON EXTRUIDAS QUE
COMPREDEN UN SISTEMA DE ESTRUCTURACIÓN DE
ALMIDÓN-POLIOL"

51. CLASIFICACION INTERNACIONAL C11D 3/00, A 61 K 7/50

71. SOLICITANTE UNILEVER N.V.

DOMICILIO ROTTERDAM, HOLANDA

74. REPRESENTANTE LEGAL ALICIA LLOREDA RICAURTE
T.P. 53.215

72. BOGOTÁ, D.C. 30 MAY 2008

(FORMA P 10)

55

PETITORIO



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-055475-00000-0000

Fecha: 2008-05-30 16:09:40 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 2 PATENTES Eje: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 155

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE. 2000-3

① SOLICITUD DE: ☒ Patente de Invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad			
② SOLICITANTE (71)	Nombre: UNILEVER N.V. sociedad existente y organizada de conformidad con las leyes de Holanda Dirección: Weena 455 3013 AL Postbus 760 3000 DK Rotterdam Holanda Teléfono: 3 264270 Fax: 6 069701 E-mail: jlcco@lloredacamacho.com Domicilio: Rotterdam Holanda	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número: _____	
③ REPRESENTANTE O APODERADO (74)	Nombre: ALICIA LLOREDA RICAURTE Dirección: Calle 72 No. 5-83 Piso 5, Bogotá, Colombia Teléfono: 3 264270 Fax: 6 069701 E-mail: jlcco@lloredacamacho.com	IDENTIFICACION C.C. ☒ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número 39.690.713 TP 53.215	
④ INVENTOR(ES) (72)	Nombre: Rafael ASTOLFI Sergio Roberto LEOPOLDINO Frank MEYER André Messias Krell PEDRO y Luciano Augusto TRIVELIN Dirección: Unilever Brazil Ltda Av. Invernada 401 Valinhos CEP: 13271-450 São Paulo y R&D Port Sunlight Quarry Road East Bebington Wirral Merseyside CH63 3JW Teléfono: 3 264270 Fax: 6 069701 E-mail: jlcco@lloredacamacho.com Domicilio: Brasil y Reino Unido	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número: _____	
⑤ TÍTULO (54): "BARRAS DE JABON EXTRUIDAS QUE COMPRENDEN UN SISTEMA DE ESTRUCTURACION DE ALMIDON-POLIOL"			
⑥ Clasificación Internacional (51) C11D 3/00			
⑦ Prioridad SI ☒ NO ☐ D. 486	(33) País de Origen GB	(32) Fecha 08-04-08	(31) Número de Solicitud 0806340.6
⑧ Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los: 6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses ☒ Otro ☐			
⑨ Comprobante de pago No. 08-40-075 y 08-40-076 Fecha 20-05-08			
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.			

10

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.
- ☒ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.
- ☒ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Representación legal si fuere el caso
- ☒ Copia certificada de la primera solicitud, si se reivindica prioridad. (GB Serial No. 0806340.6)
- ☒ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☒ Descripción de la invención.
- ☒ Una o más reivindicaciones.
- ☐ Dibujos y/o planos necesarios
- ☐ 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 del material biológico
- ☐ Arte final 12x12.

11 FIGURA CARACTERISTICA:

12

NOMBRE: ALICIA LLOREDA RICAURTE

FIRMA: 

C.C. 39.690.713 Usaquén T.P. 53 215

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-055475- -00000-0000

Fecha: 2008-05-30 16:09:40 Dep: 2020 NUECREACION
Tra 2 PATENTES Eje 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 155

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 05 - 40,075
FECHA : MAYO 20 DE 2008

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
LLOREDA Y CIA S. A	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	574686	20/05/2008	13,600,200.00

***** C O N C E P T O *****

CANT. ENTISTADO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	501,000.00
	TOTAL :	\$ 501,000.00

SON: QUINIENTOS UN MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-055475-00000-0000

Fecha: 2008-06-30 16:09:40 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 2 PATENTES Eje 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios. 155

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 08 - 40,076
FECHA : MAYO 20 DE 2008

CONSIGNACION

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
LLOREDA Y CIA S. A	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	574686	20/05/2008	13,600,200.00

CONCEPTO

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	02 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NU	140,000.00
	TOTAL :	140,000.00

SON: CIENTO CUARENTA MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No.

ANEXO

Atentamente manifiesto a usted que la fuente normativa de la reciprocidad de la cual se deriva el derecho del solicitante para reivindicar prioridad en el presente caso, se encuentra:

- a) En el Artículo 2 del Anexo 1C, Aspectos de los Derechos de Propiedad Intelectual relacionados con el Comercio, del Acuerdo por el cual se establece la "Organización Mundial de Comercio (OMC)" suscrito en Marruecos el 15 de abril de 1994. Este acuerdo fue aprobado por el Congreso de Colombia mediante Ley 170 de 1994 y por la Corte Constitucional Colombiana mediante Sentencia C-137-95 de 28 de marzo de 1995, y entró en vigencia en nuestro país el 30 de abril de 1995, 30 días después de su ratificación.

Dicho Artículo establece que en lo que respecta a las partes II, III y IV del Acuerdo (referidas a la existencia, alcance y ejercicio de los derechos de propiedad intelectual, entre otros) los Miembros cumplirán los artículos 1 a 12 y el Artículo 19 del Convenio de París --el Artículo que establece la prioridad de las patentes de invención es el Artículo 4--

- b) En el Artículo 4 del mencionado Anexo 1C, Aspectos de los Derechos de Propiedad Intelectual relacionados con el Comercio, del Acuerdo por el cual se establece la Organización Mundial de Comercio (OMC), el cual consagra el "Trato de la nación más favorecida" para los países Miembros del mismo.
- c) En el Artículo 4 del Convenio de París, del cual ya era parte Colombia en el momento en que se presentó la solicitud cuya prioridad ahora reivindico, con lo cual se cumple la reciprocidad exigida en el Artículo 9 de la Decisión 486 del Acuerdo de Cartagena para con solicitudes provenientes del País Miembro del Acuerdo de Cartagena.

ANEXO

El documento que acredita la calidad de REPRESENTANTES LEGALES en Bogotá de los doctores **ALICIA LLOREDA** y/o **GUSTAVO TAMAYO** y/o **IGNACIO SANTAMARIA** y/o **ENRIQUE ALVAREZ** para TODOS LOS ASUNTOS RELACIONADOS CON LA PROPIEDAD INDUSTRIAL de la sociedad peticionaria, que faculta a cada uno de dichos abogados para actuar individualmente, se está presentando con esta solicitud. En consecuencia, ruego a usted reconocer la personería de cada uno de dichos Representantes Legales para actuar dentro del presente expediente, a fin de que cualquiera de ellos pueda intervenir en cualquier tiempo respecto de la solicitud en él contenida.



ALICIA LLOREDA RICAURTE

T.P. No. 53.215

TRADUCCION OFICIAL No 2004-08-12-406 de un documento escrito en Inglés/
Español, la cual para efectos del presente lleva el sello personal de **Martha Lucia
Arciniegas M.**, Traductora e Intérprete Oficial en virtud de la Res 1523 /88 del Ministerio
de Justicia.

Legalización de un Poder de Representación Legal conferido a ALICIA LLOREDA
y/o GUSTAVO TAMAYO, y/o IGNACIO SANTAMARIA y/o ENRIQUE ALVAREZ
otorgado por **UNILEVER N.V.**

Dado y firmado el 13 de julio del 2004

(fdo)

Richard Duncan Heath, Nicole Hope

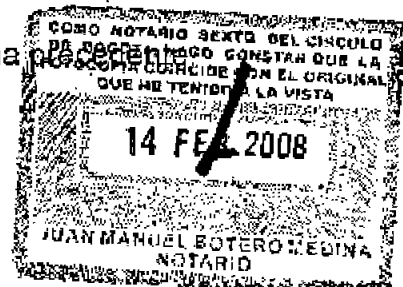
Debidamente autorizado

SE DEBE LEGALIZAR MEDIANTE NOTARIO AL DORSO Página

Sigue en Español legalización, mediante Notario, de la firma presentada

(fdo)

WILLIAM BRIGNALL KENNAIR, Notario Público



APOSTILLA

(Convención de La Haya del 5 de Octubre de 1961)

REINO UNIDO DE GRAN BRETAÑA E IRLANDA DEL NORTE

1. País: Reino Unido de Gran Bretaña e Irlanda del Norte

2. Este documento público
ha sido firmado por

William Brignall Kennair

3. actuando como

Notario Público

4. y lleva el sello/estampilla de

Dicho Notario Público

Certificado

5. en Londres

6. el 14 de julio del 2004

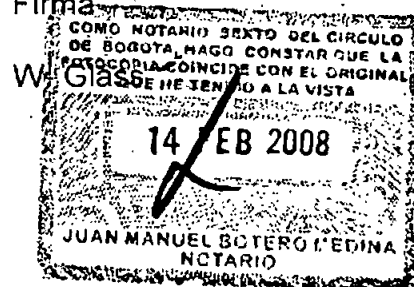
7. Por el Secretario Principal de Su Majestad para Asuntos Exteriores y del
Commonwealth

8. No. G464139

9. Timbre/Sello

Aparece el Sello de la Oficina
de Asuntos Exteriores y del
Commonwealth

10. Firma



Según mi leal saber y entender, esta es una traducción fiel y completa de
su original en inglés de la cual se deja copia para futuras referencias.

Martha Lucia Arciniegas
MARTHA LUCIA ARCINIEGAS M.
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCION 1523/88 MINJUSTICIA

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

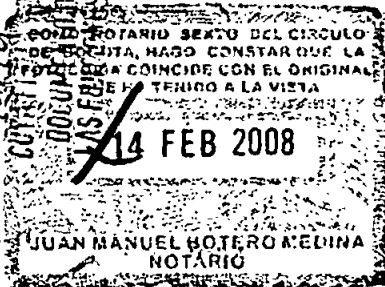
RESPONSABLE
2004 AÑO

17 12 55

JEFE DE SECCIÓN
SANTAFE DE BOGOTÁ D.C.

55743

Marta Arango
CUBIERTA
DOCUMENTOS
LAS FUENTES INDICADAS



KAMER VAN KOOPHANDEL
ROTTERDAM.

Número Archivo 24051830

Página 00001 Extracto Limitado

Traducción al inglés de un extracto del registro comercial de la Cámara de
Industria y Comercio de Rotterdam

Persona legal:

Forma jurídica Naamloze Vennootschap) (Compañía de
Responsabilidad Limitada Pública)...

Nombre Unilever N.V.

Sede Estatutaria Rotterdam

Primer registro en el registro
comercial 09-11-1927

Escritura de la última enmienda de 13-05-2004
los artículos

Capital autorizado EUR 697. 641.704,22

Capital emitido EUR 411. 862.272,26

Capital pagado EUR 411. 862.272.26

(Capital convertido a euros según el art. 2:
2:67c B.W.)

Existen diferentes clases de
acciones

Consultar el archivo de registro comercial

Empresa:

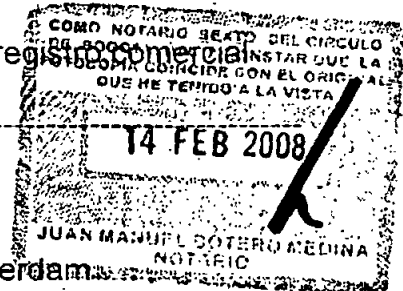
Razón social : Unilever N.V.

Dirección : Weena 455, 3013 AL Rotterdam

Dirección de correo : Postbus 760, 3000DK Rotterdam

Número telefónico : 010-2174000

Número de fax : 010-2174798



Página 00002 sigue

Descripción Negocio realizado : OBTENER INTERESES EN SOCIEDADES,
ASI COMO MANEJO Y FINANCIAMIENTO

Empleados : 0

Este extracto contiene una selección de personas en ejercicio de un cargo público

Nombre : Fitzgerald, Niall William Arthur
Fecha y lugar de nacimiento : 13-09-1945, Flijo, Irlanda
Dirección : Warreners Lane, Weybridge kt13.0lq,
United Kingdom

Fecha de ingreso a la oficina : 20-05-1987

Cargo : Uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver articulos.....

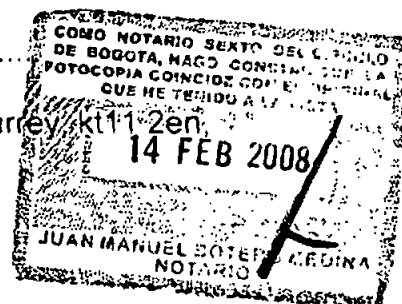
Fecha de Autoridad Representativa : 13-05-2004.....

Nombre : Burgmans, Antony
Fecha y lugar de nacimiento : 13-02-1947, Rotterdam
Dirección : 1 Danesmead, Cobham, Surrey kt11.2en,
United Kingdom

Fecha de ingreso a la oficina : 08-05-1991

Cargo : Uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver articulos.....



Fecha de Autoridad
Representativa : 13-05-2004.....

Nombre : Butler, Alan Clive

Fecha lugar de nacimiento : 22-06-1946, Bogota, Colombia

Dirección : 1 Campden Hill Gardens, London w8 7au
United Kingdom.....

Fecha de ingreso a la oficina : 06-05-1992

Cargo : Uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver artículos.....

Fecha de Autoridad
Representación : 13-05-2004

Nombre : Markham, Rudolph Harold Peter

Fecha y lugar de nacimiento : 13-03-1946, Alresford, United Kingdom

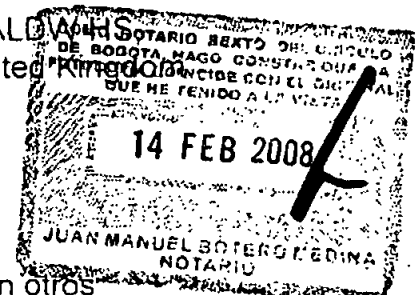
Dirección : 48 Trinity Church Road 17 CALDWELL
Barnes London sw13 8rj, United Kingdom

Fecha de ingreso a la oficina : 06-05-1998

Cargo : Uitvoerend bestuurder

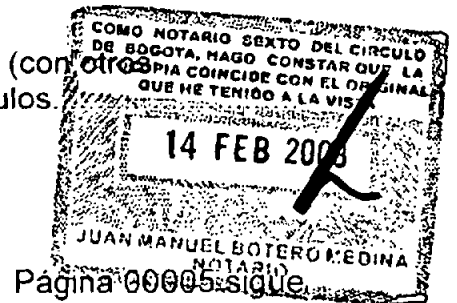
Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver artículos.....

Fecha de Autoridad
Representativa : 13-05-2004



Nombre : Cescau, Patrick Jean Pierre
Fecha y Lugar de Nacimiento : 27-09-1948, Paris, Francia
Dirección : 10ª Gloucester Park App ASHBURN, Place,
Kensington, London, United Kingdom
Fecha de ingreso a la oficina : 04-05-1999
Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver artículos.....
Fecha de Autoridad Representación : 13-05-2004

Nombre : van Heemstra, André René
Fecha y Lugar de Nacimiento : 31-01-1946, Zwolle
Dirección : Floris Grijpstraat 13, 2596XD's Gravenhage
Fecha de ingreso a la oficina : 03-05-2000
Cargo : Uitvoerend bestuurder
Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver artículos.
Fecha de Autoridad Representación : 13-05-2004



Nombre : Dadiseth, Keki Bomi

Fecha y Lugar de Nacimiento : 20-12-1945, PuneCMS, India

Dirección : Gloucester Park app. 10 A Asburn, Place
Kensington London, United Kingdom

Fecha de ingreso a la oficina : 03-05-2000

Cargo : Uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver artículos.....

Fecha de Autoridad Representativa : 13-05-2004

Nombre : van der Graaf, Cornelis Job

Fecha y Lugar de Nacimiento : 02-11-1950, Goes

Dirección : Kievietslaan 34, 2243GD Wassenaar

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

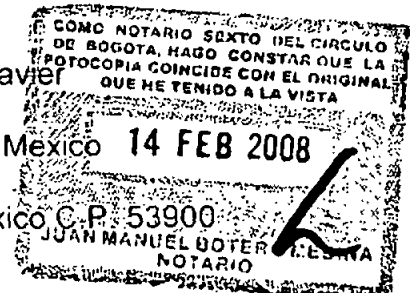
Cargo : Uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/otros, ver artículos.....

Nombre : Gonzalez Laporte, Claudio Xavier

Fecha y Lugar de Nacimiento : 22-05-1934, Cananea, Son., Mexico

Dirección : Santa Anita 190, Edo de Mexico C.P. 53900
Mexico



Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores/otros, ver artículos.....)

Nombre : Baroness Chalker, Lynda

Fecha y Lugar de Nacimiento : 29-04-1942, Hitchin, United Kingdom

Dirección : 11 The Winery, London SW8 1JR, United Kingdom

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores/otros, ver artículos.....)

Nombre : Lord Brittan of Spennithorne, Leon

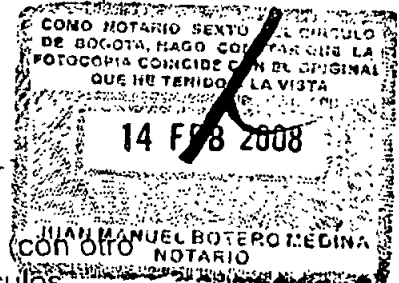
Fecha y Lugar de Nacimiento : 25-09-1939, London, United Kingdom

Dirección : 1 Carlisle Mansions, London SW1, United Kingdom

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores/otros, ver artículos.....)



Nombre : Collomb, Bertrand Pierre Charles
Fecha y Lugar de Nacimiento : 14-08-1942, Lyon, Francia

Dirección : 4 Rue de la Lota, Paris 75116, Francia

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores/otros, ver artículos.....)

Nombre : Dik, Wim
Fecha y Lugar de Nacimiento : 11-01-1939, Rotterdam

Dirección : Antwerpse Baan 10. 5269KB HELVOIRT

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

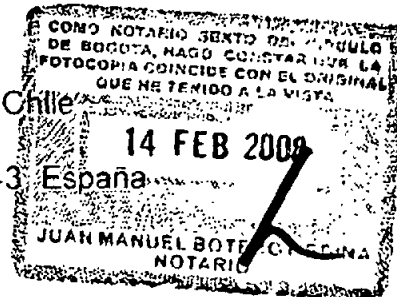
Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores, ver artículos.....)

Nombre : Fanjul Martin, Oscar
Fecha y Lugar de Nacimiento : 20-05-1949, Santiago de Chile, Chile

Dirección : Juan Belmonte 11, Madrid 28043 España

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004
Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder



Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores/otros, ver artículos.....

Nombre : Kopper, Hilmar

Fecha y Lugar de Nacimiento : 13-03-1935, Oslanin, República Federal Alemana

Dirección : Himburg 9, Rothenbach D-56459, República Federal Alemana

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores/otros, ver artículos.....

Nombre : Simon of Highbury, David Alec Gwyn Roberts

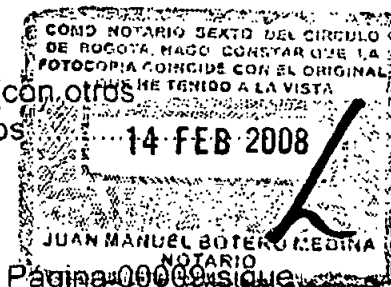
Fecha y Lugar de Nacimiento : 24-07-1939, London, United Kingdom

Dirección : 6 St. Mary's Grove Canonbury, London N1 2NT United Kingdom

Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004

Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder

Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros directores/otros, ver artículos.....



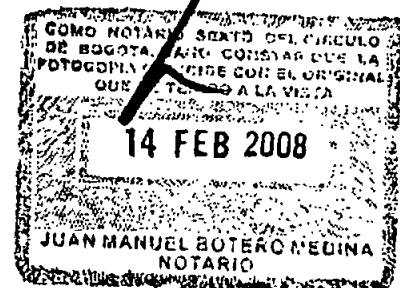
Número Archivo : 24051830 Página 00009 Extracto Limitado

Nombre : van der Veer, Jeroen
Fecha y Lugar de Nacimiento : 27-10-1947, Utrecht
Dirección : Adres afgeschermd, o.g.v. art 32 Hrb
Fecha de ingreso a la oficina : 13-05-2004
Cargo : Niet-uitvoerend bestuurder
Facultades : Autorizado conjuntamente (con otros
directores/ otros, ver artículos.....

Emitido por la Cámara de Comercio

Rotterdam, 28-07-2004

(fdo) Mw. C. Mijnsbergen- Van de Morter



APOSTILLA

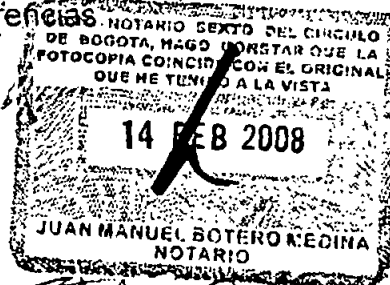
(Convención de La Haya del 5 de Octubre de 1961)

1. País: **Países Bajos**
2. Este documento público ha sido firmado por **Mijnsbergen van de Mortel**
3. actuando como **Funcionario Cámara Comercio**
4. y lleva el sello/estampilla de **Dicho Notario Público**

Certificado

5. en Rotterdam
6. el 4 de agosto del 2004
7. Por el Secretario de la Corte del Distrito
8. No. 147560
9. Timbre/Sello
10. Firma
(firma ilegible)

Según mi leal saber y entender, esta es una traducción fiel y completa de su original en inglés de la cual se deja copia para futuras referencias



Lucia Arciniegas
LUCIA ARCINIEGAS M.
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
RESOLUCIÓN 1523/88 MINJUSTICIA

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

11055734

Juan Manuel Botero Medina
JUAN MANUEL BOTERO MEDINA
NOTARIO
-14-18-2008
JUAN MANUEL BOTERO MEDINA
NOTARIO

RESPONSA
2008

12:13

JEFE DE LEGALIA
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

John Venn & Sons

Scrivener Notaries
Translators

William B Kennair LL.B. • Jessica M Reeve M.A.
Associates: Agnes Curless • Jonathan P Courts M.A., M.L.
Consultants: Keith F C Baker LL.B., LL.M. • Bridget M Ellison B.A.

95 Aldwych London WC2B 4JF
United Kingdom

Telephone: 020 7395 4300
Fax: 020 7395 4310
e-mail: notary@johnvenn.co.uk
<http://www.johnvenn.co.uk>

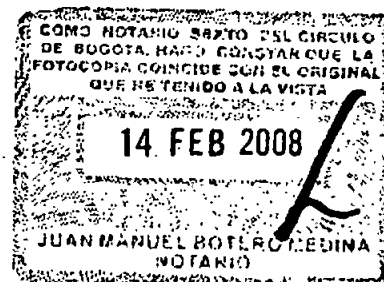
Yo, don WILLIAM BRIGNALL KENNAIR, Notario Público
debidamente admitido, con competencia para actuar en Inglaterra y Gales y
con ejercicio en Londres, Inglaterra, certifico por las presentes:

1. QUE el Poder que se adjunta fue firmado en nombre y
representación de UNILEVER N.V. con oficinas en Weena 455, 3013 AL,
Rotterdam, Países Bajos, por don RICHARD DUNCAN HEATH y doña
NICOLA HOPE, ambos Firmantes debidamente Autorizados de la referida
Sociedad;

2. Y QUE el referido Poder, así firmado, ha sido debidamente
otorgado en representación de la referida Sociedad.

EN TESTIMONIO de lo cual expido este Certificado bajo mi firma y
Sello Notarial en Londres, el día catorce de julio de dos mil cuatro.

W B Kennair
Not Public



Existe
encuillido en notario
nombra
Glic

APOSTILLE

(Hague Convention of 5 October 1961 / Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

UNITED KINGDOM OF GREAT BRITAIN AND NORTHERN IRELAND

1. Country: United Kingdom of Great Britain and Northern Ireland
Pays: Royaume-Uni de Grande-Bretagne et d'Irlande du Nord

This public document / Le présent acte public

2. Has been signed by William Brian Kennair

COPIA INCORPORADA EN EL LIBRO DE BOGOTÁ, NADU CONSTAR OUE LA FOTOCOPIA COMIDE CON EL ORIGINAL

3. Acting in the capacity of a Notary Public
Agissant en qualité de

4. Bears the seal/stamp of The Said Notary Public
est revêtu du sceau/timbre de

5. JUAN MANUEL ROTERO MEDINA
at London/Londres RIO

Certified/Attesté
6. the/le 14 July 2004

7. by Her Majesty's Principal Secretary of State for Foreign and Commonwealth Affairs /
par le Secrétaire d'Etat Principal de Sa Majesté aux Affaires Etrangères et du Commonwealth.

8. Number/sous No G464139

9. Stamp:
timbre:

10. Signature: W. Glass



For the Secretary of State / Pour le Secrétaire d'Etat

If this document is to be used in a country which is not party to the Hague Convention of 5 October 1961,
it should be presented to the consular section of the mission representing that country.

UNILEVER N.V., una sociedad
existente de conformidad con las leyes

The undersigned, UNILEVER N.V. a corporation
organized and existing under the laws of The
Netherlands,

domiciled at Weena 455, 3013 AL, Postbus 760,
3000 DK, Rotterdam, The Netherlands,

in its domicile in Rotterdam, Holland

nombramos por el presente a ALICIA LLOREDA y/o
GUSTAVO TAMAYO y/o IGNACIO SANTAMARIA
y/o ENRIQUE ALVAREZ, domiciliados en Bogotá,
Colombia, con oficinas en dicha ciudad, Calle 72 No.
5-83, piso 6o., nuestros representantes legales y
verdaderos en Bogotá, con facultades para recibir
notificaciones y nombrar apoderados judiciales o
extrajudiciales, con el fin de dar cumplimiento al
parágrafo 1o. del artículo 543 del decreto 410 de
1971.

Los doctores ALICIA LLOREDA y/o GUSTAVO
TAMAYO y/o IGNACIO SANTAMARIA y/o
ENRIQUE ALVAREZ, o los apoderados que
cualquiera de ellos designe, quedan especialmente
facultados para representarnos ante las autoridades
colombianas, administrativas, judiciales o de policía,
en todos los trámites relativos a la propiedad
industrial, a cuyo efecto les facultamos para dar ante
dichas autoridades todos los pasos necesarios al
objeto indicado; elevar solicitudes, declaraciones,
reclamos, recursos y presentar desistimientos;
formular descripciones, enmiendas, limitar el
alcance de las solicitudes y los registros, presentar
oposiciones y apelaciones; instaurar cancelaciones,
renunciar total o parcialmente a los registros, abonar
todos los impuestos y cuotas y efectuar todo otro
pago determinado por la ley; recibir todos los
documentos y valores, dando el descargo
respectivo; llenar cualesquiera otros requisitos y
tomar, en fin, todas las medidas que creyeran
conducentes al resguardo de nuestros intereses; y
adicionalmente quedan facultados para tomar
intervención como demandantes o demandados ante
los jueces que sean competentes, pudiendo transar,
someter a árbitros, desistir, percibir, conciliar y
apelar, con todas las demás facultades que resulten
necesarias, y por el presente declaramos desde
ahora válido y bueno cuanto dichos representantes
y/o los apoderados que cualquiera de ellos nombre
hicieren en nuestro beneficio.

Asimismo, facultamos a los doctores ALICIA
LLOREDA y/o GUSTAVO TAMAYO y/o IGNACIO
SANTAMARIA y/o ENRIQUE ALVAREZ, para
solicitar en la Oficina de Propiedad Industrial la
protocolización de este documento y de cualquier
poder que cualquiera de ellos otorgue a nombre
nuestro.

Dado y firmado el 13 de Julio de 2.004

hereby appoint, ALICIA LLOREDA y/o GUSTAVO
TAMAYO y/o IGNACIO SANTAMARIA y/o
ENRIQUE ALVAREZ, of Bogota, Colombia, with
offices in said town, Calle 72 No. 5-83, Sixth Floor,
our true and legal representatives in Bogotá, with
power to receive notifications and to appoint judicial
or extrajudicial agents, so as to comply with
paragraph 1o. of article 543 of decree 410 of 1971.

Doctors ALICIA LLOREDA y/o GUSTAVO
TAMAYO y/o IGNACIO SANTAMARIA y/o
ENRIQUE ALVAREZ, or the agents by any one of
them appointed, are especially empowered to
represent us before the administrative, judicial or
police authorities of Colombia, in all proceedings
pertaining to industrial property, for which purpose
we authorize them to take before the said authorities
all the necessary steps for the said end; to file
petitions, declarations, claims, recourses and
withdrawals, to draw up specifications; to file
amendments, to limit the scope of applications and
registrations, file oppositions; file cancellations total
or partially waive registrations, to pay all installments
and effect all other payments prescribed by law; to
receive proper receipts, to comply with all other
requirements and, in short, to take all those
measures which they may deem fit for the protection
of our interests; and additionally we authorize said
agents to act on our behalf, as complainants as well
as defendants, before the competent judges, with full
powers to make arrangements, to submit to
arbitrators, to desist, to collect, to conciliate, to
appeal and, in short, with all such further powers as
may be required, and we hereby declare from now
on as valid and good all that said representatives
and/or the agents by any one of them appointed may
do for our benefit.

We also authorize doctors ALICIA LLOREDA
y/o GUSTAVO TAMAYO y/o IGNACIO
SANTAMARIA y/o ENRIQUE ALVAREZ to apply for
protocolization of this document and of any power of
attorney by any one of them conferred in our name,
before the Office of Industrial Property.

Given and signed this 13th day of July 2004

Richard Duncan Heath Nicola Hope
Both Duly Authorised

NOTARY SHOULD EXECUTE OTHER SIDE



KAMER VAN KOOPHANDEL
ROTTERDAM

File number: 24051830

Page 00001 Limited extract

English translation of an extract from the commercial register of the
Chamber of Commerce and Industries for Rotterdam

Legal person:

Legal form	: Naamloze Vennootschap (Public Limited Liability Company)
Name	: Unilever N.V.
Statutory seat	: Rotterdam
Incorporation deed	: 09-11-1927
Deed of latest amendment of articles	: 13-05-2004
Authorized capital	: EUR 697.641.704,22
Issued capital	: EUR 411.862.272,26
Paid up capital	: EUR 411.862.272,26
	.(Capital converted into euro acc. to art. 2:67c B.W.)

There are different classes of shares	: Consult the commercial register file
---------------------------------------	--

Undertaking:

Tradename(s)	: Unilever N.V.
Address	: Weena 455, 3013AL Rotterdam
Mailing address	: Postbus 760, 3000DK Rotterdam
Telephone number	: 010-2174000
Fax number	: 010-2174798
Description of business conducted	: TO OBTAIN INTERESTS IN PARTNERSHIPS AS WELL AS MANAGING AND FINANCING
Employees	: 0

This extract contains a selection of registered incumbents

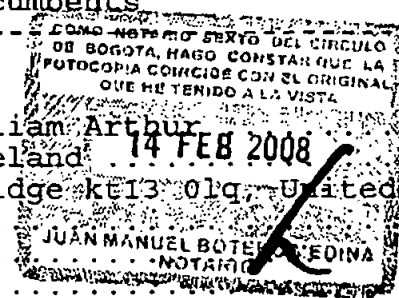
Director(s):

Name	: Fitzgerald, Niall William Arthur
Date and place of birth	: 13-09-1945, Flijo, Ireland
Address	: Warreners Lane, Weybridge KT13 0Lq, United Kingdom
Date of entry into office	: 20-05-1987
Title	: Uitvoerend bestuurder
Powers	: Authorised jointly with other directors/others, see articles

Date of (present) represen-

28-07-2004

Page 00002 follows.



File number: 24051830

Page 00002 Limited extract

tative authority :13-05-2004

Name :Burgmans, Antony

Date and place of birth :13-02-1947, Rotterdam

Address :1 Danesmead, Cobham, surrey, kt11 2en, United Kingdom

Date of entry into office :08-05-1991

Title :Uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly with other directors/others, see articles

Date of (present) representative authority :13-05-2004

Name :Butler, Alan Clive

Date and place of birth :22-06-1946, Bogota, Colombia

Address :1 Campden Hill Gardens, Londen-w8-7au, United Kingdom

Date of entry into office :06-05-1992

Title :Uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly with other directors/others, see articles

Date of (present) representative authority :13-05-2004

Name :Markham, Rudolph Harold Peter

Date and place of birth :13-03-1946, Alresford, United Kingdom

Address :48 Trinity Church Road 17 CALDW HS, Barnes, londen sw13 8rj, United Kingdom

Date of entry into office :06-05-1998

Title :Uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly with other directors/others, see articles

Date of (present) representative authority :13-05-2004

Name :Cescau, Patrick Jean Pierre

Date and place of birth :27-09-1948, Parijs, France

Address :10a Gloucester Park App, Ashburn, Place, kensington, london, United Kingdom

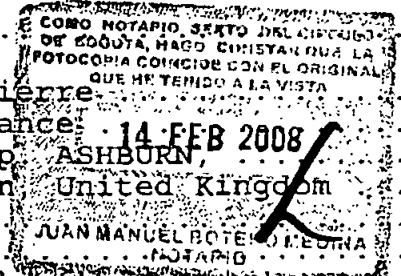
Date of entry into office :04-05-1999

Title :Uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly with other directors/others, see articles

28-07-2004

Page 00003 follows.





KAMER VAN KOOPHANDEL
ROTTERDAM

File number: 24051830

Page 00003 Limited extract

Date of (present) representative authority :13-05-2004

Name :van Heemstra, André René

Date and place of birth :31-01-1946, Zwolle

Address :Floris Grijpstraat 13, 2596XD 's-Gravenhage

Date of entry into office :03-05-2000

Title :Uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly with other directors/others, see articles

Date of (present) representative authority :13-05-2004

Name :Dadiseth, Keki Bomi

Date and place of birth :20-12-1945, Punecms, India

Address :Gloucester Park app. 10 A Asburn, Place
Kensington London, United Kingdom

Date of entry into office :03-05-2000

Title :Uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly with other directors/others, see articles

Date of (present) representative authority :13-05-2004

Name :van der Graaf, Cornelis Job

Date and place of birth :02-11-1950, Goes

Address :Kievietslaan 34, 2243GD Wassenaar

Date of entry into office :13-05-2004

Title :Uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly with other directors/others, see articles

Name :Gonzalez Laporte, Claudio Xavier

Date and place of birth :22-05-1934, Cananea, Son. Mexico

Address :Santa Anita 190, Edo. de Mexico C.P. 53900, Mexico

Date of entry into office :13-05-2004

Title :Niet-uitvoerend bestuurder

Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Name :Baroness Chalker, Lynda

Date and place of birth :29-04-1942, Hitchin, United Kingdom

28-07-2004

Page 00004 follows.

File number: 24051830

Page 00004 Limited extract

Address :11 The Winery, Londen SW8 1JR, United Kingdom
Date of entry into office :13-05-2004
Title :Niet-uitvoerend bestuurder
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Name :Lord Brittan of Spennithorne, Leon
Date and place of birth :25-09-1939, Londen, United Kingdom
Address :1 Carlisle Mansions, Londen SW1, United Kingdom
Date of entry into office :13-05-2004
Title :Niet-uitvoerend bestuurder
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Name :Collomb, Bertrand Pierre Charles
Date and place of birth :14-08-1942, Lyon, France
Address :4 Rue de la Lota, Parijs 75116, France
Date of entry into office :13-05-2004
Title :Niet-uitvoerend bestuurder
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

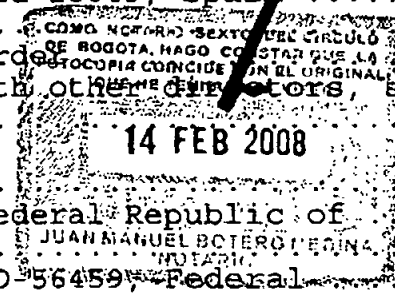
Name :Dik, Wim
Date and place of birth :11-01-1939, Rotterdam
Address :Antwerpse Baan 10, 5268KB HELVOIRT
Date of entry into office :13-05-2004
Title :Niet-uitvoerend bestuurder
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Name :Fanjul Martin, Oscar
Date and place of birth :20-05-1949, Santiago de Chile, Chile
Address :Juan Belmonte 11, Madrid 28043, Spain
Date of entry into office :13-05-2004
Title :Niet-uitvoerend bestuurder
Powers :Authorised jointly (with other directors, see articles)

Name :Kopper, Hilmar
Date and place of birth :13-03-1935, Oslanin, Federal Republic of Germany
Address :Himburg 9, Rothenbach D-56459, Federal Republic of Germany

28-07-2004

Page 00005 follows.



27

File number: 24051830

Page 00005 Limited extract

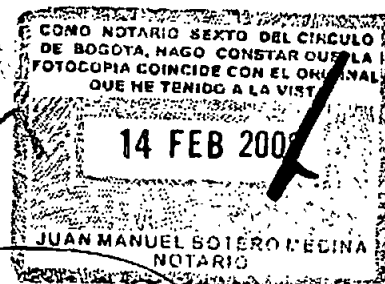
Date of entry into office	:13-05-2004
Title	:Niet-uitvoerend bestuurder
Powers	:Authorised jointly (with other directors, see articles)
Name	:Simon of Highbury, David Alec Gwyn Roberts ...
Date and place of birth	:24-07-1939, Londen, United Kingdom
Address	:6 St. Mary's Grove Canonbury, Londen N1 2NT, United Kingdom
Date of entry into office	:13-05-2004
Title	:Niet-uitvoerend bestuurder
Powers	:Authorised jointly (with other directors, see articles)
Name	:van der Veer, Jeroen
Date and place of birth	:27-10-1947, Utrecht
Address	:Adres afgeschermd, o.g.v. art 32 Hrb.
Date of entry into office	:13-05-2004
Title	:Niet-uitvoerend bestuurder
Powers	:Authorised jointly (with other directors, see articles)

Issued by the chamber of commerce

Rotterdam, 28-07-2004

For extract

Mw. C. Mijnsbergen-van de Mortel



APOSTILLE

(Convention de la Haye du 5 octobre 1961)

1. Country: The NETHERLANDS

This public document

2. has been signed by

C. Mijsbergen van de Mortel

3. acting in the capacity of

servant of the chamber of commerce

4. bears the stempel of

C. Mijsbergen van de Mortel

Certified

5. at ROTTERDAM 6. on 04-08-2004

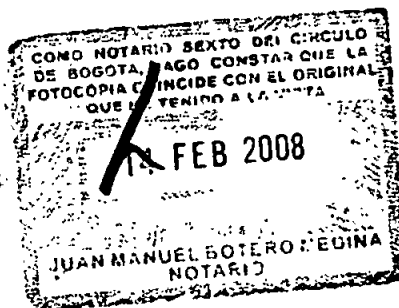
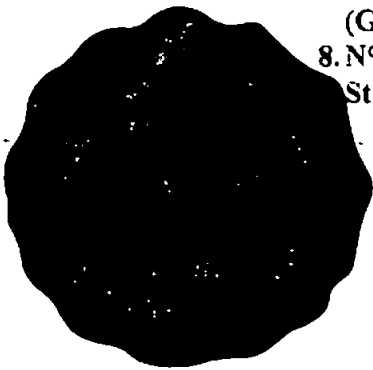
7. by the clerk of the District Court

(Griffier van de Arrondissementsrechtbank)

8. N° 147560

Stempel:

10. Signature:



BARRAS DE JABON EXTRUIDAS QUE COMPRENDEN UN SISTEMA DE ESTRUCTURACIÓN DE ALMIDÓN-POLIOL

RESUMEN - OBJETO Y FINALIDAD DE LA INVENCION

Una barra de lavado personal extruída y estampada que comprende.

- a) 45% a 60% de jabón de ácido graso;
- b) de 0.3% a menos de 1.5% de una o más sales solubles agregadas de cationes monovalentes;
- c) menos de 5.0% de ácido graso; y
- d) un sistema de estructuración que comprende:
 - i) de 5.0% a 14% de un poliol seleccionado del grupo que consiste de glicerol, sorbitol, y sus mezclas.
 - ii) de 6% a 25% de un almidón, y
 - iii) 0 a 10% de partículas insolubles en agua,

en donde la suma de pesos del poliol, almidón y partículas insolubles en agua comprende al menos 20% pero no más de 30% de la barra, en peso; y en donde la composición en barra es una masa extruible que tiene un esfuerzo de cedencia entre 350 y 2000 kPa medidos a una temperatura de 40 °C.

BARRAS DE JABON EXTRUIDAS QUE COMPRENDEN UN SISTEMA DE ESTRUCTURACIÓN DE ALMIDÓN-POLIOL

CAMPO DE LA INVENCION

La invención se relaciona con barras de lavado personal que se preparan mediante extrusión y sellado a alta velocidad y son adecuadas para el mercado masivo. Las barras incluyen un sistema de estructuración de almidón-poliol para reemplazar el jabón y tener excelentes propiedades durante el uso.

ANTECEDENTES

Las barras de jabón son ampliamente usadas alrededor del mundo para la limpieza de cuerpo. El uso de jabón para la higiene es bien conocido, y es un componente clave en la lucha de la propagación de enfermedades transmisibles. Para acelerar la penetración del uso del jabón en los países en desarrollo, los fabricantes han buscado formas de reducir el costo de las barras de jabón con el fin de hacerlas más asequible para consumidores de bajos ingresos.

Los surfactantes (jabón, sintético o una mezcla) son generalmente el ingrediente predominante en la barra y contribuye mayormente al costo total de los materiales. Adicionalmente, como los jabones están principalmente compuestos de sales de ácidos grasos derivados de triglicéridos, sus costos están en aumento debido a las demandas crecientes de triglicéridos como alimentos, y recientemente como combustibles alternativos. En consecuencia, existe una necesidad en curso de desarrollar barras de lavado personal en las cuales el surfactante, especialmente jabón, es reemplazado por ingredientes naturales y sostenibles sin comprometer la fabricación eficiente y las

propiedades durante uso de las barras con el fin de mantener o mejorar su asequibilidad.

Los surfactantes son generalmente el elemento predominante de las barras de lavado personal y representan la mayoría del costo de las materias primas. Cuando el surfactante predominante en la barra es jabón, una reducción de surfactante es comúnmente expresada como una reducción en la "materia grasa total" o TFM. El término TFM se usa para denotar el porcentaje en peso de ácido graso y residuos de triglicérido presentes en los jabones sin tener en cuenta los cationes acompañantes. La medida de la TFM es bien conocida en la técnica.

Una fracción significativa de los surfactantes son sólidos insolubles que proveen estructura a la barra. En consecuencia, una estrategia que se ha usado para reducir el contenido de surfactante es reemplazar parte del surfactante por sólidos inorgánicos u orgánicos que formarán una red. Esta red diferente de jabón permite que el nivel de agua en la barra sea aumentado de un nivel de 13-16% que el típico de barras recién hechas, a 20 a 30% e incluso mayor del 50% en algunos casos. Ejemplos de varios criterios de estructuración que se basan en este concepto se discuten a continuación.

WO 01/42418 a Chokappa et al revela una barra de detergente que contiene 0.5 a 30% de alúmina amorfa, una sal de metal de álcali de ácido carboxílico/sulfónico, 5-70% de activo de detergente y 10-55% de agua.

US 6,207,636 a Benjamin et al revela una barra de detergente que tienen 25-70% de materia grasa total, incluye: 9-16% en peso de hidróxido de aluminio coloidal y 12-52% de agua. La invención también comprende un proceso para preparar una barra de detergente.

WO 2006/084586 a Gangopadhyay et al., revela una barra de detergente de baja TFM que incluye jabón (15% a 30% de TFM); 25% a 70% de particulados inorgánicos que incluyen talco y carbonato de calcio; 0.5% a 10% de aluminio-silicato; y 3% a 20% de agua.

US 6,310,016 a Behal et al, revela una barra de detergente que incluye jabón (15-70% de materia grasa total); 0.5-40% de complejo hidróxido de aluminio coloidal-fosfato, y 10-50% de agua. También se revela un proceso para preparar tales barras.

US 6,440,908 a Racheria, revela composiciones en barra que contienen alta humedad, que incluyen un compuesto de borato. El compuesto de borato estructura agua en la barra habilitando de esta forma la retención de grandes cantidades de humedad sin comprometer las propiedades de la barra.

WO 2005/080541 a Gangopadhyay et al., revela una composición de limpieza sólida no granular que comprende 50% a 70% de una sal de ácido graso; 1% a 15% de un mono o disacárido; y 0.02% a 2% de un agente estabilizante. Los sacáridos preferidos son glucosa, sacarosa, manosa, y fructosa, y el agente estabilizante es elegido preferiblemente de la clase de fungicidas incluyendo formaldehído, ácido bencéico y sales de los mismos, y metil o etil parabeno.

WO 03/010272 a Anderson et al., revela barra de jabón o detergente, que tiene niveles relativamente bajos de materia grasa total (40% a 78%), permitiendo que niveles relativamente altos de agua (7% a 30%) y/u otros aditivos líquidos estén presentes incorporando hidróxido de aluminio y pirofosfato de tetra sodio decahidratado en la barra. También se revelan métodos para producir tales barras.

WO 96/35772 a Wise et al., revela composiciones de barra de lavandería que incluyen de aproximadamente 20% a aproximadamente 70% de surfactante; de aproximadamente 12% a aproximadamente 24% de agua; de aproximadamente 6.25% a aproximadamente 20% de carbonato de metal de álcali en exceso calculado; de aproximadamente 2% a aproximadamente 20% de sal de electrolito fuerte inorgánica soluble en agua; y varios ingredientes opcionales incluyendo almidón de corte entero.

WO 95/26710 a Kacher et al., revela composiciones en barra de lavado personal que incluyen: aproximadamente 5 partes a aproximadamente 40 partes de un agente humectante de la piel lípido; aproximadamente 10 partes a aproximadamente 50 partes de una estructura de red de esqueleto cristalino rígido que consiste esencialmente de jabón de ácido graso seleccionado o una mezcla de jabón y ácido graso seleccionado; aproximadamente 1 parte a aproximadamente 50 partes de un surfactante sintético espumante, y aproximadamente 10 partes a aproximadamente 50 partes de agua.

WE98/18896 a Rahamann et al., revela composición en barra de lavandería de alta humedad que incluye de aproximadamente 45% a aproximadamente 95% de composición de jabón estructurado, en donde dicha composición de jabón estructurado comprende una premezcla de: aproximadamente 45% a aproximadamente 75% de jabón; de aproximadamente 5% a aproximadamente 50% de almidón; aproximadamente 25% a aproximadamente 45% de humedad, y en donde la relación de almidón a humedad en dicha composición de jabón estructurado es de aproximadamente 1:5 a aproximadamente 1.25:1 y de aproximadamente 1% a aproximadamente 15% de surfactante aniónico sintético; en donde la humedad total en la composición en barra terminada es de aproximadamente 20% a aproximadamente 40%.

US 2007/00321314 y US 2007/0155639 a Salvador et al., revela composiciones en barra de limpieza que tienen alto contenido de agua, que incluyen (a) al menos aproximadamente 15% en peso de la composición, de agua; (b) de aproximadamente 40% a aproximadamente 84% en peso de la composición, de jabón; y (c) de aproximadamente 1% a aproximadamente 15% en peso de la composición, de sal inorgánica. Las composiciones en barra comprenden además un componente seleccionado del grupo que consiste de estructurante de carbohidrato, ácido graso libre, surfactantes sintéticos, y mezclas de los mismos. Las composiciones en barra tienen preferiblemente una Actividad en Agua ("Aw") de menos de aproximadamente 0.95, preferiblemente menos de aproximadamente 0.90, y más preferiblemente menos de aproximadamente 0.85. Las composiciones en barra son fabricadas preferiblemente mediante un proceso de molienda.

La presente invención es el resultado de experimentación extensiva que investigando el uso de un sistema de estructuración alternativo la combinación de almidón con polioles específicos y opcionalmente partículas insolubles en agua que pueden permitir reducciones sustanciales del contenido de surfactante sin tener que basarse en la inclusión de niveles altos de agua que caracterizan los enfoques de la técnica previa. De manera sorprendente, se pueden obtener barras superiores que tienen excelentes características de procesamiento disponibles en los procesos disponibles actualmente.

RESUMEN DE LA INVENCION

Las barras de lavado personal de la invención son barras extruídas y preferiblemente estampadas adecuadas para aplicaciones del mercado masivo. La barra de lavado personal incluye:

- a) 45% a 60% de un jabón de ácido graso;

- b) de 0.3% a menos de 1.5% de una o más sales solubles agregadas de cationes monovalentes;
- c) 0 a menos de 5.0% de ácido graso; y
- d) un sistema de estructuración que comprende:
 - i) de 5.0% a 14% de un poliol seleccionado del grupo que consiste de glicerol, sorbitol, y sus mezclas.
 - ii) de 6% a 25% de un almidón, y
 - iii) 0 a 10% de partículas insolubles en agua,

en donde la suma de pesos del poliol, almidón y partículas insolubles en agua comprende al menos aproximadamente 20% pero no más de 30% de la barra, en peso; y en donde la composición en barra es una masa extruible que tiene un esfuerzo de cedencia entre 350 y 2000 kPa medidos a una temperatura de 40 °C.

En una realización, las partículas insolubles opcionales son particulados inorgánicos.

En otra realización, la cantidad de una o más sales insolubles es al menos 0.3% pero menos de 1.0%, preferiblemente menos de 0.8% con base en el peso total de la composición en barra.

En otra realización, la composición en barra incluye un surfactante sintético a un nivel de hasta aproximadamente 10% en peso de la barra, preferiblemente entre 2% y 8% en peso.

En aún otra realización, la composición en barra incluye un surfactante sintético a un nivel de hasta aproximadamente 10% en peso de la barra, preferiblemente entre 2% y 8% en peso.

En aún otra realización, la composición en barra incluye un modificador de resbalado que mejora en gran medida la sensación de la barra húmeda cuando es frotada en la piel, especialmente cuando están presentes almidón y/o partículas insolubles en la barra a niveles que se aproximan a los límites superiores de sus rangos de concentración útiles.

En aún otra realización, la composición en barra contiene menos de 20% de agua, preferiblemente entre 14% y 19% de agua, en peso, cuando la barra es inicialmente fabricada, p.e., inmediatamente después que es extruída y estampada.

Estas y otras realizaciones se describen más totalmente a continuación en la siguiente descripción escrita y diferentes realizaciones que se ilustran en los ejemplos.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Como se usa aquí, % o %p se refiere a porcentaje en peso de un ingrediente comparado con el peso total de la composición o componente que está siendo discutido (generalmente la composición en barra total).

A excepción de los ejemplos operativos y comparativos, o cuando se indique explícitamente lo contrario, todos los números en esta descripción que indiquen cantidades de material o condiciones de reacción, las propiedades físicas de materiales y/o uso se entenderán modificados por la palabra "aproximadamente". Todas las cantidades están en peso de la composición final, a menos que se especifique de otra forma.

Se debe notar que al especificar cualquier rango de concentración, cualquier concentración superior particular puede estar asociada con cualquier concentración inferior particular.

Para evitar dudas, la palabra "que comprende" pretende significar "que incluye" pero no necesariamente "que consiste de" o "compuesto de". En otras palabras, los pasos, opciones o alternativas listadas no necesitan ser exhaustivas.

La presente invención se relaciona con barras de lavado personal extruídas que comprenden niveles específicos de jabones de ácido graso; una o más sales solubles agregadas; ácido graso opcional; de aproximadamente 20% a no más de 30% de un sistema de estructuración; y varios otros ingredientes opcionales. Estos componentes de la composición en barra y los métodos usados para fabricar y evaluar las barras, se describen a continuación.

Las composiciones en barra de la invención son capaces de ser fabricadas a altas velocidades de producción mediante procesos que involucran generalmente extrusión formando lingotes o barras, y estampado o moldeado de estas barras en tabletas, individuales, tortas o barras.

Capaz de altas velocidades de producción significa que la masa formada de la composición en barra es capaz de i) ser extruída a una velocidad en exceso de 9 kg por minuto, preferiblemente a o excediendo 27 kg por minuto e idealmente a o excediendo 36 kg por minuto; y ii) capaz de ser estampada a una velocidad que excede 100 barras por minuto, preferiblemente excediendo 300 barras por minuto, e idealmente a una velocidad de o por encima de 400 barras por minuto.

Adicionalmente, las barras de lavado personal producidas a partir de estas composiciones a altas velocidades de producción deben poseer un rango de propiedades físicas que las hacen enteramente adecuadas para uso diario por los consumidores del mercado masivo.

El método de prueba útil para evaluar las diferentes propiedades físicas de las barras fabricadas a partir de estas composiciones con el fin de establecer los criterios para la capacidad de fabricación y la aceptación del consumidor, se describen a continuación en la sección de METODOLOGÍA DE PRUEBA.

COMPOSICIÓN EN BARRA

Jabón de ácido graso

Los jabones de ácido graso, otros surfactantes y de hecho, todos los componentes de la barra deben ser adecuados para contacto de rutina con la piel humana, y preferiblemente producir barras que sean altamente espumosos.

El tipo preferido de surfactante es jabón de ácido graso. El término "jabón" se usa aquí en su sentido más popular, p.e., las sales de amonio de metal de álcali o alcohol de ácidos alifáticos, alcano o alqueno monocarboxílicos. Los cationes de sodio, potasio, magnesio, mono, di y trietanol amonio, o combinaciones de los mismos, son los más adecuados para propósitos de esta invención. En general, los jabones de sodio se usan en las composiciones de esta invención, pero de aproximadamente 1% a aproximadamente 25% del jabón pueden ser jabones de potasio, magnesio o trietanolamina. Los jabones útiles aquí son sales de metal de álcali bien conocidas de ácidos alifáticos naturales o sintéticos (alcanóicos o alquenóicos)

que tienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono, preferiblemente aproximadamente 10 a aproximadamente 18 átomos de carbono. Se pueden describir como carboxilatos de metal de álcali de hidrocarburos saturados o insaturados que tiene aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono.

Los jabones que tienen la distribución de ácido graso de aceite de coco pueden proveer el extremo inferior del amplio rango de peso molecular. Aquellos jabones que tienen la distribución de ácido graso del aceite de cacahuete o colza, o sus derivados hidrogenados, pueden proveer el extremo superior del amplio rango de peso molecular.

Se prefiere usar jabones que tienen la distribución de ácido graso del aceite de coco o sebo, o mezclas de los mismos, porque estos están entre las grasas más fácilmente disponibles. La proporción de ácidos grasos que tienen al menos 12 átomos de carbono en el jabón de aceite de coco, es de aproximadamente 85%. Esta proporción será mayor cuando se usan mezclas de aceite de coco y grasas tales como sebo, aceite de palma, aceite de nuez no tropical, o grasas, en donde las longitudes de cadena principales son C16 y mayores. El jabón preferido para uso en las composiciones de esta invención tiene al menos aproximadamente 85% de ácidos grasos que tienen aproximadamente 12 a 18 átomos de carbono.

El aceite de coco empleado para el jabón puede ser sustituido totalmente o en parte por otros aceites de "lauréico alto" o "ricos en lauréico", esto es, aceites o grasas en donde al menos 50% de los ácidos grasos totales están compuestos por ácidos láurico o mirístico y mezclas de los mismos. Estos aceites están generalmente ejemplificados por los aceites de nueces tropicales de la clase aceite de coco. Por ejemplo, incluyen: aceite de semilla de almendras, aceite de babasú, aceite de ouricuri, aceite de tucuma, aceite de

36

oricuri, aceite de murumuru, aceite de semilla de jaboty (cambará), aceite de khakan, aceite de semilla de dika, y aceite de ucuhuba.

Un jabón preferido es una mezcla de aproximadamente 10% a aproximadamente 40% derivada de aceite de coco, aceite de almendras, u otros aceites ricos en láurico ("jabones ricos en láurico") y aproximadamente 90% a aproximadamente 60% de sebo, aceite de palma u otros aceites ricos en esteárico. ("jabones ricos en esteárico").

Los jabones pueden contener instauración de acuerdo con estándares comercialmente aceptables. Normalmente se evita la instauración excesiva debido al potencial de rancidez.

Los jabones pueden ser preparados mediante procesos de ebullición de calderín clásicos o procesos de fabricación de jabón continuos modernos, en donde las grasas y aceites naturales, tales como sebo, aceite de palma o aceite de coco, o sus equivalentes, son saponificados con un hidróxido de metal de álcali usando procedimientos bien conocidos por los expertos en la técnica. Los dos procesos más amplios son de importancia comercial particular. El proceso SAGE en donde los triglicéridos son saponificados con una base, p.e., hidróxido de sodio, y los productos de reacción son tratados extensivamente y el componente de glicerina es extraído y recuperado. El segundo proceso es el proceso SWING en donde el producto de saponificación se usa directamente con tratamiento menos exhaustivo y la glicerina del triglicérido no es separada sino incluida en las barras y/o fideos de jabón terminado.

Alternativamente, los jabones pueden ser preparados neutralizando ácidos grasos, tales como ácido láurico (C12), mirístico (C14), palmítico (C16), o esteárico (C18) con un hidróxido o carbonato de metal de álcali.

El nivel de jabón de ácido graso en la barra (generalmente una mezcla de diferentes longitudes de cadena y/o isómeros) puede variar de 40% a 60%, preferiblemente 45% a 60%, más preferiblemente 45% a 55% y lo más preferido 45% a 52% con base en el peso total de la composición en barra.

Los surfactantes diferentes a jabón (comúnmente conocidos como "surfactantes sintéticos" o "syndets") pueden estar opcionalmente incluidos en la barra a niveles de hasta aproximadamente 25%, preferiblemente hasta 15%, más preferiblemente 2% a 10%, y lo más preferido 2% a 7% en peso de la barra. Ejemplos de syndets adecuados se describen a continuación bajo INGREDIENTES OPCIONALES.

Sales solubles Agregadas

Por el término sal soluble "agregada" se entiende una o más sales que son introducidas en la barra además de las sales que están presentes en la barra como resultado de la saponificación y la neutralización con ácido clorhídrico.

Se podrían usar potencialmente una variedad de sales. Las sales preferidas son sales solubles en agua que no contienen cationes que se precipitan en el jabón, p.e., cuya forma insoluble se precipita con carboxilatos de ácido graso. Así, se deben evitar sales solubles en agua que contienen iones divalentes sales como calcio, magnesio y zinc, e iones trivalentes tales como aluminio. Por supuesto, las sales de calcio altamente insolubles tales como carbonato de calcio, se pueden usar como partículas insolubles opcionales como parte del sistema de estructuración (ver más adelante).

Las sales solubles especialmente preferidas comprenden cationes monovalentes que forman jabones de ácido graso solubles (tales como sodio, potasio, alquilanolamonio pero no litio) y aniones divalentes (p.e., sulfatos, carbonatos, e isetionatos), iones trivalentes (p.e., citratos, sulfocinatos, fosfatos) e iones multivalentes (p.e., polifosfatos y poliacilatos).

Son especialmente preferidas las sales de sulfatos, carbonatos, fosfatos, citratos, sulfocinatos e isetionatos de sodio y potasio, y mezclas de los mismos.

Sin desear estar ligado a la teoría, se cree que una cantidad limitada de la una o más, sales solubles en agua, reduce el nivel de la fase de cristal líquida (p.e., fase lamelar) en la barra, y por lo tanto, permite que la barra acomode un sistema de estructuración compuesto que a su vez comprende algo de líquido. Sin embargo, la incorporación de demasiada sal reduce la fase de cristal líquida a un nivel en el que la barra se vuelve insuficientemente flexible y muestra agrietamiento excesivo.

El nivel de sal debe ser al menos aproximadamente 0.3% pero menor de 1.50%, preferiblemente 0.3% a menos de 1.50%, más preferiblemente 0.3% a 0.80%.

Se debe notar que el papel de las sales en la invención actual no es principalmente una disminución de la actividad en agua con el fin de acomodar niveles muy altos de agua en la barra, que son característicos de las barras de TFM baja descritas en la técnica previa, p.e., el uso de electrolitos para evitar o hacer más lento el secado de la barra. De hecho, las barras de la presente invención tienen niveles de agua que no son especialmente altos (hasta aproximadamente 20%) comparados con las barras de jabón comerciales normales que pueden variar de aproximadamente 13 a aproximadamente 15-18%. Así, los niveles de sales en el rango de 2.5 a 8% típicos de las barras

con alto contenido de agua de la técnica previa serían perjudiciales para las barras descritas aquí.

Ácido Graso

Un ingrediente opcional útil es el ácido graso. Aunque es bien conocido que los ácidos grasos son útiles para mejorar la espuma, su función principal en las barras descritas en la presente es modificar la reología a niveles bajos incorporados en la composición en barra con el fin de proveer termo-plasticidad adecuada a la masa.

Los ácidos grasos potencialmente adecuados son ácidos grasos C_8 - C_{22} . Los ácidos grasos preferidos son C_{12} - C_{18} , preferiblemente ácidos grasos de cadena recta predominantemente saturados. Sin embargo, también se pueden emplear algunos ácidos grasos insaturados. Por su puesto, los ácidos grasos libres pueden ser mezclas de ácidos grasos de longitud de cadena más corta (p.e., C_{10} - C_{14}) y de cadena más larga (p.e., C_{16} - C_{18}). Por ejemplo, un ácido graso útil es ácido graso derivado de triglicéridos de laurico tales como aceite de coco, aceite de almendras, y aceite de babasú.

Los ácidos grasos pueden ser incorporados directamente o pueden ser generados in-situ mediante la adición de un ácido prótico al jabón durante el procesamiento. Ejemplos de ácidos próticos adecuados incluyen: ácidos minerales tales como ácido clorhídrico y ácido sulfúrico, ácido adípico, ácido cítrico, ácido glicólico, ácido acético, ácido fórmico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido málico, ácido maléico, ácido succínico, ácido tartárico, y ácido poliacrílico.

El nivel de ácido graso no debe exceder 5.0%, preferiblemente no exceder aproximadamente 1% y lo más preferido, estar entre 0.3% y 0.8% con base en el peso total de la composición en barra.

Sistema de estructuración

El sistema de estructuración incluye uno o más componentes de almidón, uno o más polioles, y opcionalmente, partículas insolubles en agua (p.e., material insoluble).

El nivel total del sistema de estructuración usado en la composición en barra debe ser al menos aproximadamente 20%, pero no más de 30.0%, preferiblemente de 25% a 30.0% con base en el peso total de la composición en barra. Por nivel total del sistema de estructuración se entiende la suma de los pesos del almidón, poliol y componentes de partícula insoluble opcionales.

Los materiales de almidón adecuados incluyen almidón natural (de maíz, trigo, arroz, papa, tapioca y similares), almidón pregelatinizado, varios almidones modificados físicamente o químicamente y mezclas de los mismos. Por el término almidón natural se entiende almidón que no ha sido sometido a modificación química o física – también conocido como almidón crudo o nativo.

Un almidón preferido es almidón natural o modificado del maíz (maíz), mandioca, trigo, papa, arroz, y otras fuentes naturales del mismo. El almidón crudo con diferente relación de amilosa y amilopectina: p.e., maíz (25% de amilosa); maíz ceroso (0%); maíz de alta amilosa (70%); papa (23%); arroz (16%); sagú (27%); mandioca (18%); trigo (30%) y otros. El almidón crudo se puede usar directamente o ser modificado durante el proceso de preparar la composición en barra de forma que el almidón se gelatiniza, ya sea parcialmente o totalmente gelatinizado.

Otro almidón adecuado es pre-gelatinizado, el cual es almidón que ha sido gelatinizado antes de ser agregado como un ingrediente en las presentes composiciones en barra. Están disponibles varias formas que melifican a diferentes temperaturas, p.e., almidón dispersable en agua fría. Un almidón pre-gelatinizado comercial adecuado es suministrado por National Starch Co. (Brasil) bajo el nombre comercial FORMAL CS 3400, pero son adecuados otros materiales disponibles comercialmente que tienen características similares.

La cantidad del componente de almidón en el relleno puede variar de aproximadamente 5% a aproximadamente 25%, preferiblemente 6% a 25%, preferiblemente 10% a 25%, preferiblemente 10% a 20%, y preferiblemente 10% a 15% en peso de la composición en barra total.

Un segundo componente crítico del sistema de estructuración en un poliol o mezcla de polioles. Poliol es un término usado aquí para designar un compuesto que tiene múltiples grupos hidroxilo (al menos dos, preferiblemente al menos tres) que son altamente solubles en agua, preferiblemente libremente solubles en agua.

Muchos tipos de polioles están disponibles, incluyendo: compuestos polihidroxi de cadena corta de relativamente bajo peso molecular; tales como glicerol y propilen glicol; azúcares tales como sorbitol, manitol, sacarosa y glucosa; carbohidratos modificados tales como almidón hidrolizado, dextrina y maltodextrina, y polioles sintéticos poliméricos tales como polialquilen glicoles, por ejemplo polioxietilen glicol (PEG) y polioxipropilen glicol (PPG).

Los polioles preferidos son compuestos de relativamente bajo peso molecular que son líquidos o soluciones acuosas altamente concentradas altamente estables que se forman fácilmente, p.e, mayor de 50% y

preferiblemente 70% o más en peso de agua. Estos incluyen polioles y azúcares de bajo peso molecular.

Son polioles especialmente preferidos el glicerol, sorbitol y sus mezclas.

El nivel de poliol es crítico en la formación de una masa termoplástico cuyas propiedades de material son adecuadas tanto para fabricación rápida (300-400 barras por minuto) como para uso como una barra de lavado personal. Se ha encontrado que cuando el nivel de poliol es demasiado bajo, la masa no es suficientemente plástica a la temperatura de extrusión (p.e., 40 °C a 45 °C) y las barras tienden a mostrar mayor empastado y tasas de desgaste. Inversamente, cuando el nivel de poliol es demasiado alto, la masa se vuelve demasiado blanda para ser formada en barras por alta velocidad, a temperaturas de proceso normales.

El nivel de poliol debe estar entre 5.0% y 14.0%, preferiblemente 6 a 12% y preferiblemente aproximadamente 6% a aproximadamente 10% en peso con base en el peso total de la composición en barra. Adicionalmente, se ha encontrado que la relación de poliol a almidón está preferiblemente entre aproximadamente 1:1 a 1:4.5 en peso, y más preferiblemente entre 1:1 y 1:1.25

El sistema de estructuración puede incluir opcionalmente partículas insolubles que comprenden uno o una combinación de materiales. Por partículas insolubles se entiende materiales que están presentes en forma particulada sólida y adecuadas para lavado personal. El material particulado puede ser potencialmente inorgánico u orgánico o una combinación siempre y cuando sea insoluble en agua. Las partículas insolubles no deben ser percibidas como rasposas o granulares y, por ende, deben tener un tamaño de

42

partícula menor a 300 micrones, más preferiblemente menos de 100 micrones, y más preferiblemente menor de 50 micrones.

El material particulado inorgánico preferido incluye talco y carbonato de calcio. El talco es un material de mineral de silicato de magnesio, con una estructura de silicato en lámina y una composición de $Mg_3Si_4(OH)_2$, y puede estar disponible en la forma hidratada. Tiene morfología del tipo placa, y es esencialmente oleofílico/hidrofóbico, p.e., es humectado por aceite en lugar de agua.

El carbonato de calcio o creta existe en tres formas cristalinas: calcita, aragonita y vaterita. La morfología natural de la calcita es romboédrica o cúbica, acicular o dendrítica para aragonita y esférica para vaterita.

Comercialmente, el carbonato de calcio o creta conocida como carbonato de calcio precipitado, es producido mediante un método de carbonación en el cual se burbujea dióxido de carbono a través de una suspensión acuosa de hidróxido de calcio. En este proceso, el tipo de cristal de carbonato de calcio es calcita o una mezcla de calcita y aragonita.

Ejemplos de otros materiales particulados inorgánicos insolubles opcionales incluyen silicatos de aluminio, aluminatos, silicatos, fosfatos, sulfatos insolubles, boratos y arcillas (p.e. caolín, arcilla china) y sus combinaciones.

Los materiales particulados orgánicos incluyen: polisacáridos insolubles tales como almidón altamente reticulado o insolubilizado (p.e., mediante la reacción con un hidrófobo tal como octil succinato) y celulosa; polímeros sintéticos tales como varias redes de polímero y polímeros en suspensión: jabones insolubles y mezclas de los mismos.

El sistema de estructuración puede comprender hasta 10% de partículas insolubles, preferiblemente 5% a 8% con base en el peso total de la composición en barra.

Contenido de Agua

Como ya se mencionó, las composiciones en barra de la invención no comprenden un nivel especialmente alto de agua comparado con las barras de jabón extruídas y estampadas típicas, que pueden variar típicamente de aproximadamente 13 a aproximadamente 18% de agua cuando están recién hechas, p.e., después de la extrusión y estampado. De hecho, es preferible que el contenido de agua de la barra recién hecha sea de menos de 20% y preferiblemente entre 14% y 18% con base en el peso total de la barra. Así, en realizaciones preferidas, el nivel de agua de las barras recién hechas de la invención es menor que el contenido de agua de las barras fundidas y vertidas o fundidas-moldeadas recién hechas, p.e., el contenido de agua nominal con base en la formulación, que excede típicamente 25% en peso en las composiciones fundidas-moldeadas.

Se hace énfasis que los niveles de agua preferidos citados anteriormente se refieren a barras recién hechas. Como es bien conocido, las barras de jabón son sometidas a secado, p.e., evaporación de agua. Por consiguiente, dependiendo de cómo es almacenada la barra (tipo de envoltura, temperatura, humedad, circulación de aire, etc), el contenido de agua real de la barra al momento del muestreo puede obviamente diferir significativamente el contenido de agua inicial de la barra inmediatamente después de la fabricación.

Ingredientes Opcionales

Surfactantes sintéticos:

Las composiciones en barra pueden opcionalmente incluir surfactantes tipo sintético diferentes a jabón (detergentes) – llamados syndets. Los syndets pueden incluir surfactantes aniónicos, surfactantes no iónicos, anfotéricos o zwitteriónicos y surfactantes catiónicos.

El nivel de surfactante sintético presente en la barra es generalmente menor de 25%, preferiblemente menor de 15%, preferiblemente hasta 10%, y lo más preferido de 0 a 7% con base en el peso total de la composición en barra.

El surfactante aniónico puede ser, por ejemplo, un sulfonato alifático, tal como un alcano sulfonato primario (p.e., C₈-C₂₂), alcano disulfonato primario (p.e., C₈-C₂₂), alqueno sulfonato C₈-C₂₂, hidroxialcano sulfonato C₈-C₂₂, o alquil gliceril éter sulfonato (AGS); o un sulfonato aromático tal como alquil benceno sulfonato. Los alfa olefin sulfonatos son otro surfactante aniónico adecuado.

El aniónico puede ser un alquil sulfato (p.e., alquil sulfato C₁₂-C₁₈), especialmente un alcohol sulfato primario o un alquil éter sulfato (incluyendo alquil gliceril éter sulfatos).

El surfactante aniónico puede también ser un ácido graso sulfonado tal como ácido graso de sebo alfa sulfonado, un éster de ácido graso sulfonado tal como metil sebato alfa sulfonado o mezclas de los mismos.

El surfactante aniónico también puede ser alquil sulfosuccinatos (incluyendo mono y dialquil, p.e. sulfosuccinatos C₆-C₂₂); alquil y acil tauratos, alquil y acil sarcosinatos, sulfoacetatos, alquil C₈-C₂₂ fosfatos y fosfatos,

ésteres de alquil fosfato y ésteres de alcoxil alquil fosfato, acil lactatos o lactilatos, monoalquil C_8 - C_{22} succinatos y maleatos, sulfoacetatos y acil isetionatos.

Otra clase de aniónicos es alquil C_8 a C_{20} etoxi (1-20 EO) carboxilatos.

Otro surfactante aniónico adecuado es acil C_8 - C_{18} isetionatos. Estos ésteres se preparan mediante la reacción del isetionato de metal de álcali con ácidos grasos alifáticos mezclados que tienen de 6 a 18 átomos de carbono y un valor de yodo de menos de 20. Al menos 75% de los ácidos grasos mezclados tienen de 12 a 18 átomos de carbono y hasta 25% tienen de 6 a 10 átomos de carbono. El acil isetionato también puede ser isetionato alcoxlado.

Los acil isetionatos, cuando están presentes, variarán generalmente de aproximadamente 0.5% a aproximadamente 25% en peso de la composición total.

En general, el componente aniónico comprenderá la mayoría de los surfactantes sintéticos usados en la composición en barra.

Los detergentes anfotéricos que se pueden usar en esta invención incluyen al menos un grupo ácido. Este puede ser un grupo de ácido carboxílico o sulfónico. Incluyen nitrógeno cuaternario y por lo tanto, son amido ácidos cuaternarios. Deben incluir generalmente un grupo alquilo o alquenilo de 7 a 18 átomos de carbono. Surfactantes anfotéricos adecuados incluyen anfoacetatos, alquil y alquil amido betaínas, y alquil y alquil amido sulfobetaínas.

Los anfoacetatos y dianfoactatos también pretenden estar incluidos en los posibles compuestos zwitteriónicos y/o anfotéricos que se pueden usar.

Los surfactantes no iónicos adecuados incluyen los productos de reacción de compuestos que tienen un grupo hidrofóbico y un átomo de hidrógeno reactivo, por ejemplo alcoholes alifáticos o ácidos grasos, con óxidos de alquileo, especialmente óxido de etileno ya sea solo o con óxido de propileno. Ejemplos incluyen los productos de condensación de alcoholes lineales o ramificados primarios o secundarios alifáticos (C_8 - C_{18}) con óxido de etileno, y productos preparados mediante condensación de óxido de etileno con los productos de reacción de óxido de propileno y etilendiamina. Otros compuestos llamados detergentes no iónicos incluyen óxidos de amina terciaria de cadena larga, óxidos de fosfina terciaria de cadena larga y dialquil sulfóxidos.

El no iónico también puede ser una amida de azúcar, tal como alquil polisacáridos y amidas de alquil polisacáridos.

Ejemplos de detergentes catiónicos son los compuestos de amonio cuaternario tales como haluros de alquildimetilamonio.

Otros surfactantes que se pueden usar se describen en la Pat. U.S. 3,723,325 a Parran Jr. y "Surface Active Agents and Detergents" (Vol I & II) por Schwartz, Perry & Berch, ambos también incorporados en la solicitud sujeto por referencia.

Modificador de Resbalado

Ingredientes opcionales muy útiles son los modificadores de resbalado. El término "modificador de resbalado" se usa aquí para designar materiales que cuando están presentes a niveles relativamente bajos (generalmente menos de 1.5% con base en el peso total de la composición en barra) reducirán

40

significativamente la fricción percibida entre la barra húmeda y la piel. Los modificadores de resbalado más adecuados son útiles a un nivel de 1% o menos, preferiblemente de 0.05 a 1% y más preferiblemente de 0.05% a 0.5%.

Los modificadores de resbalado son particularmente útiles en las composiciones en barra que contienen almidón y/o partículas insolubles cuyos niveles se aproximan al nivel superior del rango de concentración útil para estos materiales, p.e., 20-25% para almidón. Se ha encontrado que la incorporación de niveles altos de almidón y/o partículas insolubles aumenta la fricción con la piel húmeda de la barra y las barras se perciben "rasposas" (tienen un nivel percibido de "raspado" friccional sobre la piel). Aunque a algunos consumidores no les importa esta cualidad sensorial, a otros no les gusta. En general, los consumidores prefieren barras que se perciba que se desliza fácilmente sobre su piel y se percibe que son resbalosos.

Se ha encontrado que ciertos materiales hidrofóbicos pueden, a niveles bajos, reducir dramáticamente el raspado friccional en la piel húmeda de barras que contienen niveles mayores de almidón y/o partículas insolubles. Esto mejora en gran medida la aceptación del consumidor de tales barras.

Modificador de resbalado adecuado incluye petrolato, ceras, lanolinas, óxidos de poli-alcano, -alqueno, polialquileno, resinas de óxido de polietileno de alto peso molecular, siliconas, polietilen glicoles y mezclas de los mismos.

Modificadores de resbalado particularmente adecuados son resinas de óxido de polietileno de alto peso molecular porque se ha encontrado que son efectivas a concentraciones relativamente bajas en la composición. Preferiblemente, el peso molecular de la resina de óxido de polietileno es mayor de 80.000, más preferiblemente al menos 100.000 Dalton y lo más preferido, al menos 400.000 Dalton. Ejemplos de resinas de óxido de

polietileno de alto peso molecular son resinas solubles en agua suministradas por Dow Chemical Company bajo el nombre comercial POLYOX. Un ejemplo es WSR N-301 (peso molecular de 4.000.000 Dalton).

Adyuvantes:

Los adyuvantes son ingredientes que mejoran las cualidades estéticas de la barra, especialmente las propiedades visuales, táctiles y olfativas, ya sea directamente (perfume) o indirectamente (preservantes). Se puede incorporar una amplia variedad de ingredientes opcionales en la composición en barra de la invención. Ejemplos de adyuvantes incluyen, pero no se limitan a: perfumes, agentes opacificantes tales como alcoholes grasos, ácidos grasos etoxilados, ésteres sólidos, y TiO_2 ; colorantes y pigmentos; agentes perlescentes tales como micas recubiertas con TiO_2 y otros pigmentos de interferencia; particular espejo tipo placa tales como abrillantadores orgánicos; sentidos tales como mentol y jengibre; preservantes tales como dimetiloldimetilhidantoína (Glydant XL1000), parabenos, ácido sórbico y similares; anti-oxidantes tales como, por ejemplo, hidroxitolueno butilado (BHT), agentes quelantes, tales como sales de ácido etilén diamin tetra acético (EDTA y etridronato de sodio; estabilizantes de emulsión; espesantes auxiliares; agentes amortiguadores; y mezclas de los mismos.

El nivel de agente perlescente debe estar entre aproximadamente 0.1% a aproximadamente 3%, preferiblemente entre 0.1% y 0.5%, y lo más preferido entre aproximadamente 0.2 a aproximadamente 0.4% con base en el peso total de la composición en barra.

Agentes de beneficio para la piel:

Una clase particular de ingredientes opcionales destacados aquí son los agentes de beneficio para la piel incluidos para promover la salud y condición de la piel y el cabello. Los agentes de beneficio potencial incluyen, pero no se limitan a: lípidos tales como colesterol, ceramidas y seudoceramidas; agentes antimicrobianos tales como TRICLOSAN; pantallas solares tales como cinamatos; otros tipos de partículas exfoliantes tales como perlas de polietileno, cáscaras de nueces, semillas de albaricoque, flores, pétalos y semillas, e inorgánicos tales como sílice, y pómez; emolientes adicionales (agentes suavizantes de la piel) tales como alcoholes de cadena larga y ceras como lanolina; humectantes adicionales; agentes tonificantes de la piel; nutrientes para la piel tales como vitaminas como Vitamina C, D y E y aceites esenciales como bergamota, unshiu cítrico, cálamo y similares; extractos solubles o insolubles en agua de aguacate, uvas, semillas de uvas, mirra, cohombro, pepino, berro, caléndula, flor de saúco, geranio, flor de tilo, amaranto, algas marinas, ginkgo, zanahoria; alegría (*impatiens balsamina*), camu camu, hojas alpinas y otros extractos de planta tales como hamamelis, y mezclas de los mismos.

La composición también puede incluir una variedad de otros ingredientes activos que proveen beneficios para la piel adicionales (incluyendo el cuero cabelludo). Ejemplos incluyen agentes anti-acné tales como ácido salicílico y resorcinol, amino ácidos D y L que contienen azufre y sus derivados y sales, particularmente sus derivados N-acetilo; activos anti-arrugas, anti-atrofia de la piel y reparadores de la piel tales como vitaminas (p.e., A, E y K), alquil ésteres de vitamina, minerales, magnesio, calcio, cobre, zinc, y otros componentes metálicos, ácido retinóico, ésteres y derivados tales como retinal y retinol, compuestos de vitamina B3, alfa hidroxí ácidos, beta hidroxí ácidos, p.e., ácido salicílico y derivados del mismo; agentes suavizantes de la piel tales como aloe

vera, aceite de jojoba, derivados de ácido propiónico y acético, derivados de ácido fenámico; agentes de bronceado artificial tales como hidroxiacetona; tirosina, ésteres de tirosina tales como tirosinato de etilo y tirosinato de glucosa; agentes aclaradores de la piel tales como extracto de aloe y niacinamida, ácido alfa-gliceril-L-ascórbico, aminotiroxina, lactato de amonio, ácido glicólico, hidroquinona, 4 hidroxianisol, agentes de estimulación del sebo tales como ácido brionólico, deshidroepiandrosterona (DHEA) y orizano; inhibidores del sebo tales como cloruro de hidroxil aluminio, cosricosteroides, ácido deshidroacético y sus sales, diclorofenil imidazoldioxolan (disponible en Elubiol); efectos anti-oxidantes, inhibición de proteasa, agentes tensores de la piel tales como terpolímeros de vinilpirrolidona, ácido met(acrílico) y monómero hidrofóbico compuesto de alquil(met)acrilatos de cadena larga; agentes anti-picazón tales como hidrocortisona, metdilizina y trimeprazina; inhibición del crecimiento del cabello; inhibidores de 5-alfa reductasa; agentes que mejoran la descamación; agentes anti-glicación; agentes anti-caspa tales como piridintiona de zinc; promotores del crecimiento del cabello tales como finasterida, minoxidil, análogos de vitamina D y ácido retinólico y mezclas de los mismos.

PROPIEDADES DEL MATERIAL DE UNA MASA EXTRUÍDA

Las barras de lavado personal descritas aquí son masas extruídas. Por el término "masas extruídas" se entiende que las barras son preparadas mediante un proceso que involucra mezclado intensivo o trabajo de la masa de jabón mientras está en un estado plástico semi-sólido y su formación en una masa cohesiva mediante el proceso de extrusión.

El mezclado intensivo puede ser realizado por una o más operaciones unitarias conocidas en la técnica, que pueden incluir molienda en rodillo, refinado, y extrusión de etapa única o múltiples. Tales procesos trabajan la masa de barra, p.e., masa de jabón, a una temperatura entre aproximadamente

30 °C y aproximadamente 50 °C para formar una red homogénea de materiales insolubles en un líquido viscoso y/o fase cristalina líquida que contiene surfactantes más solubles de fusión baja (p.e., jabones y otros materiales solubles/dispersables en agua).

Una masa extruída debe ser termoplástico dentro de la temperatura de proceso de extrusión que está generalmente entre aproximadamente 30 °C y aproximadamente 45°C, preferiblemente a una temperatura entre aproximadamente 33 °C a aproximadamente 42 °C. Así, el material debe ablandarse dentro de esta ventana de temperatura de proceso pero permanecer altamente viscoso, p.e., no ablandarse excesivamente para formar una masa pegajosa. El material debe ganar de nuevo su estructura y endurecerse rápidamente mientras la temperatura disminuye por debajo de su punto de reblandecimiento. Esto significa que la estructura interna debe formarse de nuevo rápidamente mediante re-solidificación de las unidades que forman la estructura, p.e., cristales.

Adicionalmente, la masa ablandada, aunque flexible, debe ser suficientemente viscosa de forma que no se pegue a las superficies de la extrusora con el fin de ser capaz de transportarse por los tornillos extrusores, pero no doblarse excesivamente cuando salga de la extrusora como una barra. Sin embargo, si la masa es demasiado viscosa, no será capaz de extrusión a velocidades razonables. Así, la dureza de la masa debe estar dentro de límites dentro de la ventana de temperatura de proceso para ser capaz de altas velocidades de producción. Por alta velocidad de producción se entiende en exceso de aproximadamente 50 tabletas o barras por minuto (4.5 kg/min para una barra de 90 kg), preferiblemente mayor de aproximadamente 150 barras por minuto (13.5 kg/min), preferiblemente mayor de aproximadamente 250 barras por minuto (22.5 kg/min) y aún más preferiblemente mayor de 400 barras por minuto (36 kg/min).

Las barras de lavado personal formadas por extrusión (también conocidas comúnmente como jabones molidos) tienen propiedades físico-químicas y una estructura interna que es bastante diferente de los jabones que son preparados por un proceso de fundido-moldeado, en donde la composición en barra es primero fundida a alta temperatura (p.e., 70 °C) para formar una fase líquida que es entonces vertida en moldes para solidificarse mediante enfriamiento inactivo.

Estas diferencias de estructura interna, composición y características físico-químicas proveen barras de lavado personal con propiedades globales durante uso que están mejor adecuadas para el mercado masivo que los jabones moldeados. Estas propiedades incluyen: velocidades de desgaste mucho menores, más resistencia al raspado y aplastamiento, y una espuma más rica, más opaca cremosa.

La una o más propiedades clave que sirven como características de "huella digital" de una masa extruída son anisotropía estructural, el nivel de materiales con alto punto de fusión tales como jabones esteáricos, alto punto de fusión y reversibilidad térmica, y rápida recuperación de dureza después de calentamiento y corte. Estas características se describen brevemente a continuación.

Anisotropía Estructural

Las barras preparadas mediante extrusión tienen típicamente una estructura interna anisotrópica con respecto al alineamiento de cristales y a la macro-estructura global.

Un elemento importante de la macro-estructura es la "estructura de vela", revelada por ejemplo por Schonig et al en la Patente U.S. 4,720,365 que es producida en la extrusora y modificada en la estampadora. Las fuerzas de corte generadas en la placa central (eyeplate) y las fuerzas de prolongación subsecuentes en el cono del plodder (extrusora) producen alineación marcada dentro de las velas y así influyen la estructura coloidal de la masa extruida. Aunque existe alguna modificación de la alineación después del estampado, la barra resultante usualmente tiene una alineación macroscópica característica de los cristallitos y dominios con relación a la superficie de la barra y alguna estructura de vela residual.

La fase líquida (cristalina) generada a la temperatura de extrusión tiene una viscosidad relativamente baja y se espera que fluya preferiblemente a la superficie de las velas durante la etapa de compresión del plodder (extrusora).

En contraste, las barras fundidas-moldeadas tienen una estructura predominantemente isotrópica porque la cristalización ocurre durante el enfriamiento inactivo, y así la alineación de los cristales es mínima y no hay estructura de vela.

Las diferencias de estructura interna entre las barras extruidas y las fundidas-moldeadas puede visualizarse mediante un simple procedimiento con etanol. En este procedimiento las barras son rebanadas, por ejemplo con un cepillo de carpintero para revelar las estructuras internas (las barras pueden ser rebanadas en varias direcciones ortogonales). Estas direcciones rebanadas son entonces sumergidas durante la noche en alcohol anhidro. Después de la remoción del alcohol, las barras se dejan secar reposando, aparece un patrón de pequeñas grietas. Estas grietas son indicativas de la micro-estructura orientada de la barra. El alcohol extrae los jabones más solubles en las barras extruidas, exponiendo así la superficie de contacto de la

estructura de vela y las líneas de flujo. En las barras fundidas-moldeadas las líneas de flujo y la estructura de vela están ausentes y las grietas finas son mucho menos pronunciadas o están ausentes después de la emersión de alcohol.

Nivel de materiales de alta fusión

Con el fin de lograr las propiedades reológicas requeridas para la molienda y extrusión, una masa extruida debe tener un nivel suficiente de partículas sólidas para estructurar adecuadamente la masa a la temperatura de proceso, p.e., la barra contiene materiales cuyo punto de fusión está por encima de la temperatura de extrusión.

Para las barras que están compuestas principalmente de jabón, estos sólidos de alta fusión son proporcionados al menos en parte por los jabones esteáricos que incluyen jabones saturados C16 y C18.

El nivel de sólidos de alta fusión (punto de fusión mayor de la temperatura de extrusión) encontrado en las barras extruidas es generalmente mayor del 20%, y típicamente mayor del 30%. Para un extruido adecuado para la presente invención, que está principalmente compuesto de jabones, el nivel de jabones ricos en esteárico está generalmente entre aproximadamente 25% y aproximadamente 55% con base en el peso total de la barra, preferiblemente entre 25% a aproximadamente 40%. Otras fuentes de partículas sólidas también están presentes en las barras descritas aquí.

Punto de fusión y reversibilidad térmica

Debido a la presencia de sólidos de significativamente alta fusión (p.e., jabones y estructurantes ricos en esteárico) y los niveles bajos de líquidos con

relación a los jabones moldeados, las masas extruídas tiene puntos de fusión que están generalmente por encima de los 80 °C, típicamente por encima de 90 °C, y usualmente por encima de 100 °C. En contraste, los jabones moldeados se funden generalmente a temperatura entre 70 °C y 80 °C.

Adicionalmente, una masa extruída gana de nuevo su estructura y se endurece rápidamente mientras la temperatura disminuye por debajo de su punto de reblandecimiento. Esto significa que la estructura interna se reforma rápidamente, generalmente mediante re-solidificación de las unidades formadoras de estructura, p.e., cristales de jabón. La re-solidificación rápida se observa generalmente como reversibilidad térmica en la calorimetría de barrido diferencial (DSC). Por el término reversibilidad térmica se entiende que los barridos de temperatura en aumento y en descenso tienden a ser superimpuestas a pesar de la desviación por una diferencia de temperatura característica de la composición. En contraste, los jabones moldeados requieren muchos más períodos de tiempo para reformar las unidades estructurales sólidas y muestran menor reversibilidad térmica, p.e., los barridos de temperatura de aumento-descenso no pueden superponerse o están desviados a temperaturas mucho mayores que las encontradas con una masa.

Recuperación de la dureza después de calentamiento y corte

Una masa extruída debe ablandarse cuando se calienta a la temperatura del proceso de extrusión, que está típicamente en el rango de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 45 °C. Sin embargo, a esta temperatura debe retener suficiente dureza. Se ha encontrado experimentalmente que para lograr las velocidades deseadas de producción, la dureza de la masa debe ser generalmente de al menos aproximadamente 1500 g, preferiblemente de al menos 3000g, pero generalmente no mayor de aproximadamente 8000g, preferiblemente entre 3000g y 5000g cuando se mide

mediante la Prueba de Penetración de Dureza descrita en la sección de METODOLOGÍA DE PRUEBA, dicha medida se realiza a una temperatura en el rango de aproximadamente 40 °C.

Una masa extruída también permanece cohesiva después que ha sido sometida a corte a la temperatura de extrusión sin mostrar flexibilidad o dureza excesiva. Por el término "permanece cohesiva" significa que cuando se compacta a presión, la masa debe ser capaz de aglomerarse junta para formar una sola unidad cohesiva que tiene integridad mecánica.

Finalmente, se ha encontrado que una masa extruída recupera rápidamente su esfuerzo de cedencia (medida por su dureza de penetrómetro) cuando es sometida a corte a la temperatura de extrusión (p.e., 40 °C) y se deja enfriar. Por ejemplo, cuando el extruído es enfriado después de la extrusión hasta 25 °C, la masa debe recuperar al menos aproximadamente 75%, preferiblemente al menos aproximadamente 85% y más preferiblemente al menos aproximadamente 95% de la dureza inicial antes de haber sido sometida a corte, mediante por ejemplo, extrusión a través de una extrusora de "orificio". – ver más adelante.

La influencia del corte en la cohesividad, pegajosidad, flexibilidad y recuperación del esfuerzo de cedencia se puede evaluar utilizando una extrusora de "orificio" que provee un flujo extensional controlado similar al encontrado por la masa durante la extrusión a través de una eyeplate (placa central). Este dispositivo comprende un barril enchaquetado térmico (p.e., 350 mm de longitud por 90 mm de diámetro) finalizando en una abertura estrecha (típicamente 2-4 mm) y un émbolo que está acoplado a una unidad impulsora, p.e., Intron Mechanical Tester. El émbolo fuerza la masa a través del orificio para formar un extruído. El extruído puede ser evaluado a la temperatura de proceso.

57

El extruído puede ser colocado en el barril de la extrusora de orificio, comprimido bajo diferentes cargas y removido para determinar su cohesividad o extender la cohesión, su pegajosidad y su habilidad para recuperar su dureza después que ha sido sometido a corte a la temperatura de extrusión (p.e., 40 °C) y enfriado (p.e., 25 °C).

Con base en los criterios de extrusionabilidad anteriores, las composiciones llamadas de fundir y verter, tales como las usadas para preparar jabones de glicerina que requieren el moldeado en moldes con el fin de formar barras, no son masas extraíbles cuando son inicialmente formadas del fundido y no son adecuadas. Así, después que una composición moldeada fundida es fundida y se deja solidificar en un molde por varias horas, la composición no forma una masa no-pegajosa cohesiva después de la extrusión a través de una extrusora de orificio y el extruído no muestra la recuperación requerida de dureza después del enfriamiento.

Adicionalmente al requerimiento de ser adecuada para extrusión, la masa de barra también debe ser suficientemente dura para ser estampada con los moldes fabricantes de jabón convencionales. El proceso de estampación involucra colocar una barra o lingote de la masa extruída en un molde dividido compuesto de dos mitades generalmente movibles (los moldes). Estos moldes cuando se cierran comprimen la barra ("estampan" la barra), exprimiendo el exceso de masa y definiendo la forma final de la barra. Las mitades de molde se encuentran en una línea de partición que se vuelve visible como una línea en el perímetro de borde de la barra terminada moldeada (barra estampada). Así, una barra de lavado personal puede estar caracterizada por comprender caras estampadas superior y de fondo que se encuentran en una línea de partición.

La experiencia ha mostrado que la estampación se puede lograr asegurando que una barra extruída de la masa de barra (también conocido como un lingote) tiene una dureza mínima de al menos aproximadamente 1500 g a la temperatura de estampación que está típicamente en el rango de 25° a 45°.

La una o más características claves de una masa extruída se resumen en la siguiente tabla:

PROPIEDAD CARACTERÍSTICA	MASA EXTRUÍDA	JABON MOLDEADO
Anisotropía estructural	Cristales alineados Estructura de líneas/velas de flujo distintas evidente como grietas pequeñas formadas después de la emersión de alcohol.	Generalmente orientación de cristal aleatoria Ausencia de estructura de vela No hay líneas o grietas prominentes y sistemáticas evidentes después de la emersión de alcohol.
Niveles de jabones ricos en esteárico (jabones C ₁₆ /C ₁₈)	20% a aproximadamente 55% con base en el peso total de la barra	Generalmente menor de 15% o ausente
Punto de fusión / características térmicas	Punto de fusión por encima de 80 °C, típicamente por encima de 90 °C y usualmente por encima de 100 °C. Grado de reversibilidad	Punto de fusión de 70 °C y 80 °C. Grado de reversibilidad

	térmica relativamente alto (DSC)	térmica relativamente bajo
Recuperación de dureza después de calentamiento y fuerza de corte	Recupera al menos aproximadamente 75%, preferiblemente al menos aproximadamente 85% y más preferiblemente al menos aproximadamente 95% de su dureza inicial antes de ser sometida a corte. Forma masa cohesiva después del corte extensional (extrusora de Orificio)	Después del fundido y moldeado ether baja recuperación de dureza después de corte y/o carece de formación de masa cohesiva de masa después de corte (fractura o ablandamiento excesivo).

METODOLOGÍA DE PRUEBA

Dureza de la barra – Prueba de Dureza de Penetrómetro

Se conoce una variedad de métodos en la técnica para medir la dureza de los sólidos blandos tales como jabones de baño. Las técnicas usadas en el trabajo actual, es la Técnica de Penetración que mide la penetración de una aguja o barra ahusada bajo carga. Se puede medir la distancia recorrida (penetración de la aguja en la masa de prueba) bajo una carga constante o la carga requerida para producir una distancia de penetración dada. En el

método de prueba usando en el presente trabajo, se emplea el último criterio de medida, p.e., carga variable para lograr profundidad de penetración fija.

Aunque la invención se describe mediante parámetros que se miden mediante la Prueba de Penetración, se pueden usar varias pruebas de dureza y se inter-relacionan con los métodos usados aquí.

Las medidas de penetración de dureza se hicieron usando barras de jabón de baño terminadas usando el Analizador de Textura TA-XT Plus suministrado por Stable Micro Systems.

Los parámetros reológicos de las barras terminadas se determinaron midiendo el peso necesario para que la sonda de prueba penetre la muestra a una distancia de 15 mm (ver tabla siguiente). La sonda de prueba cónica de 30° está hecha de acero inoxidable X2 y las dimensiones son: Longitud, 60.4 mm; diámetro 30 mm.

Los parámetros del instrumento usados en los análisis de dureza con TA-XT Express se dan en la tabla siguiente:

Parámetros	Valor
Capacidad de carga de celda (kg)	10
Pre-velocidad (mm/s)	2
Velocidad de Retorno (mm/s)	10
Ángulo de sonda cónica (°)	30
Fuerza de disparo (g)	5
Velocidad de prueba (mm/s)	1
Distancia de penetración (mm)	15

El Analizador de Textura TA-XT Plus permite varias velocidades de sonda preajustadas. En los ejemplos descritos aquí, los parámetros reológicos diferentes a dureza se realizaron a varias velocidades (mínimo 10), variando de 0.01 a 10 mm/ seg y las fuerzas se miden en concordancia. Los esfuerzos de corte y las velocidades de corte se calcularon y se construyeron las tablas reológicas. Los parámetros reológicos fueron calculados finalmente mediante mínimos cuadrados usando la ecuación de Herschel-Bukley:

$$\sigma = \sigma_0 + K\dot{\gamma}^n$$

en donde σ es el esfuerzo de corte, σ_0 es el esfuerzo de cedencia, k es el índice de consistencia, n es el índice de flujo y $\dot{\gamma}$ es la velocidad de corte.

La pegajosidad se midió usando el Medidor de Textura TA-TX Plus usando el modo de compresión y adquiriendo la lectura de pico cuando una sonda cónica de 45° deja la muestra. Los otros parámetros fueron: distancia de penetración 10 mm, velocidad de pre-prueba (10 mms⁻¹), velocidad de prueba (1 mms⁻¹), y velocidad de post-prueba (10 mms⁻¹).

Prueba de Velocidad de Desgaste

La velocidad de desgaste de la barra se midió mediante el siguiente procedimiento.

Cuatro muestras pesadas de cada barra de prueba se colocaron en bandejas de jabón. Se emplean dos tipos de bandejas de jabón: aquellas que tienen drenajes o rejillas elevadas de forma que el agua que sale de la barra después del enjuague es drenada; y sin drenajes de forma que se puede adicionar agua a la bandeja para permitir que las barras se vuelvan "incluidas-en-agua" Las bandejas son codificadas de la siguiente forma:

Con drenajes?	Temperatura de lavado (°C)
Si	25
Si	40
No	25
No	40

Se vierten 10 ml de agua destilada (temperatura ambiente) en la bandeja no drenada (25° y 40 °C).

Cada tableta de jabón de la siguiente forma:

- Llenar recipiente de lavado con aproximadamente 5 litros de agua, a la temperatura deseada (20 °C o 40 °C).
- Marcar la tableta para identificar la cara superior (p.e., hacer un pequeño agujero con una aguja)
- Usar guantes a prueba de agua, sumergir la tableta en el agua, y girar 15 veces (180° cada vez) en las manos por encima del agua.
- Repetir el paso anterior
- Sumergir brevemente la tableta en el agua para remover la espuma.
- Colocar la tableta de reverso en su bandeja de jabón, asegurándose que la cara opuesta es la más superior (p.e., la cara no marcada).

El procedimiento anterior se realiza 6 veces al día por 4 días consecutivos, a intervalos espaciados uniformemente durante cada día. La cara alterna de cada barra es colocada hacia abajo en la posición descendente (enfrentando el fondo de la bandeja) después de cada lavado. Entre lavados, las bandejas de jabón deben ser dejadas en un banco abierto o escurridera de drenaje, a concisiones ambientales. Después de cada ciclo de lavado, la

posición de cada bandeja/tableta de jabón es cambiada para minimizar la variabilidad de las condiciones de secado.

Al final de cada día, cada bandeja de jabón con drenaje es enjuagada y secada. Las bandejas de jabón sin drenaje son llenadas de nuevo con 10 ml de agua destilada (temperatura ambiente). Después del último lavado (4º día), todas las bandejas de jabón son enjuagadas y secadas. Cada barra lavada es colocada en su bandeja y se deja secar hasta por un período de 9 días. En la tarde del día 5º, las muestras son giradas de forma que ambos lados de la tableta se secan. En el día 8º, cada tableta es pesada.

La velocidad de desgaste se define como la pérdida de peso en porcentaje de la siguiente forma:

$$\% \text{ de Desgaste} = \frac{(\text{peso inicial} - \text{peso final}) * 100}{\text{Peso inicial}}$$

Prueba de Pasta de la barra

La pasta es una pasta o gel de jabón y agua, formada cuando el jabón se deja en contacto con agua como en un plato de jabón. Los componentes solubles del jabón se mueven en la solución, y el agua es absorbida en el jabón sólido restante produciendo hinchamiento, y para la mayoría de los jabones, también recristalización. La naturaleza de la pasta depende del balance de esta solución y las acciones de absorción. La presencia de un alto nivel de pasta es indeseable no solo porque confiere una sensación y apariencia desagradable al jabón, sino especialmente también porque la pasta puede separarse de la barra y hacer un desorden en el lavamanos. La pasta residual o residuo de jabón es un conocido negativo para el consumidor.

La Prueba de Inmersión de Pasta descrita aquí proporciona un valor numérico para la cantidad de pasta formada en una barra. La prueba se realiza de la siguiente forma:

Una barra rectangular de la tableta de jabón es cortada en las dimensiones requeridas usando un cuchillo plano u hoja de corte. El ancho y la profundidad de la barra cortada se miden con precisión (± 0.1 cm). Se dibuja una línea a lo largo de la barra 5 cm del fondo de la barra. Esta línea representa la profundidad de inmersión.

La barra está unida a un sujetador de muestra y se suspende en un vaso de precipitado vacío. Se agrega agua desmineralizada (o destilada) a 20 °C al vaso de precipitado hasta que el nivel de agua alcanza la marca de 5 cm en la barra. El vaso de precipitado es colocado en un baño de agua a 20 °C (± 0.5 °C) y se deja por exactamente 3 horas.

El sujetador de jabón + barra es removido, el agua es vaciada del vaso de precipitado, y el sujetador de jabón + barra es colocado de nuevo en un vaso de precipitado por 1 minuto de forma que el exceso de agua puede ser drenado. El agua externa es agitada, la barra es removida del sujetador de jabón, y se registra el peso de la barra en reposo en el extremo seco (W_M).

Toda la pasta de las 5 caras de la barra es raspado cuidadosamente, y cualquier traza remanente es removida limpiando cuidadosamente con un tisú. Se registra el peso de la barra dentro de los 5 minutos de raspado (W_R).

La cantidad cuantitativa de pasta se calcula de la siguiente forma:

$$Pasta (g / 50 cm^2) = \frac{M_W - W_R}{A} \times 50$$

en donde A es el área superficial:

$$\text{Area Superficial (cm}^2\text{)} = A = 10 (\text{ancho} + \text{espesor}) + (\text{ancho} + \text{espesor})$$

Prueba de Agrietamiento de Barra Acelerado

El potencial de las barras a agrietarse durante su uso se evalúa lavando las barras de una manera controlada 6 veces al día por 4 días, almacenando las barras entre lavados bajo diferentes condiciones para simular los diferentes hábitos de los consumidores y luego dejar que las barras se sequen por diferentes períodos de tiempo para inducir el agrietamiento. El procedimiento es el siguiente:

Cuatro pesadas de cada barra de prueba se colocan en bandejas de jabón. Se emplean dos tipos de bandejas de jabón: aquellas que tienen drenajes o rejillas elevadas de forma que el agua que sale de la barra después del enjuague es drenada; y sin drenajes de forma que se puede adicionar agua a la bandeja para permitir que las barras se vuelvan “incluidas-en-agua” Las bandejas son codificadas de la siguiente forma:

Con drenajes?	Temperatura de lavado (°C)
Si	25
Si	40
No	25
No	40

Se vierten 10 ml de agua destilada (temperatura ambiente) en la bandeja no drenada (25° y 40 °C).

Cada tableta de jabón de la siguiente forma:

- Llenar recipiente de lavado con aproximadamente 5 litros de agua, a la temperatura deseada (20 °C o 40 °C).
- Marcar la tableta para identificar la cara superior (p.e., hacer un pequeño agujero con una aguja)
- Usar guantes a prueba de agua, sumergir la tableta en el agua, y girar 15 veces (180° cada vez) en las manos por encima del agua.
- Repetir el paso anterior
- Sumergir brevemente la tableta en el agua para remover la espuma.
- Colocar la tableta de reverso en su bandeja de jabón, asegurándose que la cara opuesta es el extremo más alto (p.e., la cara no marcada).

El procedimiento anterior se realiza 6 veces al día por 4 días consecutivos, a intervalos espaciados uniformemente durante cada día. La cara alterna de cada barra es colocada hacia abajo en la posición descendente (enfrentando el fondo de la bandeja) después de cada lavado. Entre lavados, las bandejas de jabón deben ser dejadas en un banco abierto o escurridera, a condiciones ambientales. Después de cada ciclo de lavado, la posición de cada bandeja/tableta de jabón es cambiada para minimizar la variabilidad de las condiciones de secado.

Al final de cada día, cada bandeja de jabón con drenaje es enjuagada y secada. Las bandejas de jabón sin drenaje son llenadas de nuevo con 10 ml de agua destilada (temperatura ambiente). Después del último lavado (4° día), todas las bandejas de jabón son enjuagadas y secadas. Cada barra lavada es colocada en su bandeja y se deja secar hasta por un período de 9 días.

Se realiza una evaluación subjetiva del grado de agrietamiento en cada barra. Puede ocurrir algún agrietamiento durante los cinco primeros días de la

prueba, pero es mejor, para máxima sensibilidad y realismo, evaluar el agrietamiento después del secado (p.e., en el día 8º y 9º).

Un evaluador entrenado examina las tabletas y registra por separado el grado de agrietamiento en cada una de las siguientes áreas: Ambas caras – todos los tipos de tabletas; ambos extremos – tabletas tipo banda; ambos lados – periferia de tabletas tipo banda– tabletas de molde de capacidad.

El grado de agrietamiento se califica usando la siguiente escala de 1-5:

- 0 – Sin grietas
- 1 – Agrietamiento pequeño y superficial;
- 2 – Agrietamiento pequeño y medio profundo;
- 3 – Agrietamiento medio y profundo;
- 4 – Agrietamiento grande y profundo;
- 5 – Agrietamiento muy grande y muy profundo:

Es conveniente usar estándares fotográficos que representan cada una de estas calificaciones, producidas por muestras de jabón local típico. Esto da mayor consistencia de evaluación entre técnicos.

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran varios aspectos de la invención y realizaciones preferidas. Los ejemplos de la invención están designados con el prefijo "E", mientras que los ejemplos comparativos están designados con el prefijo "C".

Ejemplos 1-6

Estos ejemplos ilustran composiciones en barra ejemplares de acuerdo con la invención.

Las composiciones usadas para preparar las barras de lavado personal de los ejemplos E1-E6 se muestran en la Tabla 1. Las barras se prepararon usando equipo convencional en la fabricación de un jabón extruido. En resumen, la composición se preparó combinando fideos de jabón con los ingredientes restantes de la Tabla 1 en un mezclador de pala Z y pasando la mezcla a través de un molino de 3 rodillos y un refinador. Los fideos de jabón estaban compuestos de una mezcla de jabones ricos en láurico y ricos en esteárico usados en una relación en peso en el rango de 40/60 a 10/90. Los jabones ricos en láurico se derivaron de almendras, aceite de coco, y/o aceite de babasú. Los jabones ricos en láurico se derivaron de sebo, aceite de palma, estearina de palma, aceite de soja endurecido y aceite de soja crudo. Las composiciones procesadas de esta forma se agregaron a la tolva de una extrusora de dos etapas y se extruyeron a una temperatura de 35 °C a una velocidad de extrusión de 1.2 – 4.0 kg/min a través de un eyeplate (placa central) que tiene una sección transversal de 3.5 X 3.5 para formar cortes de barras de aproximadamente 12 cm de longitud. Las barras son entonces transferidas a una estampadora de jabón manual y son estampadas para formar la barra de lavado personal terminada utilizando un conjunto de moldes que definen un molde que tiene un volumen de aproximadamente 79 a 80 cm³ (densidad en el rango de 1.12 a 1.14 g/cm³).

Las propiedades físicas y globales del usuario se incluyen en la tabla. La segunda columna desde la izquierda bajo propiedades físicas provee el “rango ideal” para estas propiedades a ser alcanzadas por la barra que combina excelente capacidad de fabricación y propiedades de usuario

globales. Todas las composiciones ejemplares proporcionaron barras con TFM reducida que podrían ser procesadas a velocidades altas (p.e., 300 barras por minuto) y tenían propiedades durante uso aceptables para aplicaciones de mercado masivo.

Tabla 1. Composición y propiedades físicas de los Ejemplos 1-6

INGREDIENTES		E1 (E1)	E2 (E2)	E3 (E3)	E4 (E4)	E5 (E5)	E6 (E12)
		%p con base en la composición en barra total					
Carga grasa vegetal (PO/POS/PKO o PO/POS/CON) Ver nota A		40/40/20	-	50/30/20	30/50/20	-	40/40/20
Carga grasa no vegetal (TLW/SBO/PKO o TLW/SBO/CON) Ver nota B		-	72/8/20	-	-	75/5/20	-
Jabón anhidro (ver más adelante)		55.2	55.2	54.2	52.2	53.2	52.2
Detergente sintético		-	-	-	3	-	3
Glicerina		10	10	10	10	6	14
Almidón Nativo		10	15	10	5	18	6
Talco		5	-				5
Carbonato de calcio		-	-	5			
Sulfato de sodio		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Ácido Graso		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Menores (preservantes, NaCl, colorantes y pigmentos, impurezas)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Agua		16	16	17	16	19	16
Propiedades físicas	Rango ideal						
Dureza @ 40°C (kg)	3.0-5.0	4.9	4.6	5.0	4.2	4.1	4.6
Esfuerzo de cedencia @ 40°C (kPa)	350	851	851	900	700	630	640
Capacidad de	Alta	Alta	Alta	Alta	Alta	Alta	Alta

Extrusión							
Resbalado de Barra subjetivo (nota C)	(S) Resbalosa	S	S	S	S	SD	S
Nivel de agrietamiento (0-5)	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1
Velocidad de desgaste (%)	<35	29	30	35	33	29	33
Pasta Objetiva (g/50 cm ²)	<16	17	15	16	15	14	14
Pasta subjetiva	Bajo-Medio	B-M	B	M	B	B	B

Abreviaturas

Nota A: PO equivale a Aceite de palma, POS equivale a Estearina de Aceite de palma, PKO equivale a Aceite de almendras, CNO equivale a Aceite de coco, TWL equivale a Sebo y SBO equivale a Aceite de Soja.

Nota B: Resablosa (S), Ligeramente rasposa (SD), Rasposa (D)

Todas las muestras fueron fabricadas usando fideos de jabón SWING IV 39, que significa fideos de jabón vegetal SWING preparados con PO/POS/PKO en la relación de carga grasa de 40/40/20 y fideos de jabón no vegetal SWING preparados con sebo/aceite de soja/PKO en la relación de carga grasa de 72/8/20.

Se podrian usar otros niveles de PKO.

Ejemplos Comparativos 1-8

Estos ejemplos comparativos ilustran la criticidad de los niveles de poliol, almidón y material particulado inorgánico empleado en la composición en barra.

Las composiciones de los ejemplos comparativos C1-C8 se dan en la Tabla 2. Las composiciones se prepararon y procesaron en barras de acuerdo con los procedimientos descritos bajo los Ejemplos 1-6.

Aunque se podría formar algo de composición en barras mediante extrusión a bajas capacidades, ninguna de las composiciones fue aceptable para extrusión a alta velocidad y estampación.

Las barras que tienen más de aproximadamente 14% de poliol eran muy blandas, tenían una alta velocidad de desgaste y produjeron pasta excesiva durante el uso. En contraste, las barras que tienen altos niveles de almidón sin poliol o partículas insolubles sin almidón eran quebradizas, eran más difíciles de procesar, mostraron una alta velocidad de desgaste y se percibió que tenían una sensación de barra muy rasposa durante uso, que no gustó en los consumidores.

Los ejemplos comparativos C1-C8 eran difíciles de procesar en barras ya sea debido a que el material era demasiado blando o no era suficientemente plástico. Aunque las barras podrían producirse a bajas velocidades de extrusión y estampación en algunos casos, las barras tenían propiedades de usuario inferiores. El Ejemplo C*8 no fue aceptable aunque los niveles de poliol y almidón estaban en el rango citado en la Reivindicación 1. Estos resultados demuestran que todas las combinaciones dentro de los amplios rangos citados no producen barras aceptables que cumplen las limitaciones citadas en la reivindicación 1.

Tabla 2. Composiciones del ejemplo Comparativo C1-C7

INGREDIENTES		C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C*8
		%p con base en la composición en barra total							
Jabón anhidro		49.2	42.3	59.2	46.2	54.2	53.2	53.7	54.2
Detergente sintético									
Glicerina		10	6	5	15	15	15	15	12
Almidón nativo		3	30	0	10	10	10	5	10
Talco		5	0	15	5	0	0	5	0
Carbonato de calcio		8	0						
Sulfato de sodio		1.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Ácido graso		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0.5
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Menores (preservante, NaCl, colorantes y pigmentos, impurezas)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.6	1.5
Agua		20	17	17	20	18	18	18	20
PROPIEDADES FÍSICAS	Rango Ideal								
Dureza @ 40°C (kg)	3.0-5.0	2.0	4	3.0	NP	NP	2.65	2.0	2.5
Esfuerzo de cedencia @ 40°C (kPa)	>350	230	700	320	NP	NP	300	380	390
Capacidad de Extrusión					NP	NP			
Resbalado de barra subjetivo ^a	Resbalosa (S)	S	VD	D	NP	NP	S	S	S
Nivel de agrietamiento (0-5)	0-1	2	2	2	NP	NP	2	2	2
Velocidad de desgaste (%)	<35	32	48	43	NP	NP	36	37	40
Pasta Objetiva (g/50 cm ²)	<16	14.5	17	26	NP	NP	21.4	22.0	24.8
Pasta subjetiva	Baja-Media	H	H	H	NP	NP	H	H	H

a) Descripciones – Resbalosa (S), Ligeramente Rasposa (SD), Rasposa (D)

Ejemplo 7-10

Estos ejemplos ilustran el uso conveniente de los modificadores de resbalado de barra.

Las composiciones de los ejemplos E7-E10 se dan en la Tabla 3. Las composiciones se prepararon de acuerdo con el procedimiento descrito bajo los ejemplos 1-6.

Las composiciones E7 y E9 produjeron barras que podrían ser procesadas y estampadas a altas velocidades y que tenían buenas propiedades de usuario globales, excepto en el área de resbalado de barra. Las barras E7 y E9 fueron percibidas por un panel de consumidor como “ligeramente rasposas” y rasposas, respectivamente, cuando se usaron en una ducha, p.e., las barras húmedas mostraron una fricción mayor a la preferida cuando se frotaron en la piel mojada. De manera sorprendente, cuando se incorporaron niveles bajos de los modificadores de resbalado (POLYOX WSR 301) en las composiciones, la fricción de la barra se redujo y las barras se percibieron sensación resbalosa. También es sorprendente el hecho que este cambio de fricción no afectó ninguna de las otras propiedades físicas características de la barra.

Tabla 3. Composiciones de los Ejemplos E7-E10

INGREDIENTES	E7 (E5)	E8 (E7)	E9 (E6)	E10 (E8)
	%p con base en la composición en barra total			
Jabón Anhidro	53.2	53.05	50.2	50.0
Detergente sintético	-	-	-	

Modificador de Resbalado de barra (POLYOX WSR 301)		0	0.15	0	0.2
Glicerina		6	6	5	5
Almidón Nativo		18	18	25	25
Talco					
Carbonato de calcio					
Sulfato de sodio		0.5	0.5	0.5	0.5
Ácido graso		0.5	0.5	0.5	0.5
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3
Menores (preservantes, NaCl, colorantes y pigmentos, impurezas)		1.5	1.5	1.5	1.5
		19	19	16	16
PROPIEDADES FÍSICAS	Rango Ideal				
Dureza @ 40°C (kg)	3.0-5.0	4.1	4.1	4.5	4.5
Esfuerzo de cedencia @ 40°C (kPa)	>350	630	630	680	680
Capacidad de Extrusión	Alta	H	H	H	H
Resbalado de Barra subjetiva ^a	Resbalosa (S)	Ligeramente rasposa	Resbalosa	Rasposa	Resbalosa
Nivel de agrietamiento (0-5)	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1
Velocidad de desgaste (%)	<35	29	29	31	31
Pasta Objetiva (g/50 cm ²)	<16	14	14	13	13
Pasta subjetiva	Baja-Media	Baja	Baja	Baja	Baja

a) descripciones – Resbalosa (S), Ligeramente rasposa (SD), rasposa (D)

25

Ejemplo 11-12 y Ejemplos comparativos 9-11

Estos ejemplos ilustran la criticidad de los niveles de electrolitos endurecedores (p.e., sulfato de sodio) y ácido graso plastificante en la procesabilidad y calidad de la barra.

Las composiciones de los Ejemplos E11-E12 y los ejemplos comparativos C9-C11 se dan en la Tabla 4. Las composiciones se prepararon y procesaron en barras de acuerdo con el procedimiento descrito bajo los Ejemplos 1-6.

Las composiciones A11 y E12 produjeron las mejores barras en términos de extrusión y estampación de alta capacidad y propiedades de usuario globales.

En contraste, las barras preparadas a partir de las composiciones comparativas C9 y C10 que tienen 1% de sulfato de sodio mostraron agrietamiento excesivo mientras la barra hecha de la composición C11 y C12 que tienen niveles de 2% de ácido graso (y mayores) eran demasiado blandas para extrusión a alta velocidad y mostraron pasta excesiva.

Tabla 4. Composiciones de los Ejemplos E11-E12 y ejemplos comparativos C9-C11

INGREDIENTES	E11	E12	C9	C10	C11	C12
	%p					
Jabón anhidro	54.9	54.2	53.2	51.2	52.2	49.7
Detergente sintético						
Glicerina	6	10	10	6	10	6
Almidón nativo	14	10	10	14	10	14
Talco	5	5	5	5	5	5
Carbonato de calcio						

Sulfato de sodio		0.5	0.5	1	1	0	0.5
Ácido graso		0.8	0	0	0	2	2
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Menores (preservantes, NaCl, colorantes y pigmentos, impurezas)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Agua		16	16.6	18	20	10	20
PROPIEDADES FÍSICAS	Valor Ideal						
Dureza @ 40°C (kg)	3.0-5.0	4.7	6.3	5.8	4.7	4.7	4.6
Esfuerzo de cedencia @ 40°C (kPa)	>350	710	1100	610	740	740	1000
Capacidad de Extrusión	Alta	Alta	Alta	Alta	Baja	Baja	Alta
Resbalado de Barra subjetivo ^a	Resbalosa (S)	S	S	S	S	S	S
Nivel de agrietamiento (0-5)	0-1	0	4	5	3	3	4
Velocidad de desgaste (%)	<35	30	26	32	25	25	38
Pasta Objetiva (g/50 cm ²)	<16	14	14	10	16	16	17
Pasta subjetiva	Baja-Media	Baja	Baja	Baja	Alta	Alta	Alta

a) descripciones – Resbalosa (S), Ligeramente rasposa (SD), rasposa (D)

Ejemplos 13-18

Estos ejemplos ilustran la influencia de la relación poliol a almidón.

Las composiciones de los ejemplos E13-E18 se dan en la Tabla 5. Las composiciones se prepararon y procesaron en barras de acuerdo con los procedimientos descritos bajo los Ejemplos 1-6.



Aunque todas las composiciones podrían formarse en barras a altas velocidades de producción, las compasiones E18 produjeron una barra que era excesivamente rasposa y fue menos preferida por los consumidores. Se prefiere mantener la relación poliol a almidón por debajo de 1:4, más preferiblemente por debajo de 1:3, más preferiblemente entre 1:1 y 1:2.5.

Tabla 5. Composiciones de los ejemplos E12-E15 y ejemplos comparativos E16.

INGREDIENTES		E13	E14	E15	E16	E17	E18
Jabón anhidro		55.2	54.9	53.2	56.4	49.7	53.9
Detergente sintético							
Glicerina		10	6	6	7.6	6	6
Almidón nativo		10	14	18	13	17.5	24
Talco		5	5		2	5	
Carbonato de calcio							
Sulfato de sodio		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Ácido graso		0.5	0.8	0.5	0.5	0.5	0.5
Relación poliol/almidón		1:1	1:2.3	1:3	1:1.7	1:2.9	1:4
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Menores (preservantes, NaCl, colorantes y pigmentos, impurezas)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Agua		16	16	19	17.2	18	16
Dureza @ 40°C (kg)	3.0-5.0	4.9	4.6	4.8	4.4	4.7	4.5
Esfuerzo de cedencia @ 40°C (kPa)	>35	850	700	790	650	770	680
Capacidad de Extrusión	Alta	H	H	H	H	H	H
Resbalado de barra subjetivo ^a	Resbalosa (S)	S	S	S	S	S	D

78

Nivel de agrietamiento (0-5)	0-1	1	1	1	2	0	0-1
Velocidad de desgaste (%)	<35	29	34	29	30	30	31
Pasta Objetiva (g/50 cm ²)	<16	16	14.7	14	14	13	13
Pasta subjetiva	Bajo-Medio	M	M	M	M	M	L

a) descripciones – Resbalosa (S), Ligeramente rasposa (SD), rasposa (D)

Ejemplo 25

Las barras de lavado personal especialmente preferidas son barras extruídas que consisten de los ingredientes listados en la Tabla 5 con las restricciones que: i) la suma de los ingredientes no puede exceder 100% de forma que todos o algunos de los ingredientes individuales no pueden estar presentes simultáneamente a sus niveles máximos; ii) la suma de los pesos de poliol, almidón y partículas inorgánicas comprende al menos aproximadamente 20% pero no más del 30% de la barra en peso; y iii) la composición es suficientemente dura y flexible de forma que puede ser formada en barras a altas velocidades de producción (la composición es una masa extruible que tiene un esfuerzo de cedencia entre 350 y 2000 kPa medidos a una temperatura de 40 °C); y iv) las barras terminadas tienen propiedades físicas cercanas a los valores ideales indicados en las tablas anteriores.

Tabla 7. Composiciones en barra altamente preferidas

INGREDIENTE	%p	Tipos preferidos
Jabones	45-55	Na, K, jabones de TEA "Esteáricos"/"Láuricos" 90/10 a 60/40
Sistema de estructuración	20-30	5% a 12% de poliol (glicerol y/o sorbitol) 7% a 24% de almidón (natural, pre-

		gelatinizado, modificado) 0-10% de partículas insolubles (talco, carbonato de calcio, arcillas, aluminatos, silicatos, polisacáridos, polímeros, jabones insolubles) (% en peso de la composición total)
Agua a – en la barra recién hecha	13-20% ^a	Preferiblemente menos del 20%, más preferiblemente entre aproximadamente 15% y 18%
Sal soluble agregada	0.4 a 0.8	Sulfatos, carbonatos, citratos, fosfatos e isetionatos de sodio y/o potasio
Ácidos grasos	0-1.0	Ácidos grasos C ₈ -C ₂₂ , preferidos C _{12/14}
Modificadores de resbalado de barra	0-1	Petrolato, lanolina, ceras, siliconas, óxidos de polietileno y óxidos de polietileno de alto peso molecular y mezclas de los mismos. Resinas de óxido de polietileno solubles en agua de alto peso molecular tales como WSR N-301 (peso molecular de 4.000.000) son efectivas a concentraciones relativamente bajas.
Syndets	0-8	Alquil y alquiletoxi sulfatos, alfa olefin sulfonatos, acil isetionatos
Electrolitos de saponificación/neutralización	0-2	NaCl, KCl
Adyuvantes	0-5	Perfumes, colorantes, pigmentos (TiO ₂), preservantes, opacificantes
Agentes de beneficio para la piel	0-5	Especialmente: antimicrobianos, vitaminas, aceites esenciales, extractos de planta, emolientes y humectantes.

80

REIVINDICACIONES

1. Una barra de lavado personal extruída y estampada que comprende:
 - a) 45% a 60% de jabón de ácido graso;
 - b) de 0.3% a menos de 1.5% de una o más sales solubles agregadas que comprenden un catión monovalente;
 - c) menos de 5.0% de ácido graso; y
 - d) un sistema de estructuración que comprende:
 - i) de 5.0% a 14% de un poliol seleccionado del grupo que consiste de glicerol, sorbitol, y sus mezclas.
 - ii) de 6% a 25% de un almidón, y
 - iii) 0 a 10% de partículas insolubles en agua,

en donde la suma de pesos del poliol, almidón y partículas insolubles en agua comprende al menos 20% pero no más de 30% de la barra, en peso; y en donde la composición en barra es una masa extruible que tiene un esfuerzo de cedencia entre 350 y 2000 kPa medidos a una temperatura de 40 °C.

2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde los jabones de ácido graso se derivan de triglicéridos seleccionados del grupo que consiste de sebo, aceite de coco, aceite de palma, aceite de almendras, estearina de palma, aceite de babasú, aceite de soja, aceite de girasol, aceite de soja crudo y mezclas de los mismos.

3. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el poliol comprende de 6% a 10% en peso de la barra.

4. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el almidón comprende de 10% a 20% en peso de la barra.
5. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el almidón comprende de 10% a 15% en peso de la barra.
6. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el almidón es un almidón natural, un almidón pregelatinizado, un almidón modificado químicamente o mezclas de los mismos.
7. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las partículas insolubles en agua comprenden de 5% a 8% con base en el peso total de la barra.
8. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las partículas insolubles en agua son partículas inorgánicas seleccionadas del grupo que consiste de carbonatos, sulfatos, silicatos, arcillas, aluminatos, fosfatos, talco, y mezclas de los mismos.
9. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las partículas insolubles en agua son partículas orgánicas seleccionadas del grupo que consiste de polisacáridos, polímeros sintéticos, jabones insolubles, y mezclas de los mismos.
10. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la suma de pesos del poliol, almidón y partículas insolubles comprenden de 25% a 30% de la barra en peso.
11. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la sal soluble en agua agregada es una sal de sodio y/o potasio seleccionada del

grupo que consiste de sulfatos, carbonatos, fosfatos, citratos, sulfosuccinatos, isetionatos, y mezclas de los mismos.

12. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la sal soluble en agua agregada es sulfato de sodio, carbonato de sodio, o sus mezclas, y está presente a un nivel de al menos 0.3% pero menor de 1.0% en peso de la composición.

13. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la una o más sales solubles en agua están presentes a un nivel de al menos 0.3% pero menos de 0.80% con base en el peso total de la composición en barra.

14. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el ácido graso está presente a un nivel de al menos 0.3% pero no más de 2.0% con base en el peso total de la barra.

15. La composición de acuerdo con la reivindicación 10, en donde el ácido graso tiene 12 a 22 átomos de carbono y tiene un punto de fusión por debajo de 50 °C.

16. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además un surfactante sintético.

17. La composición de acuerdo con la reivindicación 12, en donde el surfactante sintético se selecciona del grupo que consiste de sulfatos de alcohol primario, alfa olefin sulfonatos, acil isetionatos y mezclas de los mismos.

18. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además de 0.05 a 1% de un modificador de resbalado.

19. La composición de acuerdo con la reivindicación 18, en donde el modificador de resbalado se selecciona del grupo que consiste de petrolato, ceras, lanolinas, polialcanos, polialquenos, resinas de óxido de polietileno de alto peso molecular, siliconas, poli etilen glicoles y mezclas de los mismos.
20. La composición de acuerdo con la reivindicación 18, en donde el modificador de resbalado es una resina de óxido de polietileno soluble en agua que tiene un peso molecular de al menos 80.000 Dalton.
21. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la relación en peso de poliol a almidón está en el rango de 1:1 a 1:4.
22. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la relación en peso de poliol a almidón está en el rango de 1:1 a 1:2.5.
23. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición inmediatamente después de procesamiento no contiene más de 20% de agua, en peso de composición.
24. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición inmediatamente después de procesamiento contiene entre 14% y 19% de agua.

TRADUCCION OFICIAL No. 2008-05-30-372
DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLES

UK OFICINA DE
PROPIEDAD
INTELECTUAL
Para Creatividad e Innovación

Concept House
Cardiff Road
Newport
South Wales
NP10 8QQ

Yo, el suscrito, siendo un funcionario debidamente autorizado de conformidad con la Sección 74(1) y (4) de la ley Deregulation & Contracting Out Act de 1994, para firmar y expedir certificados en nombre del Contralor General, por el presente certifico que anexa al presente se encuentra una copia fiel de los documentos como se presentaron originalmente en conexión con la solicitud de patente GB0806340.6 presentada el 8 de abril de 2008.

De conformidad con las Reglas de Patentes (Re-registro de Compañías) de 1982, si una compañía nombrada en este certificado y cualquier documento que acompaña está re-registrada bajo la Ley de Compañías de 1980 con el mismo nombre que con el cual fue registrada inmediatamente antes del re-registro excepto por la sustitución como, o inclusión como, la última parte del nombre de las palabras "compañía pública limitada" o sus equivalentes en galés, referencias al nombre de la compañía en este certificado y cualquier documento que acompaña serán tratadas como referencias al nombre con el cual está re-registrada.

86

De conformidad con las reglas, las palabras "compañía pública limitada" pueden ser remplazadas por p.l.c., plc, P.L.C. o PLC.

El re-registro bajo la Ley de Compañías no constituye una nueva entidad legal sino simplemente somete a la compañía a ciertas reglas adicionales de las leyes de compañías.

Oblea Notarial

Firmado (ilegible)
Fechado 6 de mayo de 20

UK OFICINA DE Patentes 1 Formato para

PROPIEDAD
INTELECTUAL Ley de Patentes de 1977

1100004424
K707639 D02898
08/04/2008 145.00 COBRO A LA CUENTA

Para Creatividad e Innovación (Regla 12)

Concept House
Cardiff Road
Newport
South Wales
NP10 8QQ

Solicitud para que se otorgue una patente

Número de solicitud GB 0806340.6

- | | |
|---|----------------|
| 1. Su referencia | J3930(C)MPARKK |
| 2. Nombre completo, dirección y código postal del solicitante o de cada | UNILEVER PLC |

solicitante	Unilever House Blackfriars London EC4P 4BQ		
Número de patentes ADP (si se conoce)	Greater London Reino Unido		
3. Título de la invención	BARRAS DE JABON EXTRUIDAS QUE COMPRENDEN UN SISTEMA ESTRUCTURAL DE ALMIDON-POLIOL		
4. Nombre de su agente (si tiene uno)	JAMES, Helen, Sarah Sarah		
"Dirección para notificaciones" a la cual se debe enviar toda la correspondencia. Esta puede ser en el área Económica Europea o Channel Islands (ver nota de advertencia a continuación) (incluyendo código postal)	JAMES, Helen, Sarah Sarah UNILEVER PLC Unilever Patent Group Colworth House, Sharnbrook Bedford MK44 1LQ Bedfordshire		
Número de patentes ADP (si se conoce)	Reino Unido 00001628006		
5. Declaración de prioridad: ¿Está reivindicando prioridad de una o más solicitudes de patente presentadas anteriormente? Si es así, por favor dar detalles de la solicitud(es)	Número de solicitud	Fecha de presentación	
	País (si se conoce)	(día / mes / año)	
6. Divisionales etc: ¿Es esta una solicitud divisional, o se hace presentación	Número de la	Fecha de presentación	

después de una resolución de un solicitud del Reino (día / mes / año)
disputa de derechos acerca de una Unido anterior
solicitud anterior. Si es así, por favor
dar el número de la solicitud y la
fecha de presentación de la solicitud
anterior

7. Inventoria: (Los inventores deben ser
personas naturales o compañías)
¿Son todos los solicitantes **No**
anteriormente nombrados también
inventores?

9. ¿Está pagando honorarios de **Sí**
solicitud con este formato?

9. Documentos que acompañan: por favor registre el número de páginas de cada ítem que acompañan este formato.		
Hojas de continuación de este formato	50	
Descripción:	4	
Reivindicación(es):	1	
Resumen:	n/a	
Dibujo(s):	Número de presentación	Fecha de
Si ud. <u>no</u> está presentando una descripción, por favor dé detalles de la solicitud anterior de la que va a depender	solicitud	(día / mes
	/año)	
País		

10. Si ud. también está presentando una de las siguientes, indique cuántas contra cada ítem. Documentos de prioridad: 0 Afirmación de inventoría y derecho para otorgar una patente (Formato 7 de Patentes): 0 Solicitud para búsqueda (Formato 9A de Patentes): 1 Solicitud para examen sustantivo (Formato 10 de Patentes): 0 Cualquier otro documento (favor especificar)	Archivo de pre-conversión
11. Solicito el otorgamiento de una patente con base en esta solicitud. Firma: Sujeto: UK, Unilever Patent Group, S. Edwards 9272; Emisor: Oficina Europea de Patentes, Oficina Europea de Patentes CA	Fecha: 08 de abril de 2008
12. Nombre, dirección e-mail, número de teléfono, fax y/o celular, si hubiese, de un punto de contacto para el solicitante	KUNDRA, Ravinder K Email: <u>patentgroupgb@unilever.com</u> Teléfono: 01234 22 2439 Fax: 01234 22 2633

Advertencia

Después de que una solicitud ha sido presentada para una patente, el Contralor considerará si la publicación o comunicación de la invención debe prohibirse o restringirse bajo la sección 22 de la Ley de Patentes de 1977. Ud. será informado si es necesario prohibir o restringir la invención de esta manera. Además, si ud. es residente en el Reino Unido y su solicitud contiene información que se relaciona con tecnología militar, o fuese perjudicial para la seguridad nacional o la seguridad del público, sección 23 de la Ley de Patentes de 1977 prohíbe que ud. solicite una patente en el exterior sin primero obtener permiso escrito de la Oficina a menos que se haya presentado una solicitud con al menos 6 semanas de anticipación en el Reino Unido para una patente para la misma invención y no se han dado instrucciones que prohíban la publicación o comunicación, o dichas instrucciones hayan sido revocadas. Hasta ese momento o hasta la revocación de una instrucción, para cualquier solicitud la dirección para notificación a que se hace referencia en la parte 4 anterior debe ser en el Reino Unido.

Aunque ud. pueda tener una dirección para notificación en las Channel Islands, un agente autorizado para actuar en su nombre debe residir o tener un lugar de negocios en el área Económica Europea o la Isla de Man.

(REV DEC07)

Formato de Patentes 1(e)

92

REIVINDICACIONES

1. Una barra de lavado personal extruída y estampada que comprende:
 - a) 45% a 60% de jabón de ácido graso;
 - b) de 0.3% a menos de 1.5% de una o más sales solubles agregadas que comprenden un catión monovalente;
 - c) menos de 5.0% de ácido graso; y
 - d) un sistema de estructuración que comprende:
 - i) de 5.0% a 14% de un poliol seleccionado del grupo que consiste de glicerol, sorbitol, y sus mezclas.
 - ii) de 6% a 25% de un almidón, y
 - iii) 0 a 10% de partículas insolubles en agua,

en donde la suma de pesos del poliol, almidón y partículas insolubles en agua comprende al menos 20% pero no más de 30% de la barra, en peso; y en donde la composición en barra es una masa extruible que tiene un esfuerzo de cedencia entre 350 y 2000 kPa medidos a una temperatura de 40 °C.

2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde los jabones de ácido graso se derivan de triglicéridos seleccionados del grupo que consiste de sebo, aceite de coco, aceite de palma, aceite de almendras, estearina de palma, aceite de babasú, aceite de soja, aceite de girasol, aceite de soja crudo y mezclas de los mismos.

3. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el poliol comprende de 6% a 10% en peso de la barra.
4. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el almidón comprende de 10% a 20% en peso de la barra.
5. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el almidón comprende de 10% a 15% en peso de la barra.
6. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el almidón es un almidón natural, un almidón pregelatinizado, un almidón modificado químicamente o mezclas de los mismos.
7. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las partículas insolubles en agua comprenden de 5% a 8% con base en el peso total de la barra.
8. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las partículas insolubles en agua son partículas inorgánicas seleccionadas del grupo que consiste de carbonatos, sulfatos, silicatos, arcillas, aluminatos, fosfatos, talco, y mezclas de los mismos.
9. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las partículas insolubles en agua son partículas orgánicas seleccionadas del grupo que consiste de polisacáridos, polímeros sintéticos, jabones insolubles, y mezclas de los mismos.

10. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la suma de pesos del poliol, almidón y partículas insolubles comprenden de 25% a 30% de la barra en peso.

11. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la sal soluble en agua agregada es una sal de sodio y/o potasio seleccionada del grupo que consiste de sulfatos, carbonatos, fosfatos, citratos, sulfosuccinatos, isetionatos, y mezclas de los mismos.

12. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la sal soluble en agua agregada es sulfato de sodio, carbonato de sodio, o sus mezclas, y está presente a un nivel de al menos 0.3% pero menor de 1.0% en peso de la composición.

13. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la una o más sales solubles en agua están presentes a un nivel de al menos 0.3% pero menos de 0.80% con base en el peso total de la composición en barra.

14. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el ácido graso está presente a un nivel de al menos 0.3% pero no más de 2.0% con base en el peso total de la barra.

15. La composición de acuerdo con la reivindicación 10, en donde el ácido graso tiene 12 a 22 átomos de carbono y tiene un punto de fusión por debajo de 50 °C.

16. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además un surfactante sintético.

17. La composición de acuerdo con la reivindicación 12, en donde el surfactante sintético se selecciona del grupo que consiste de sulfatos de alcohol primario, alfa olefin sulfonatos, acil isetionatos y mezclas de los mismos.
18. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además de 0.05 a 1% de un modificador de resbalado.
19. La composición de acuerdo con la reivindicación 18, en donde el modificador de resbalado se selecciona del grupo que consiste de petrolato, ceras, lanolinas, polialcanos, polialquenos, resinas de óxido de polietileno de alto peso molecular, siliconas, poli etilen glicoles y mezclas de los mismos.
20. La composición de acuerdo con la reivindicación 18, en donde el modificador de resbalado es una resina de óxido de polietileno soluble en agua que tiene un peso molecular de al menos 80.000 Dalton.
21. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la relación en peso de poliol a almidón está en el rango de 1:1 a 1:4.
22. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la relación en peso de poliol a almidón está en el rango de 1:1 a 1:2.5.
23. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición inmediatamente después de procesamiento no contiene más de 20% de agua, en peso de composición.

24. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición inmediatamente después de procesamiento contiene entre 14% y 19% de agua.

Traducido según mi mejor saber y entender, este día 30 de mayo de 2008, en la ciudad de Bogotá, D.C., por Anita Escobar de Tamayo, Traductora Oficial, Res. 2177 de 1989, Ministerio de Justicia, República de Colombia.

TRADUCTORA OFICIAL
RES. 2177/89 MINJUSTICIA
Anita Escobar de Tamayo
ANITA ESCOBAR DE TAMAYO

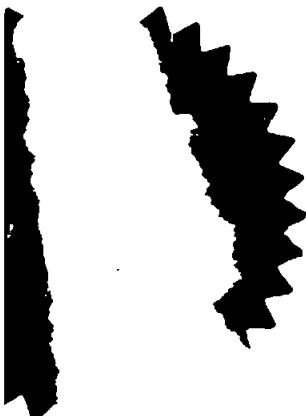
Concept House
Cardiff Road
Newport
South Wales
NP10 8QQ

I, the undersigned, being an officer duly authorised in accordance with Section 74(1) and (4) of the Deregulation & Contracting Out Act 1994, to sign and issue certificates on behalf of the Comptroller-General, hereby certify that annexed hereto is a true copy of the documents as originally filed in connection with patent application GB0806340.6 filed on 8 April 2008.

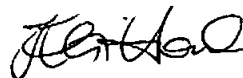
In accordance with the Patents (Companies Re-registration) Rules 1982, if a company named in this certificate and any accompanying documents has re-registered under the Companies Act 1980 with the same name as that with which it was registered immediately before re-registration save for the substitution as, or inclusion as, the last part of the name of the words "public limited company" or their equivalents in Welsh, references to the name of the company in this certificate and any accompanying documents shall be treated as references to the name with which it is so re-registered.

In accordance with the rules, the words "public limited company" may be replaced by p.l.c., plc, P.L.C. or PLC.

Re-registration under the Companies Act does not constitute a new legal entity but merely subjects the company to certain additional company law rules.



Signed



Dated 6 May 2008

Request for grant of a patent

Concept House
Cardiff Road
Newport
South Wales
NP10 8QQ

Application number GB 0806340.6

1. Your reference	J3930(C)\MPAIRKK		
2. Full name, address and postcode of the applicant or of each applicant	UNILEVER PLC Unilever House Blackfriars London EC4P 4BQ Greater London United Kingdom		
Patents ADP number (if you know it)			
3. Title of the invention	EXTRUDED SOAP BARS COMPRISING A STARCH-POLYOL STRUCTURING SYSTEM		
4. Name of your agent (if you have one)	JAMES, Ms. Helen, Sarah Sarah JAMES, Ms. Helen, Sarah Sarah Unilever PLC Unilever Patent Group Colworth House, Sharnbrook Bedford MK44 1LQ Bedfordshire United Kingdom 00001628006		
"Address for service" to which all correspondence should be sent. This may be in the European Economic area or Channel Islands (see warning note below) (including the postcode)			
Patents ADP number (if you know it)			
5. Priority declaration: Are you claiming priority from one or more earlier-filed patent applications? If so, please give details of the application(s)	Country	Application number (if you know it)	Date of filing (day / month / year)
6. Divisionals etc: Is this application a divisional application, or being made following resolution of an entitlement dispute about an earlier application. If so, please give the application number and filing date of the earlier application		Number of earlier UK application	Date of filing (day / month / year)
7. Inventorship: (Inventors must be individuals not companies)			
Are all the applicants named above also inventors?		No	
8. Are you paying the application fee with this form?		Yes	

Patents Form 1

9. Accompanying documents: please enter the number of pages of each item accompanying this form.

Continuation sheets of this form

Description: 50

Claim(s): 4

Abstract: 1

Drawing(s): n/a

If you are not filing a description, please give details of the previous application you are going to rely upon

Country

Application number

Date of filing
(day / month / year)

10. If you are also filing any of the following, state how many against each item.

Priority documents: 0

Statement of inventorship and right to grant of a patent
(Patents Form 7): 0

Request for search (Patents Form 9A): 1

Request for substantive examination (Patents Form 10): 0

Any other documents (please specify): **Pre-conversion Archive**

11. I/We request the grant of a patent on the basis of this application.

Signature: **Subject: UK, Unilever Patent Group, S.
Edwards 9272; Issuer: , European Patent
Office, European Patent Office CA**

Date: **08 Apr 2008**

12. Name, e-mail address, telephone, fax and/or mobile number, if any, of a contact point for the applicant

**KUNDRA, Mrs Ravinder K
Email: patentgroupgb@unilever.com
Telephone: 01234 22 2439
Fax: 01234 22 2633**

Warning

After an application for a patent has been filed, the Comptroller will consider whether publication or communication of the invention should be prohibited or restricted under section 22 of the Patents Act 1977. You will be informed if it is necessary to prohibit or restrict your invention in this way. Furthermore, if you are resident in the United Kingdom and your application contains information which relates to military technology, or would be prejudicial to national security or the safety of the public, section 23 of the Patents Act 1977 prohibits you from applying for a patent abroad without first getting written permission from the Office unless an application has been filed at least 6 weeks beforehand in the United Kingdom for a patent for the same invention and either no direction prohibiting publication or communication has been given, or any such direction has been revoked. Until such time or until the revocation of any direction, for any such application the address for service referred to at part 4 above must be in the United Kingdom.

Although you may have an address for service in the Channel Islands, any agent instructed to act for you must reside or have a place of business in the European Economic Area or Isle of Man.

Leopoldino et al.

EXTRUDED SOAP BARS COMPRISING A STARCH-POLYOL STRUCTURING SYSTEM

FIELD OF THE INVENTION

The invention relates to personal washing bars that are made by high speed extrusion and stamping and are suitable for the mass market. The bars include a starch-polyol structuring system to replace soap and have excellent in-use properties.

BACKGROUND

Soap bars are widely used around the world for cleansing the body. The use of soap for hygiene is well known and is a key component in fighting the spread of communicable diseases. To accelerate the penetration of soap usage in developing countries, manufacturers have sought ways to reduce the cost of soap bars so as to make them more affordable to low income consumers.

Surfactants (soap, synthetic or a mixture) are generally the predominant ingredient in the bar and contribute the most to total cost of materials. Furthermore, since soaps are predominantly composed of fatty acid salts derived from triglycerides, their costs are rising because of the growing demands of triglycerides as foods and recently as alternative fuels. Consequently, there is an ongoing need to develop personal washing bars in which surfactant, especially soap, is replaced by natural and sustainable ingredients without compromising efficient manufacture and in-use properties of the bars so as to maintain or improve their affordability.

Surfactants are generally the predominant ingredient of personal washing bars and account for the majority of the raw materials cost. When the predominant surfactant in the bar is soap, a reduction in surfactant is commonly expressed as a reduction in "total fatty matter" or TFM. The term TFM is used to denote the percentage by weight of fatty acid and triglyceride residues present in soaps without taking into account the accompanying cations. The measurement of TFM is well known in the art.

A significant fraction of the surfactants are insoluble solids that provide structure to the bar. Consequently, one strategy that has been used to reduce surfactant content is to replace part of the surfactant by inorganic or organic solids that will form a network. This non-soap network allows the water level in the bar to be increased from a level of 13-16% which is typical of freshly made bars to 20 to 30% and even greater than 50% in some cases. Examples of various structuring approaches based on this concept are discussed below.

WO 01/42418 to Chokappa et al discloses a detergent bar containing 0.5 to 30% amorphous alumina, one alkali metal salt of carboxylic/sulfonic acid, 5-70% detergent active and 10-55% water.

US 6,207,636 to Benjamin et al discloses detergent bars having 25-70% total fatty matter, include: 9-16% by weight colloidal aluminum hydroxide and 12-52% water. The invention also comprises a process for preparing a detergent bar.

WO 2006/094586 to Gangopadhyay et al discloses a low TFM detergent bar including soap (15 % to 30 % TFM); 25 % to 70 % inorganic particulates including talc and calcium carbonate; 0.5 % to 10 % of alumino-silicate; and 3 % to 20 % water.

US 6,310,016 to Behal et al discloses a detergent bar including soap (15-70% total fatty matter); 0.5-40% colloidal aluminium hydroxide-phosphate complex, and 10-50% water. A process for making such bars is also disclosed.

US 6,440,908 to Racherla discloses high moisture containing bar compositions that includes a borate compound. The borate compound structures water in the bar thereby enabling the retention of high amounts of moisture without compromising bar properties.

5 WO 2005/080541 to Gangopadhyay et al discloses a non-granular solid cleaning composition comprising 50 % to 70% of a salt of fatty acid; 1 % to 15 % of a mono or disaccharide; and 0.02 % to 2 % of a stabilising agent. Preferred saccharides are glucose, sucrose, mannose, and fructose and the stabilizing agent is preferably chosen from the class of fungicides including formaldehyde, benzeic acid and salts
10 thereof and methyl or ethyl paraben.

WO 03/010272 to Anderson et al discloses soap or detergent bar having relatively low levels of total fatty matter (40% to 78%), allowing relatively high levels of water (7% to 30%) and/or other liquid additives to be present by incorporating aluminium hydroxide and tetra sodium pyrophosphate decahydrate into the bar.
15 Methods of producing such bars are also disclosed.

WO 96/35772 to Wise et al discloses laundry bar compositions including from about 20 % to about 70 % surfactant; from about 12 % to about 24 % water; from about 6.25 % to about 20 % calculated excess alkali metal carbonate; from about 2 % to about 20 % water-soluble inorganic strong-electrolyte salt; and various optional ingredients
20 including whole-cut starch.

WO 95/26710 to Kacher et al discloses personal washing bar compositions that include: about 5 parts to about 40 parts of a lipid skin moisturizing agent; about 10 parts to about 50 parts of a rigid crystalline skeleton network structure consisting essentially of selected fatty acid soap or a mixture of said soap and selected fatty acid; about 1 part
25 to about 50 parts of a lathering synthetic surfactant, and; about 10 parts to about 50 parts water.

WO98/18896 to Rahamann et al discloses high moisture laundry bar composition including from about 45 % to about 95 % structured soap composition, wherein said

structured soap composition comprises a premixture of: from about 45 % to about 75 % soap; from about 5 % to about 50 % starch; about 25 % to about 45 % moisture; and wherein the ratio of starch to moisture in said structured soap composition is from about 1:5 to about 1.25:1; and from about 1 % to about 15 % synthetic anionic surfactant;
5 wherein the total moisture in the finished bar composition is from about 20 % to about 40 %.

US 2007/0021314 and US 2007/0155639 to Salvador et al disclose cleansing bar compositions having high water content that include (a) at least about 15%, by weight of the composition, of water; (b) from about 40% to about 84%, by weight of the
10 composition, of soap; and (c) from about 1% to about 15%, by weight of the composition, of inorganic salt. The bar compositions further comprise a component selected from the group consisting of carbohydrate structurant, free fatty acid, synthetic surfactants, and mixtures thereof. The bar compositions preferably have a Water Activity ("Aw") of less than about 0.95, preferably less than about 0.90, and more
15 preferably less than about 0.85. The bar compositions are preferably manufactured by a milling process.

The present invention is the result of extensive experimentation investigating the use of an alternative structuring system the combination of starch with specific polyols and optionally water insoluble particles can allow substantial reductions in surfactant
20 content without having to rely on the inclusion of high levels of water that characterize prior art approaches. Surprisingly, superior bars which have excellent processing characteristics in currently available processes can be obtained.

SUMMARY OF INVENTION

The personal washing bars of the invention are extruded and preferably stamped bars suitable for mass market applications. The personal washing bar includes:

- a) 45% to 60% of a fatty acid soap;
- b) from 0.3% to less than 1.5% of one or more added soluble salts of monovalent cations;
- c) 0 to less than 5.0% of a fatty acid; and
- d) a structuring system comprising:
 - i) from 5.0% to 14% of a polyol selected from the group consisting of glycerol, sorbitol and their mixtures,
 - ii) from 6% to 25% of a starch, and
 - iii) 0 to 10% of water insoluble particles,

wherein the sum of the weights of the polyol, starch and water insoluble particles comprises at least about 20% but no more than 30% of the bar by weight; and wherein the bar composition is an extrudable mass having a yield stress between 350 and 2000 kPa measured at a temperature of 40° C.

In one embodiment, the optional insoluble particles are inorganic particulates.

In another embodiment the amount of the one or more insoluble salts is at least 0.3% but less than 1.0%, preferably less than 0.8% based on the total weight of the bar composition.

In another embodiment, the bar composition includes a synthetic surfactant at a level of up to about 10% by weight of the bar, preferably between 2% and 8% by weight.

In still another embodiment, the bar composition includes a slip modifier which greatly improves the feel of the wet bar when it is rubbed on the skin especially when

107

the starch and/or insoluble particles are present in the bar at levels approaching the upper limits of their useful concentration ranges.

In still another embodiment, the bar composition contains less than 20% water, preferably between 14% and 19% water by weight when the bar is initially manufactures, i.e., immediately after it is extruded and stamped.

These and other embodiments are described more fully below in the following written description and various embodiments that are illustrated in the examples.

10

DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION

As used herein % or wt % refers to percent by weight of an ingredient as compared to the total weight of the composition or component that is being discussed
5 (generally the total bar composition).

Except in the operating and comparative examples, or where otherwise explicitly indicated, all numbers in this description indicating amounts of material or conditions of reaction, physical properties of materials and/or use are to be understood as modified
10 by the word "about." All amounts are by weight of the final composition, unless otherwise specified.

It should be noted that in specifying any range of concentration, any particular upper concentration can be associated with any particular lower concentration.

15 For the avoidance of doubt the word "comprising" is intended to mean "including" but not necessarily "consisting of" or "composed of." In other words, the listed steps, options, or alternatives need not be exhaustive.

20 The present invention relates to extruded personal washing bars that comprise specific levels of fatty acid soaps; one or more added soluble salts; optional fatty acid; from about 20% to no more than 30% of a structuring system; and various other optional ingredients. These components of the bar composition are and method used to manufacture and evaluate the bars are described below.

25 The bar compositions of the invention are capable of being manufactured at high production rates by processes that generally involve the extrusion forming of ingots or billets, and stamping or molding of these billets into individual tablets, cakes, or bars.

30 By capable of high manufacturing rates is meant that the mass formed from the bar composition is capable of i) being extruded at a rate in excess of 9 kg per minute,

preferably at or exceeding 27 kg per minute and ideally at or exceeding 36 kg per minute; and ii) capable of being stamped at a rate exceeding 100 bars per minute, preferably exceeding 300 bars per minute and ideally at a rate at or above 400 bars per minute.

5

Furthermore, personal washing bars produced from these compositions at high production rates should possess a range of physical properties that make them entirely suitable for every day use by mass market consumers.

10

Test method useful in assessing various physical properties of bars manufactured from these compositions as to establish criteria for manufacturing capability and consumer acceptability are described below in the TEST METHODOLOGY section.

15

BAR COMPOSITION

Fatty acid soap

20

The fatty acid soaps, other surfactants and in fact all the components of the bar should be suitable for routine contact with human skin and preferably yield bars that are high lathering.

25

The preferred type of surfactant is fatty acid soap. The term "soap" is used herein in its popular sense, i.e., the alkali metal or alkanol ammonium salts of aliphatic, alkane-, or alkene monocarboxylic acids. Sodium, potassium, magnesium, mono-, di- and tri-ethanol ammonium cations, or combinations thereof, are the most suitable for purposes of this invention. In general, sodium soaps are used in the compositions of this invention, but from about 1% to about 25% of the soap may be potassium, magnesium or triethanolamine soaps. The soaps useful herein are the well known alkali metal salts of natural or synthetic aliphatic (alkanoic or alkenoic) acids having about 8 to about 22 carbon atoms, preferably about 10 to about 18 carbon atoms. They may be described

30

106

as alkali metal carboxylates of saturated or unsaturated hydrocarbons having about 8 to about 22 carbon atoms.

Soaps having the fatty acid distribution of coconut oil may provide the lower end of the broad molecular weight range. Those soaps having the fatty acid distribution of peanut or rapeseed oil, or their hydrogenated derivatives, may provide the upper end of the broad molecular weight range.

It is preferred to use soaps having the fatty acid distribution of coconut oil or tallow, or mixtures thereof, since these are among the more readily available fats. The proportion of fatty acids having at least 12 carbon atoms in coconut oil soap is about 85%. This proportion will be greater when mixtures of coconut oil and fats such as tallow, palm oil, or non-tropical nut oils or fats are used, wherein the principle chain lengths are C16 and higher. Preferred soap for use in the compositions of this invention has at least about 85% fatty acids having about 12 to 18 carbon atoms.

Coconut oil employed for the soap may be substituted in whole or in part by other "high-lauric" or "lauric rich" oils, that is, oils or fats wherein at least 50% of the total fatty acids are composed of lauric or myristic acids and mixtures thereof. These oils are generally exemplified by the tropical nut oils of the coconut oil class. For instance, they include: palm kernel oil, babassu oil, ouricuri oil, tucum oil, cohune nut oil, murumuru oil, jaboty kernel oil, khakan kernel oil, dika nut oil, and ucuhuba butter.

A preferred soap is a mixture of about 10% to about 40% derived from coconut oil, palm kernel oil or other lauric rich oils ("lauric-rich soaps") and about 90% to about 60% tallow, palm oil or other stearic rich oils ("stearic-rich soaps").

The soaps may contain unsaturation in accordance with commercially acceptable standards. Excessive unsaturation is normally avoided because of the potential for rancidity.

Soaps may be made by the classic kettle boiling process or modern continuous soap manufacturing processes wherein natural fats and oils such as tallow, palm oil or coconut oil or their equivalents are saponified with an alkali metal hydroxide using procedures well known to those skilled in the art. Two broad processes are of particular commercial importance. The SAGE process where triglycerides are saponified with a base, e.g., sodium hydroxide and the reaction products extensively treated and the glycerin component extracted and recovered. The second process is the SWING process where the saponification product is directly used with less exhaustive treatment and the glycerin from the triglyceride is not separated but rather included in the finished soap noodles and/or bars.

Alternatively, the soaps may be made by neutralizing fatty acids, such as lauric (C12), myristic (C14), palmitic (C16), or stearic (C18) acids with an alkali metal hydroxide or carbonate.

The level of fatty acid soap in the bar (generally a mixture of different chainlengths and/or isomers) can range from 40% to 60%, preferably 45% to 60%, more preferably 45% to 55% and most preferably 45% to 52% based on the total weight of the bar composition.

Surfactants other than soap (commonly known as "synthetic surfactants" or "syndets") can optionally be included in the bar at levels up to about 25%, preferably up to 15%, more preferably 2% to 10% and most preferably 2% to 7% by weight of the bar. Examples of suitable syndets are described below under OPTIONAL INGREDIENTS.

Added soluble salts

By the term "added" soluble salt is meant one or more salts that are introduced in the bar in addition to the salts which are present in the bar as a result of saponification and neutralization of the fatty acids, e.g., NaCl generated from saponification with sodium hydroxide and neutralization with hydrochloric acid.

A variety of water soluble salts could potentially be used. The preferred salts are water soluble salts that do not contain cations which precipitate with soap, i.e., which form insoluble precipitates with fatty acid carboxylates. Thus, water soluble salts containing divalent ions such as calcium, magnesium and zinc and trivalent ions such as aluminum should be avoided. Of course highly insoluble calcium salts such as calcium carbonate may be used as optional insoluble particles as part of the structuring system (see below)

Especially preferred soluble salts comprise monovalent cations that form soluble fatty acid soaps (such as sodium, potassium, alkylanolammonium but not lithium) and divalent anions (e.g., sulfates, carbonates, and isethionates), trivalent anions (e.g., citrates, sulfosuccinates, phosphates) and multivalent anions (e.g., polyphosphates and polyacrylates).

Especially preferred salts are sodium and potassium sulfates, carbonates, phosphates, citrates, sulfosuccinates and isethionates and mixtures thereof.

Without wishing to be bound by theory, it is believed that a limited amount of the one or more water soluble salts reduces the level of liquid crystal phase (e.g., lamellar phase) in the bar and therefore allow the bar to accommodate a composite structuring system that itself comprises some liquid. However, the incorporation of too much salt reduces the liquid crystal phase to a level where the bar becomes insufficiently pliable and exhibits excessive cracking.

The level of salt should be at least about 0.3% but less than 1.50%, preferably 0.3% to less than 1.50%, more preferably 0.3% to 0.80%.

It should be noted that the role of salts in the current invention is not primarily a lowering of water activity so as to accommodate very high levels of water in the bar which are characteristic of low TFM bars described in the prior art, i.e. the use of

101

electrolytes to prevent or slow the drying out of the bar. In fact, the bars of the current invention have water levels that are not especially high (up to about 20%) compared with normal commercial soap bars which can range from about 13 to about 15-18%. Thus, levels of salts in the range of 2.5 to 8% typical of the high water content bars of the prior art would be detrimental to the bars described herein.

Fatty acid

A useful optional ingredient is fatty acid. Although it is well known that fatty acids are useful in improving lather, their primary function in bars described herein is modify rheology at low levels incorporated in the bar composition so as to provide adequate thermo-plasticity to the mass.

Potentially suitable fatty acids are C₈-C₂₂ fatty acids. Preferred fatty acids are C₁₂-C₁₈, preferably predominantly saturated, straight-chain fatty acids. However, some unsaturated fatty acids can also be employed. Of course the free fatty acids can be mixtures of shorter chainlength (e.g., C₁₀-C₁₄) and longer chainlength (e.g., C₁₆-C₁₈) chain fatty acids. For example, one useful fatty acid is fatty acid derived from high-lauric triglycerides such as coconut oil, palm kernel oil, and babasu oil.

The fatty acid can be incorporated directly or they can be generated in-situ by the addition of a protic acid to the soap during processing. Examples of suitable protic acids include: mineral acids such as hydrochloric acid and sulfuric acid, adipic acid, citric acid, glycolic acid, acetic acid, formic acid, fumaric acid, lactic acid, malic acid, maleic acid, succinic acid, tartaric acid and polyacrylic acid.

The level of fatty acid should not exceed 5.0%, preferably not exceed about 1% and most preferably be between 0.3% and 0.8% based on the total weight of the bar composition.

Structuring system

The structuring system includes one or more starch components, one or more polyols and optionally, water insoluble particles (i.e., particulate material).

- 5 The total level of the structuring system used in the bar composition should be at least about 20% but no more than 30.0%, preferably from 25% to 30.0% based on the total weight of the bar composition. By total level of the structuring system is meant the sum of the weights of the starch, polyol, and optional insoluble particle components.

- 10 Suitable starch materials include natural starch (from corn, wheat, rice, potato, tapioca and the like), pregelatinized starch, various physically and chemically modified starch and mixtures thereof. by the term natural starch is meant starch which has not been subjected to chemical or physical modification – also known as raw or native starch.

- 15 A preferred starch is natural or native starch from maize (corn), cassava, wheat, potato, rice and other natural sources of it. Raw starch with different ratio of amylose and amylopectin: e.g. maize (25% amylose); waxy maize (0%); high amylose maize (70%); potato (23%); rice (16%); sago (27%); cassava (18%); wheat (30%) and others. The raw starch can be used directly or modified during the process of making the bar composition such that the starch becomes gelatinized, either partially or fully
20 gelatinized.

- 25 Another suitable starch is pre-gelatinized which is starch that has been gelatinized before it is added as an ingredient in the present bar compositions. Various forms are available that will gel at different temperatures, e.g., cold water dispersible starch. One suitable commercial pre-gelatinized starch is supplied by National Starch Co. (Brazil) under the trade name FARMAL CS 3400 but other commercially available materials having similar characteristics are suitable.

The amount of the starch component in the filler can range from about 5% to about 25%, preferably 6% to 25%, preferably 10% to 25%, preferably 10% to 20%, and preferably 10% to 15% by weight of total bar composition.

5 A second critical component of the structuring system is a polyol or mixture of polyols. Polyol is a term used herein to designate a compound having multiple hydroxyl groups (at least two, preferably at least three) which is highly water soluble, preferably freely soluble, in water.

10 Many types of polyols are available including: relatively low molecular weight short chain polyhydroxy compounds such as glycerol and propylene glycol; sugars such as sorbitol, manitol, sucrose and glucose; modified carbohydrates such as hydrolyzed starch, dextrin and maltodextrin, and polymeric synthetic polyols such as polyalkylene glycols, for example polyoxyethylene glycol (PEG) and polyoxypropylene glycol (PPG).

15 Preferred polyols are relatively low molecular weight compound which are either liquid or readily form stable highly concentrated aqueous solutions, e.g., greater than 50% and preferably 70% or greater by weight in water. These include low molecular weight polyols and sugars.

20 Especially preferred polyol are glycerol, sorbitol and their mixtures.

25 The level of polyol is critical in forming a thermoplastic mass whose material properties are suitable for both high speed manufacture (300-400 bars per minute) and for use as a personal washing bar. It has been found that when the polyol level is too low, the mass is not sufficiently plastic at the extrusion temperature (e.g., 40° C to 45° C) and the bars tend to exhibit higher mashing and rates of wear. Conversely, when the polyol level is too high, the mass becomes too soft to be formed into bars by high speed at normal process temperature.

1/14

The level of polyol should be between 5.0% and 14.0%, preferably 6 to 12% and preferably about 6% to about 10% by weight based on the total weight of the bar composition. Furthermore, it has been found that the ratio of polyol to starch be preferably between about 1:1 to 1:4.5 by weight, and more preferably between 1:1 and 1:1.25.

The structuring system may optionally include insoluble particles comprising one or a combination of materials. By insoluble particles is meant materials that are present in solid particulate form and suitable for personal washing. The particulate material can potentially be inorganic or organic or a combination as long as it is insoluble in water.

The Insoluble particles should not be perceived as scratchy or granular and thus should have a particle size less than 300 microns, more preferably less than 100 microns and most preferably less than 50 microns.

Preferred inorganic particulate material include talc and calcium carbonate. Talc is a magnesium silicate mineral material, with a sheet silicate structure and a composition of $Mg_3Si_4(OH)_2$, and may be available in the hydrated form. It has a plate-like morphology, and is essentially oleophilic/hydrophobic, i.e., it is wetted by oil rather than water.

Calcium carbonate or chalk exists in three crystal forms: calcite, aragonite and vaterite. The natural morphology of calcite is rhombohedral or cuboidal, acicular or dendritic for aragonite and spheroidal for vaterite.

Commercially, calcium carbonate or chalk known as precipitated calcium carbonate is produced by a carbonation method in which carbon dioxide gas is bubbled through an aqueous suspension of calcium hydroxide. In this process the crystal type of calcium carbonate is calcite or a mixture of calcite and aragonite.

Examples of other optional insoluble inorganic particulate materials include alumino silicates, aluminates, silicates, phosphates, insoluble sulfates, borates and clays (e.g., kaolin, china clay) and their combinations.

Organic particulate materials include: insoluble polysaccharides such as highly crosslinked or insolubilized starch (e.g., by reaction with a hydrophobe such as octyl succinate) and cellulose; synthetic polymers such as various polymer lattices and suspension polymers; insoluble soaps and mixtures thereof.

5 The structuring system can comprise up to 10% insoluble particles, preferably 5% to 8%, based on the total weight of the bar composition.

Water content

10 As already mentioned the bar compositions of the invention do not comprise an especially high level of water compared to typical extruded and stamped soap bars which typically can range from about 13 to about 18% water when freshly made, i.e., after extrusion and stamping. In fact, it is preferable that the water content of the freshly made bar should be less than 20% and preferably be between 14% and 18% based on
15 the total weight of the bar. Thus, in preferred embodiments, the water level of the freshly made bars of the invention is lower than the water content of freshly made melt and pour or melt-cast bars, i.e., the nominal water content based on the formulation, which typically exceeds 25% by weight in melt-cast compositions.

20 It is stressed that the preferred water levels quoted above refers to freshly made bars. As is well known, soap bars are subject to drying out, i.e., water evaporation. Hence depending upon how the bar is stored (type of wrapper, temperature, humidity, air circulation, etc) the actual water content of the bar at the moment of sampling can obviously differ significantly from the initial water content of the bar immediately after
25 manufacture.

Optional ingredients

Synthetic surfactants:

The bar compositions can optionally include non-soap synthetic type surfactants (detergents) – so called syndets. Syndets can include anionic surfactants, nonionic surfactants, amphoteric or zwitterionic surfactants and cationic surfactants.

5 The level of synthetic surfactant present in the bar is generally less than 25%, preferably less than 15%, preferably up to 10%, and most preferably from 0 to 7% based on the total weight of the bar composition.

10 The anionic surfactant may be, for example, an aliphatic sulfonate, such as a primary alkane (e.g., C₈-C₂₂) sulfonate, primary alkane (e.g., C₈-C₂₂) disulfonate, C₈-C₂₂ alkene sulfonate, C₈-C₂₂ hydroxyalkane sulfonate or alkyl glyceryl ether sulfonate (AGS); or an aromatic sulfonate such as alkyl benzene sulfonate. Alpha olefin sulfonates are another suitable anionic surfactant.

15 The anionic may also be an alkyl sulfate (e.g., C₁₂-C₁₈ alkyl sulfate), especially a primary alcohol sulfate or an alkyl ether sulfate (including alkyl glyceryl ether sulfates).

20 The anionic surfactant can also be a sulfonated fatty acid such as alpha sulfonated tallow fatty acid, a sulfonated fatty acid ester such as alpha sulfonated methyl tallowate or mixtures thereof.

25 The anionic surfactant may also be alkyl sulfosuccinates (including mono- and dialkyl, e.g., C₈-C₂₂ sulfosuccinates); alkyl and acyl taurates, alkyl and acyl sarcosinates, sulfoacetates, C₈-C₂₂ alkyl phosphates and phosphates, alkyl phosphate esters and alkoxyl alkyl phosphate esters, acyl lactates or lactylates, C₈-C₂₂ monoalkyl succinates and maleates, sulphoacetates, and acyl isethionates.

Another class of anionics is C₈ to C₂₀ alkyl ethoxy (1-20 EO) carboxylates.

30 Another suitable anionic surfactant is C₈-C₁₈ acyl isethionates. These esters are prepared by reaction between alkali metal isethionate with mixed aliphatic fatty acids

147

having from 6 to 18 carbon atoms and an iodine value of less than 20. At least 75% of the mixed fatty acids have from 12 to 18 carbon atoms and up to 25% have from 6 to 10 carbon atoms. The acyl isethionate may also be alkoxylated isethionates

5 Acyl isethionates, when present, will generally range from about 0.5% to about 25% by weight of the total composition.

In general, the anionic component will comprise the majority of the synthetic surfactants used in the bar composition.

10 Amphoteric detergents which may be used in this invention include at least one acid group. This may be a carboxylic or a sulphonic acid group. They include quaternary nitrogen and therefore are quaternary amido acids. They should generally include an alkyl or alkenyl group of 7 to 18 carbon atoms. Suitable amphoteric
15 surfactants include amphoacetates, alkyl and alkyl amido betaines, and alkyl and alkyl amido sulphobetaines.

Amphoacetates and diamphoacetates are also intended to be covered in possible zwitterionic and/or amphoteric compounds which may be used.

20 Suitable nonionic surfactants include the reaction products of compounds having a hydrophobic group and a reactive hydrogen atom, for example aliphatic alcohols or fatty acids, with alkylene oxides, especially ethylene oxide either alone or with propylene oxide. Examples include the condensation products of aliphatic (C₈-C₁₈)
25 primary or secondary linear or branched alcohols with ethylene oxide, and products made by condensation of ethylene oxide with the reaction products of propylene oxide and ethylenediamine. Other so-called nonionic detergent compounds include long chain tertiary amine oxides, long chain tertiary phosphine oxides and dialkyl
30 sulphoxides.

The nonionic may also be a sugar amide, such as alkyl polysaccharides and alkyl polysaccharide amides.

5 Examples of cationic detergents are the quaternary ammonium compounds such as alkyldimethylammonium halides.

Other surfactants which may be used are described in U.S. Pat. No. 3, 723,325 to Parran Jr. and "Surface Active Agents and Detergents" (Vol. I & II) by Schwartz, Perry & Berch, both of which is also incorporated into the subject application by
10 reference.

Slip Modifier:

Very useful optional ingredients are slip modifiers. The term "slip modifier" is used
15 herein to designate materials that when present at relatively low levels (generally less than 1.5% based on the total weight of the bar composition) will significantly reduce the perceived friction between the wet bar and the skin. The most suitable slip modifiers are useful at a level of 1% or less, preferably from 0.05 to 1% and more preferably from 0.05% to 0.5%.

20 Slip modifiers are particularly useful in bar compositions which contain starch and/or insoluble particles whose levels approach the higher end of the useful concentration range for these materials, e.g., 20 - 25% for starch. It has been found that the incorporation of higher levels of starch and/or insoluble particles increases the wet
25 skin friction of the bar and the bars are perceived as "draggy" (have a high perceived level of frictional "drag" on the skin). Although some consumers do not mind this sensory quality, other dislike it. In general, consumers prefer bars that are perceived to glide easily over their skin and are perceived as being slippery.

It has been found that certain hydrophobic materials can at low levels dramatically reduce the wet skin frictional drag of bars containing higher levels of starch and/or insoluble particles. This greatly improves consumer acceptability of such bars.

5 Suitable slip modifier include petrolatum, waxes, lanolines, poly-alkane, -alkene, -polyalkylene oxides, high molecular weight polyethylene oxide resins, silicones, polyethylene glycols and mixtures thereof.

10 Particularly suitable slip modifier are high molecular weight polyethylene oxide resins because they have been found to be effective at relatively low concentrations in the composition. Preferably the molecular weight of the polyethylene oxide resin is greater than 80,000, more preferably at least 100,000 Daltons and most preferably at least 400,000 Daltons. Examples of suitable high molecular weight polyethylene oxide resins are water soluble resins supplied by Dow Chemical Company under the trade name
15 POLYOX. An example is WSR N-301 (molecular weight 4,000,000 Daltons).

Adjuvants:

20 Adjuvants are ingredients that improve the aesthetic qualities of the bar especially the visual, tactile and olefactory properties either directly (perfume) or indirectly (preservatives). A wide variety of optional ingredients can be incorporated in the bar composition of the invention. Examples of adjuvants include but are not limited to: perfumes; opacifying agents such as fatty alcohols, ethoxylated fatty acids, solid esters, and TiO_2 ; dyes and pigments; pearlizing agent such as TiO_2 coated micas and
25 other interference pigments; plate like mirror particles such as organic glitters; sensates such as menthol and ginger; preservatives such as dimethyloldimethylhydantoin (Glydant XL1000), parabens, sorbic acid and the like; anti-oxidants such as, for example, butylated hydroxytoluene (BHT); chelating agents such as salts of ethylene diamine tetra acetic acid (EDTA) and trisodium etridronate; emulsion stabilizers;
30 auxiliary thickeners; buffering agents; and mixtures thereof.

The level of pearlizing agent should be between about 0.1% to about 3%, preferably between 0.1% and 0.5% and most preferably between about 0.2 to about 0.4% based on the total weight of the bar composition.

5 Skin benefit agents:

A particular class of optional ingredients highlighted here is skin benefit agents included to promote skin and hair health and condition. Potential benefit agents include but are not limited to: lipids such as cholesterol, ceramides, and pseudoceramides; antimicrobial agents such as TRICLOSAN; sunscreens such as cinnamates; other types of exfoliant particles such as polyethylene beads, walnut shells, apricot seeds, flower petals and seeds, and inorganics such as silica, and pumice; additional emollients (skin softening agents) such as long chain alcohols and waxes like lanolin; additional moisturizers; skin-toning agents; skin nutrients such as vitamins like Vitamin C, D and E and essential oils like bergamot, citrus unshiu, calamus, and the like; water soluble or insoluble extracts of avocado, grape, grape seed, myrrh, cucumber, watercress, calendula, elder flower, geranium, linden blossom, amaranth, seaweed, ginkgo, ginseng, carrot; impatiens balsamina, camu camu, alpina leaf and other plant extracts such as witch-hazel, and mixtures thereof.

20

The composition can also include a variety of other active ingredients that provide additional skin (including scalp) benefits. Examples include anti-acne agents such as salicylic and resorcinol; sulfur-containing D and L amino acids and their derivatives and salts, particularly their N-acetyl derivatives; anti-wrinkle, anti-skin atrophy and skin-repair actives such as vitamins (e.g., A, E and K), vitamin alkyl esters, minerals, magnesium, calcium, copper, zinc and other metallic components; retinoic acid and esters and derivatives such as retinal and retinol, vitamin B3 compounds, alpha hydroxy acids, beta hydroxy acids, e.g. salicylic acid and derivatives thereof; skin soothing agents such as aloe vera, jojoba oil, propionic and acetic acid derivatives, fenamic acid derivatives; artificial tanning agents such as dihydroxyacetone; tyrosine; tyrosine esters such as ethyl tyrosinate and glucose tyrosinate; skin lightening agents

30

such as aloe extract and niacinamide, alpha-glyceryl-L-ascorbic acid, aminotyroxine, ammonium lactate, glycolic acid, hydroquinone, 4 hydroxyanisole, sebum stimulation agents such as bryonolic acid, dehydroepiandrosterone (DHEA) and orizano; sebum inhibitors such as aluminum hydroxy chloride, corticosteroids, dehydroacetic acid and its salts, dichlorophenyl imidazoldioxolan (available from Elubiol); anti-oxidant effects, protease inhibition; skin tightening agents such as terpolymers of vinylpyrrolidone, (meth)acrylic acid and a hydrophobic monomer comprised of long chain alkyl (meth)acrylates; anti-itch agents such as hydrocortisone, methdilazine and trimeprazine hair growth inhibition; 5-alpha reductase inhibitors; agents that enhance desquamation; anti-glycation agents; anti-dandruff agents such as zinc pyridinethione; hair growth promoters such as finasteride, minoxidil, vitamin D analogues and retinoic acid and mixtures thereof.

15 MATERIAL PROPERTIES OF AN EXTRUDED MASS

The personal washing bars described herein are extruded masses. By the term "extruded masses" is meant that the bars are made by a process which involves both the intensive mixing or working of the soap mass while it is in a semi-solid plastic state and its forming into a cohesive mass by the process of extrusion.

The intensive mixing can be accomplished by one or more unit operations known in the art which can include roller milling, refining, and single or multistage extrusion. Such processes work the bar mass, e.g., soap mass, at a temperature between about 30° C and about 50° C to form a homogeneous network of insoluble materials in a viscous liquid and/or liquid crystalline phase containing the lower melting, more soluble surfactants (e.g., soaps and other water soluble/dispersible materials).

An extruded mass must be thermoplastic within the process temperature of extrusion which is generally between about 30°C and about 45°C, preferably at a temperature between about 33°C to about 42°C. Thus, the material must soften within

122

this process temperature window but remain highly viscous, i.e., not softer excessively to form a sticky mass. The material must regain its structure and harden quickly as the temperature is lowered below its softening point. This means that the internal structure must reform quickly generally by re-solidification of structure forming units, e.g.,
5 crystals.

Furthermore, the softened mass although pliable must be sufficiently viscous so that it does not stick to the surfaces of the extruder in order to be capable of conveyance by the extruder screws but not bend excessively when exiting the extruder
10 as a billet. However, if the mass is too viscous it will not be capable of extrusion at reasonable rates. Thus, the hardness of the mass should fall within limits within the process temperature window to be capable of high rates of production. By high rate of production is meant in excess of about 50 tablet or bars per minute (4.5 Kg/min for a 90 Kg bar), preferably greater than about 150 bars per minute (13.5 Kg/min), more
15 preferably greater than 250 bars per minute (22.5 Kg/min) and still more preferably greater than 400 bars per minute (36 Kg/min).

Personal washing bars formed by extrusion (also commonly known as milled soaps) have physical-chemical properties and an internal structure which are quite
20 different from soaps that are made by a melt-cast process wherein the bar composition is first melted at high temperature (e.g., 70° C) to form a liquid phase which is then poured into molds to solidify by quiescent cooling.

These differences in internal structure, composition and physical-chemical
25 characteristics provide extruded personal washing bars with overall in-use properties which are better suited for the mass market than cast soaps. These properties include: much lower wear rates, more resistance to scuffing and denting, and a richer, more creamy opaque lather.

30 The one or more key properties that serve as characteristic "finger-prints" of an extruded mass are structural anisotropy, the level of high melting point materials such

103

as stearic soaps, high melting point and thermal reversibility, and rapid recovery of hardness after heating and shear. These characteristics are briefly described below.

Structural anisotropy

5

Bars made by extrusion typically have a characteristic anisotropic internal structure both with respect to the alignment of crystals and overall macro-structure:

One important element of the macro-structure is the "candle structure", disclosed
10 for example by Schonig et al in US patent 4,720,365 which is produced in the plodder and modified in the stamper. Shear forces generated at the eyeplate and subsequent extensional forces in the plodder cone produce marked alignment within the candles and thus influence the colloidal structure of the extruded mass. Although there is some modification of alignment after stamping, the resultant bar usually has a characteristic
15 macroscopic alignment of the crystallites and domains relative to the bar surface and some residual candle structure.

The liquid (crystalline) phase generated at the extrusion temperature has a relatively lower viscosity and is expected to preferentially flow to the surface of the
20 candles during the plodder compression stage.

In contrast, melt-cast bars have a predominantly isotropic structure because crystallization occurs during quiescent cooling and thus the alignment of crystals is minimal and there is no candle structure.

25

The differences in internal structure between extruded and melt-cast bars can be visualized by a simple ethanol extraction procedure. In this procedure bars are shaven, for example with a plane of mandolin to reveal inside surfaces (the bars can be shaved in several orthogonal directions). These shaved sections are then immersed overnight
30 in anhydrous alcohol. After removal from the alcohol, the bars are allowed to dry by standing a pattern of small cracks appears. These cracks are indicative of the orientated

124

micro-structure of the bar. The alcohol extracts the more soluble soaps in extruded bars, thus exposing the candle structure interface and the lines of flow. In melt-cast bars flow lines and the candle structure are absent and fine cracks are much less pronounced or absent after alcohol emersion.

5

Level of high melting materials

In order to achieve the rheological properties required for milling and extrusion, an extruded mass must have a sufficient level of solid particles to adequately structure the mass at the process temperature, i.e., the bar contains materials whose melting point is above the extrusion temperature.

10

For bars that are comprised predominantly of soap, these high melting solids are provided in at least part by the stearic soaps which include the C16 and C18 saturated soaps.

15

The level of high melting solids (melting point greater than the extrusion temperature) found in extruded bars is generally greater than 20%, and typically greater than 30%. For an extruded suitable for the instant invention which are predominantly comprised of soaps, the level of stearic-rich soaps is generally between about 25% and about 55% based on the total weight of bar, preferably between 25% to about 40%. Other sources of solid particles are also present in the bars described herein.

20

Melting point and thermal reversibility

25

Because of the presence of significant high melting solids (e.g. steric-rich soaps and structurants) and the lower levels of liquids relative to cast soaps, extruded masses have melting points that are generally above 80° C, typically above 90° C and usually above 100° C. In contrast, cast soaps generally melt at temperature between 70° C and 80° C.

30

125

Furthermore an extruded mass regains its structure and harden quickly as the temperature is lowered below its softening point. This means that the internal structure reform quickly, generally by re-solidification of structure forming units, e.g., soap crystals. This rapid re-solidification is generally observed as thermal reversibility in differential scanning calorimetry (DSC). By the term thermal reversibility is meant that increasing and decreasing temperature sweeps tend to be superimposable albeit offset by a temperature difference characteristic of the composition. In contrast, cast soaps require much longer periods of time to reform the solid structural units and exhibit lower thermal reversibility, e.g., increasing-decreasing temperature sweeps are either not super-imposable or are offset by much larger temperatures than is found with an mass.

Recovery of hardness after heating and shear

An extruded mass must soften when it is heated to the extrusion process temperature which is typically in the range of about 35° C to about 45° C. However, at this temperature it must retain sufficient hardness. It has been found experimentally that to achieve the desired rates of production, the hardness of the mass should generally be at least about 1500 g, preferably at least 3000g but generally not greater than about 8000 g, preferably between 3000g and 5000g when measured by the Hardness Penetration Test described in the TEST METHODOLOGY section, said measurement being carried out at a temperature in the range of about 40° C.

An extruded mass also remains cohesive after its has been subjected to sheer at the extrusion temperature without exhibiting excessive pliability or stickiness. By the term "remain cohesive" is meant when compacted under pressure the mass should be capable of sintering together to form a single cohesive unit that has mechanical integrity.

Finally, it has been found that an extruded mass quickly recovers its yield stress (as measured by its penetrometer hardness) when it is subjected to shear at the extrusion temperature (e.g., 40° C) and allowed to cool. For example when the

extrudate is cooled after extrusion to 25°C, the mass should recover at least about 75%, preferably at least about 85% and more preferably at least about 95% of the initial hardness before it was sheared, by for example, extrusion through an "orifice" extruder – see below.

5

The influence of shear on cohesivity, stickiness, pliability and recovery of yield stress can be assessed utilizing an "orifice" extruder which provides a controlled extensional flow similar to that encountered by the mass during extrusion through an eye plate. This device comprises a thermal jacketed barrel (e.g. 350 mm length by 10 90 mm in diameter) ending in a narrow opening (typically 2-4 mm) and a plunger which is coupled to a drive unit e.g., Instron Mechanical Tester. The plunger forces the mass through the orifice to form an extrudate. The extrudate can be assessed at the process temperature.

The extrudate can be placed in the barrel of the orifice extruder, compressed 15 under different loads and removed to determine its cohesivity or extent of cohesion, its stickiness and its ability to recover its hardness after it has been sheared at the extrusion temperature (e.g., 40° C) and cooled (e.g., 25° C).

Based on the above extrudability criteria, so called melt and pour compositions 20 such as those used to make glycerin soaps that require casting in molds in order to form bars are not extrudable masses when they are initially formed from the melt and are not suitable. Thus, after a cast melt composition is melted and allowed to solidify in a mold for several hours, the composition does not form a cohesive non-sticky mass after extrusion through an orifice extruder and the extrudate does not exhibit the required 25 recovery of hardness after cooling.

In addition to the requirement of being suitable for extrusion, the bar mass should also be sufficiently hard to be stamped with conventional soap making dies. The stamping process involves placing a billet or ingot of the extruded mass into a split mold 30 comprised of generally two moveable halves (the dies). These dies when closed compress the billet ("stamp" the billet), squeezing out excess mass and defining the

ultimate shape of the bar. The mold halves meet at a parting line which becomes visible as a line on the edge perimeter of the molded finished bar (stamped bar). Thus, a stamped personal washing bar can be characterized as comprising top and bottom stamped faces meeting at a parting line.

5

Experience has shown that stamping can be achieved by ensuring that an extruded billet of the bar mass (also known as an ingot) has a minimum hardness of at least about 1500 g at the stamping temperature which is typically in the range 25° to 45° C.

10

125

The one or more key characteristics of an extruded mass are summarized in the table below.

CHARACTERISTIC PROPERTY	EXTRUDED MASS	CAST SOAP
Structural anisotropy	Aligned crystals Distinct flow lines/candle structure evident as small cracks formed after alcohol emersion	generally random crystal orientation Absence of candle structure No prominent and systematic lines or cracks evident after alcohol emersion
Levels of stearic-rich soaps (C ₁₆ /C ₁₈ soaps)	20% to about 55% based on the total weight of bar	Generally less than 15% or absent
Melting point/Thermal characteristics	Melting point above 80° C, typically above 90° C and usually above 100° C. Relatively high degree of thermal reversibility (DSC)	Melting point 70° C and 80° C. Relatively low degree of thermal reversibility
Recovery of hardness after heating and shear	Recovers at least about 75%, preferably at least about 85% and more preferably at least about 95% of its initial hardness before shearing. Forms cohesive mass after extensional shear (Orifice extruder)	After melting and casting either low recovery of hardness after shear and/or lack of formation of cohesive mass after shear (excessive fracture or softening)

TEST METHODOLOGY

Bar Hardness - Penetrometer Hardness Test

5

A variety of methods are known in the art to measure the hardness of soft solids such as toilet soaps. The techniques used in the current work, is the Penetration Test which measures the penetration of a needle or tapered rod under load. The distance traveled (penetration of the needle into the test mass) under a constant load or the load
10 required to produce a given distance of penetration can be measured. In the test method used in the present work, the latter measurement approach is employed, i.e., variable load to achieve fixed penetration depth.

Although the invention is described by parameters that are measured by the
15 Penetration Test, various hardness tests can be used and inter-correlated with the methods used herein.

Hardness penetration measurements were made using finished toilet soap bars using the TA-XT Plus Texture Analyzer supplier by Stable Micro Systems.

20

The rheological parameters of the finished bars were determined by measuring the weight necessary for the test probe to penetrate the sample to a distance of 15 mm (see table below). The 30° conical test probe is made from X2 stainless steel and the dimensions are: Length, 60.4 mm; Diameter 30 mm.

25

The instrument parameters used in hardness analyses with TA-XT Express are given in the table below

30

Parameters	Value
Load cell capacity (kg)	10
Pre-speed (mm/s)	2
Return speed (mm/s)	10
Conical Probe Angle (°)	30
Trigger Force (g)	5
Test speed (mm/s)	1
Distance of penetration (mm)	15

The TA-XT Plus Texture Analyser allows for various preset probe speeds. In the examples described herein, the rheological parameters other than hardness were carried out at various speeds (minimum 10), ranging from 0.01 to 10 mm/sec and the forces measured accordingly. Shear stresses and shear rates were calculated and rheological charts were built. The rheological parameters were finally calculated by least-squares utilizing the Herschel-Bulkley equation:

$$\sigma = \sigma_0 + k\gamma^n$$

where σ is the shear stress, σ_0 is the yield stress, k stands for the consistency index, n is the flow index and γ is the shear rate.

Stickiness was measured using the TA-XT Plus Texture Meter using the compression mode and by acquiring the peak reading when a 45° conical probe left the sample. The other parameters were: penetration distance 10mm, pre-test speed (10 mm.s⁻¹), test speed (1mm.s⁻¹), and post-test speed (10 mm.s⁻¹).

Wear Rate Test

The wear rate of the bar was measured by the following procedure.

Four weighed samples of each test bar are placed on soap trays. Two types of soap trays are employed: those that have drainers or raised grids so the water left on the bar after rinsing is drained away; and no drainers so that water can be added to the tray to allow the bars to become "water-logged". The trays are coded as follows:

With drainers?	Wash temperature (°C)
Yes	25
Yes	40
No	25
No	40

10 ml of distilled water (ambient temperature) are poured into the undrained tray (25° and 40° C).

Each tablet of soap as follows:

- Fill washing bowl with about 5 litres of water, at the desired temperature (20°C or 40°C).
- Mark the tablet to identify top face (e.g. make small hole with a needle).
- Wearing waterproof gloves, immerse the tablet in the water, and twist 15 times (180° each time) in the hands above water.
- Repeat the above step
- Briefly immerse tablet in the water to remove lather.
- Place tablet back on its soap tray, ensuring that the opposite face is uppermost (i.e. the unmarked face).

The above procedure is carried out 6 times per day for 4 consecutive days, at evenly spaced intervals during each day. Alternate face of each bar is placed in the down downward position (facing the bottom of the tray) after each washdown. Between washdowns the soap trays should be left on an open bench or draining board, in ambient conditions. After each washdown cycle, the position of each soap tray/tablet is changed to minimize variability in drying conditions.

At the end of each day each soap tray with drainer is rinsed and dried. Soap trays without drainers are refilled with 10 ml distilled water (ambient temperature). After the last washdown (4th day), all soap trays are rinsed and dried. Each washed bar is placed in its tray and allowed to dry for up to a period of 9 days. On the 5th day afternoon, the samples are turned so that both sides of the tablet dry. On the 8th day, each tablet is weighed.

The rate of wear is defined as the percent weight loss as follows:

$$\% \text{Wear} = \frac{(\text{initial weight} - \text{final weight}) * 100}{\text{initial weight}}$$

Bar Mush Test

Mush is a paste or gel of soap and water, formed when soap is left in contact with water as in a soap-dish. Soluble components of the soap move into solution, and water is absorbed into the remaining solid soap causing swelling, and for most soaps, also recrystallization. The nature of the mush depends on the balance of these solution and absorption actions. The presence of a high level of mush is undesirable not only because it imparts an unpleasant feel and appearance to the soap, but also especially because the mush may separate from the bar and leaves a mess on the wash basin. Residual mush or soap residue is a known consumer negative.

The Mush Immersion Test described herein gives a numerical value for the amount of mush formed on a bar. The test is carried out as follows:

A rectangular billet from the soap tablet is cut to the required dimensions using a plane, knife or cutting jig. The width and depth of the cut billet are accurately measured (+/- 0.1 cm). A line is drawn across the billet 5 cm from the bottom of the billet. This line represents the immersion depth.

The billet is attached to a sample holder and suspended in an empty beaker. Demineralised (or distilled) water at 20°C is added to the beaker until the water level reaches the 5 cm mark on the billet. The beaker is placed in a water bath at 20°C (+/- 0.5°C) and left for exactly 2 hours.

5 The soap-holder + billet is removed, the water emptied from the beaker, and the soap-holder + billet is replaced on the beaker for 1 minute so that excess water can drain off. Extraneous water is shaken off, the billet is removed from the soap-holder, and the weight of the billet standing it on its dry end is recorded (W_M).

10 All the mush from all 5 faces of the billet is carefully scraped off, and any remaining traces of mush are removed by wiping gently with a tissue. The weight of the billet within 5 minutes of scraping is recorded (W_R).

The quantitative amount of mush is calculated as follows:

$$Mush(g / 50cm^2) = \frac{W_M - W_R}{A} \times 50$$

15 where A is the surface area:

$$Surface\ area\ (cm^2) = A = 10 (width + thickness) + (width \times thickness)$$

20 Accelerated Bar Cracking Test

25 The potential of bars to crack in use is assessed by washing the bars in a controlled manner 6 times per day for 4 days, storing the bars between washes under different conditions to simulate different consumer habits and then allowing the bars to dry for different periods of time to induce cracking. The procedure is as follows:

30 Four weighed of each test bar are placed on soap trays. Two types of soap trays are employed: those that have drainers or raised grids so the water left on the bar after rinsing is drained away; and no drainers so that water can be added to the tray to allow the bars to become "water-logged". The trays are coded as follows:

	With drainers?	Wash temperature (°C)
	Yes	25
	Yes	40
5	No	25
	No	40

10 ml of distilled water (ambient temperature) are poured into the undrained tray (25° and 40°C).

10 Each tablet of soap as follows:

- Fill washing bowl with about 5 litres of water, at the desired temperature (20°C or 40°C).
- Mark the tablet to identify top face (e.g. make small hole with a needle).
- 15 – Wearing waterproof gloves, immerse the tablet in the water, and twist 15 times (180° each time) in the hands above water.
- Repeat the above step
- Briefly immerse tablet in the water to remove lather.
- Place tablet back on its soap tray, ensuring that the opposite face is
- 20 uppermost (i.e. the unmarked face).

The above procedure is carried out 6 times per day for 4 consecutive days, at evenly spaced intervals during each day. Alternate face of each bar is placed in the down downward position (facing the bottom of the tray) after each washdown. Between

25 washdowns the soap trays should be left on an open bench or draining board, in ambient conditions. After each washdown cycle, the position of each soap tray / tablet is changed to minimize variability in drying conditions.

At the end of each day each soap tray with drainer is rinsed and dried. Soap

30 trays without drainers are refilled with 10 ml distilled water (ambient temperature). After the last washdown (4th day), all soap trays are rinsed and dried and place each washed bar is placed in its tray and allows to dry for up to a period of 9 days.

136

A subjective assessment of the degree of cracking is carried out on each bar. Some cracking may occur during the first 5 days of the test, but for maximum sensitivity and realism it is best to assess the cracking after drying out (i.e. on the 8th or 9th day).

- 5 A trained assessor examines the tablets and records separately the degree of cracking in each of the following areas: Both faces - all types of tablets; both ends - band-type tablets; both sides - band-type tablets periphery - capacity die tablets

The degree of cracking is graded using the following 0-5 scale:

- 10 0 – No cracking
- 1 – Small and shallow cracking:
- 2 – Small and medium deep cracking:
- 15 3 – Medium and deep cracking:
- 4 – Big and deep cracking:
- 20 5 – Very big and very deep cracking:

It is advantageous to use photographic standards representing each of these grades, produced from typical local soap samples. This gives greater consistency of assessment between technicians.

25

30

EXAMPLES

The following non-limiting examples illustrate various aspects of the invention and preferred embodiments. Examples of the invention are designated with the prefix "E" while comparative examples are designated with the prefix "C".

Examples 1-6

These examples illustrates exemplary bar compositions according to the invention.

The compositions used to prepare the personal washing bars of examples E1-E6 are shown in Table 1. The bars were prepared using conventional equipment used in the manufacture of extruded soap. In summary, the composition was prepared by combining soap noodles with the remaining ingredients in Table 1 in a Z-blade mixer and passing the mixture through a 3-roll mill and a refiner. The soap noodles were composed of a mixture of lauric-rich and stearic-rich soaps used in a weight ratio in the range from 40/60 to 10/90. The lauric-rich soaps were derived from palm kernel oil, coconut oil and/or babasu oil. The stearic-rich soaps were derived from tallow, palm oil, palm stearine, hardened soybean oil and crude soybean oil. The compositions so processed were added to the hopper of a two stage extruder and extruded at a temperature of 35°C at an extrusion rate of 1.2 – 4.0 kg/min through an eyeplate having a 3.5 X 3.5 cm cross section to form billets cut to about 12 cm in lengths. The billets were then transferred to a manual soap stamper and stamped to form the finished personal washing bar utilizing a die set defining a mold having a volume of approximately 79 to 80 cm³ (density in the range from 1.12 to 1.14 g/cm³).

The physical and overall user properties are included in the table. The second column from the left under physical properties provides the "ideal range" for these properties to achieve a bar that combines excellent manufacturability and overall user properties. All the exemplary compositions provided reduced TFM bars which could be

processed at high rates (e.g., 300 bars per minute) and had acceptable in-use properties for mass market applications.

Table 1. Composition and physical properties of Examples 1-6

INGREDIENTS		E1 (E1)	E2 (E2)	E3 (E3)	E4 (E4)	E5 (E5)	E6 (E12)
		Wt% based on total bar composition					
Fat Charge Vegetable (PO/POS/PKO or PO/POS/CNO) See note A		40/40/20	-	50/30/ 20	30/50/ 20	-	40/40/ 20
Fat Charge Non-vegetable (TLW/SBO/PKO or TLW/SBO/CNO) See note B		-	72/8/ 20	-	-	75/5/ 20	-
Anhydrous soap (see below)		55.2	55.2	54.2	52.2	53.2	52.2
Synthetic detergent		-	-	-	3	-	3
Glycerin		10	10	10	10	6	14
Native starch		10	15	10	5	18	6
Talc		5	-				5
Calcium carbonate		-	-	5			
Sodium sulfate		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Fatty acid		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Minors (preservatives, NaCl, dyes and pigments, impurities)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Water		16	16	17	16	19	16
PHYSICAL PROPERTIES	Ideal Range						
Hardness @40°C (kg)	3.0-5.0	4.9	4.6	5.0	4.2	4.1	4.6
Yield stress @40°C (kPa)	350	851	851	900	700	630	640
Extrusion Throughput	High	High	High	High	High	High	High
Bar Slip Subjective (note C)	Slippery (S)	S	S	S	S	SD	S
Cracking level (0-5)	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1
Rate of wear (%)	<35	29	30	35	33	29	33
Mush Objective(g/50cm ²)	<16	17	15	16	15	14	14
Mush Subjective	Low-Medium	L-M	L	M	L	L	L

Abbreviations

Note A: PO stand for Palm Oil, POS stands for Palm Oil Stearine, PKO stands for Palm Kern Oil, CNO stands for Coconut Oil, TLW stands for Tallow and SBO stand for Soybean Oil.

5

Note B: Slippery (S), Slightly Draggy (SD), Draggy (D),

All the samples were manufactured using SWING soap noodles IV 39, which means SWING vegetable soap noodles made with PO/POS/PKO in the fat charge ratio of 40/40/20 and SWING non-vegetable soap noodles made with tallow/Soybean oil/PKO in the fat charge ratio of 72/8/20.

10

Other levels of PKO could be used.

15

140

Comparative Examples 1-8

These comparative examples illustrates the criticality of the levels of polyol, starch and inorganic particulate material employed in the bar composition.

5

The compositions of comparative examples C1-C8 are given in Table 2. The compositions were prepared and processed into bars according to the procedures described under Examples 1-6.

10

Although some composition could be formed into bars by extrusion at low throughputs, none of the compositions were acceptable for high speed extrusion and stamping.

15

Bars having greater than about 14% polyol were very soft, had a high rate of wear and produced excessive mush during use. In contrast, bars having high levels of starch without polyol or insoluble particulates without starch were brittle, were more difficult to process, exhibited a high rate of wear and were perceived to have a very draggy bar feel in use which was not well liked by consumers.

20

The comparative examples C1-C8 were difficult to process into bars either because the material was too soft or not sufficiently plastic. Although bars could be produced at low rates of extrusion and stamping in some cases, the bars had inferior user properties. Example C*8 was not acceptable even though the polyol and starch levels were in the range recited in Claim 1. These results demonstrate that all possible combinations within the broad ranges recited do not produce acceptable bars meeting the limitations recited in claim 1.

25

12/1

Table 2. Compositions of comparative example C1-C7

INGREDIENTS		C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C*8
		Wt% based on total bar composition							
Anhydrous soap		49.2	42.3	59.2	46.2	54.2	53.2	53.7	54.2
Synthetic detergent									
Glycerin		10	6	5	15	15	15	15	12
Native starch		3	30	0	10	10	10	5	10
Talc		5	0	15	5	0	0	5	0
Calcium carbonate		8	0						
Sodium sulfate		1.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Fatty acid		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0.5
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Minors (preservatives, NaCl, dyes and pigments, impurities)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.6	1.5
Water		20	17	17	20	18	18	18	20
PHYSICAL PROPERTIES		Ideal Range							
Hardness @40°C (kg)	3.0-5.0	2.0	4	3.0	NP	NP	2.65	2.0	2.5
Yield stress @40°C (kPa)	>350	230	700	320	NP	NP	300	380	390
Extrusion Throughput	High	V. Low	Med	Low	NP	NP	Low	Low	Low
Bar Slip Subjective ^a	Slippery (S)	S	VD	D	NP	NP	S	S	S
Cracking level (0-5)	0-1	2	2	2	NP	NP	2	2	2
Rate of wear (%)	<35	32	48	43	NP	NP	36	37	40
Mush Objective(g/50cm ²)	<16	14.5	17	26	NP	NP	21.4	22.0	24.8
Mush Subjective	Low-Medium	H	H	H	NP	NP	H	H	H

a) Descriptors – Slippery (S), Slightly Draggy (SD), Draggy (D)

Example 7-10

These examples illustrate the advantageous use of bar slip modifiers.

5 The compositions of examples E7 - E10 are given in Table 3. The compositions were made according to the procedure described under examples 1-6.

 Compositions E7 and E9 yielded bars that could be processed and stamped at high speeds and which had good overall user properties except in the area of bar slip.
10 E7 and E9 bars were perceived by a consumer panel to be "slightly draggy" and draggy respectively when used in a shower, i.e., the wet bars exhibited a higher than preferred friction when rubbed against the wet skin. Surprisingly, when very low levels of the slip modifiers (POLYOX WSR 301) were incorporated in the compositions the bar friction was reduced and the bars were perceived as slippery. Also surprising is the fact that
15 this change in friction did not affect any of the other physical properties characteristic of the bar.

Table 3. Compositions of Examples E7 - E10

INGREDIENTS		E7 (E5)	E8 (E7)	E9 (E6)	E10 (E8)
		Wt%			
Anhydrous soap		53.2	53.05	50.2	50.0
Synthetic detergent		-	-	-	
Bar Slip Modifier (POLYOX WSR 301)		0	0.15	0	0.2
Glycerin		6	6	5	5
Native starch		18	18	25	25
Talc					
Calcium carbonate					
Sodium sulfate		0.5	0.5	0.5	0.5
Fatty acid		0.5	0.5	0.5	0.5
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3
Minors (preservatives, NaCl, dyes and pigments, impurities)		1.5	1.5	1.5	1.5
Water		19	19	16	16
PHYSICAL PROPERTIES	Ideal Range				
Hardness @40°C (kg)	3.0-5.0	4.1	4.1	4.5	4.5
Yield stress @40°C (kPa)	>350	630	630	680	680
Extrusion Throughput	High	H	H	H	H
Bar Slip Subjective ^a	Slippery (S)	Slightly Draggy	Slippery	Draggy	Slippery
Cracking level (0-5)	0-1	0-1	0-1	0-1	0-1
Rate of wear (%)	<35	29	29	31	31
Mush Objective(g/50cm ²)	<16	14	14	13	13
Mush Subjective	Low-Medium	Low	Low	Low	Low

a) Descriptors – Slippery (S), Slightly Draggy (SD), Draggy (D)

Example 11-12 and Comparative Examples 9-11

These examples illustrate the criticalities of the levels of hardening electrolytes (e.g., sodium sulfate) and plasticizing fatty acid on the processability and quality of the
5 bar.

The compositions of examples E11-E12 and comparative examples C9-C11 are given in Table 4. The compositions were prepared and processed into bars according to the procedures described under Examples 1-6.

10 Compositions E11 and E12 yielded the best bars in terms of high-throughput extrusion and stamping and overall user properties.

In contrast, bars made from comparative compositions C9 and C10 having 1%
15 sodium sulfate exhibited excessive cracking while bar made from composition C11 and C12 having levels of 2% fatty acid (and higher) were too soft for high speed extrusion and exhibited excessive mush.

145

Table 4. Compositions of examples E11-E12 and comparative examples C9-C11

INGREDIENTS		E11	E12	C9	C10	C11	C12
Wt %							
Anhydrous soap		54.9	54.2	53.2	51.2	52.2	49.7
Synthetic detergent							
Glycerin		6	10	10	6	10	6
Native starch		14	10	10	14	10	14
Talc		5	5	5	5	5	5
Calcium carbonate							
Sodium sulfate		0.5	0.5	1	1	0	0.5
Fatty acid		0.8	0	0	0	2	2
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Minors (preservatives, NaCl, dyes and pigments, impurities)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Water		16	16.6	18	20	10	20
PHYSICAL PROPERTIES	Ideal Value						
Hardness @40°C (kg)	3.0-5.0	4.7	6.3	5.8	4.7	4.7	4.6
Yield stress @40°C (kPa)	>350	710	1100	610	740	740	1000
Extrusion Throughput	High	High	High	High	Low	Low	High
Bar Slip Subjective ^a	Slippery (S)	S	S	S	S	S	S
Cracking level (0-5)	0-1	0	4	5	3	3	4
Rate of wear (%)	<35	30	26	32	25	25	38
Mush Objective(g/50cm ²)	<16	14	14	10	16	16	17
Mush Subjective	Low-Medium	Low	Low	Low	High	High	High

a) Descriptors – Slippery (S), Slightly Draggy (SD), Draggy (D)

Example 13-18

These examples illustrate the influence of polyol to starch ratio.

5 The compositions of examples E13 – E18 are given in Table 5. The compositions were prepared and processed into bars according to the procedures described under Examples 1-6.

10 Although all the compositions could be formed into bars at high rates production, compositions E18 yielded a bar that was excessively draggy and was less preferred by consumers. It is preferable to maintain the polyol to starch ratio below 1:4, more preferably below 1:3, more preferably between 1:1 and 1:2.5.

15

20

147

Table 5. Compositions of examples E12-E15 and comparative examples C16

INGREDIENTS		E13	E14	E15	E16	E17	E18
Anhydrous soap		55.2	54.9	53.2	56.4	49.7	53.9
Synthetic detergent							
Glycerin		10	6	6	7.6	6	6
Native starch		10	14	18	13	17.5	24
Talc		5	5		2	5	
Calcium carbonate							
Sodium sulfate		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Fatty acid		0.5	0.8	0.5	0.5	0.5	0.5
Polyol/Starch Ratio		1:1	1:2.3	1:3	1:1.7	1:2.9	1:4
Perfume		1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
Minors (preservatives, NaCl, dyes and pigments, impurities)		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Water		16	16	19	17.2	18	16
Hardness @40°C (kg)	3.0-5.0	4.9	4.6	4.8	4.4	4.7	4.5
Yield stress @40°C (Pa)	>35	850	700	790	650	770	680
Extrusion Throughput	High	H	H	H	H	H	H
Bar Slip Subjective ^a	Slippery (S)	S	S	S	S	S	D
Cracking level (0-5)	0-1	1	1	1	2	0	0-1
Rate of wear (%)	<35	29	34	29	30	30	31
Mush Objective(g/50cm ²)	<16	16	14.7	14	14	13	13
Mush Subjective	Low-Medium	M	M	M	M	M	L

a) descriptors – Slippery (S), Slightly Draggy (SD), Draggy (D)

148

Example 25

Especially preferred personal washing bars are extruded bar consisting of the ingredients listed in Table 5 with the constraints that: i) the sum of the ingredients
5 can not exceed 100% so that all or some of the individual ingredients can not be simultaneously present at their maximum levels; ii) the sum of the weights of the polyol, starch and inorganic particles comprises at least about 20% but no more than 30% of the bar by weight; and iii) the composition is both sufficiently hard and
10 pliable that it can be formed into bars at high production rates (the composition is an extrudable mass having a yield stress between 350 and 2000 kPa measured at a temperature of 40° C); and iv) the finished bars have physical properties close to the ideal values as set forth in preceding tables.

Table 7: Highly preferred bar compositions

Ingredient	Wt%	Preferred types
Soaps	45-55	Na, K, TEA soaps 90/10 to 60/40 "Stearics"/"Laurics"
Structuring system	20-30	5% to 12% polyol (glycerol and/or sorbitol) 7% to 24% starch (natural, pre-gelled, modified) 0-10% insoluble particles (talc, calcium carbonate, clays, aluminates, silicates, polysaccharides, polymers, insoluble soaps) (% by weight of total composition)
Water a - in freshly made bar	13-20% ^a	preferably less than 20%, more preferably between about 15% and 18%
Added soluble salt	0.4 to 0.8	sodium and/or potassium sulfates, carbonates, citrates, phosphates and isethionates
Fatty acids	0-1.0	C ₈ -C ₂₂ fatty acids - C _{12/14} preferred
Bar slip modifiers	0-1	Petrolatum, lanoline, waxes, silicones, polyethylene oxides and high molecular weight polyethylene oxides and mixtures thereof. High molecular weight water soluble polyethylene oxide resins such as WSR N-301 (molecular weight 4,000,000) are effective at relatively low concentrations.
Syndets	0-8	alkyl and alkylethoxy sulfates, alpha olefin sulfonates, acyl isethionates
Saponification/ neutralization electrolytes	0-2	NaCl, KCl
Adjuvants	0-5	perfumes, colorants, pigments (TiO ₂), preservatives, opacifiers
Skin benefit agents	0-5	especially: antimicrobials, vitamins, essential oils, plant extracts, emollients, and moisturizers

CLAIMS

1. An extruded and stamped personal washing bar comprising:

5 a) 45% to 60% of fatty acid soap;

b) from 0.3% to less than 1.5% of one or more added soluble salts comprising a monovalent cation;

c) less than 5.0% of a fatty acid; and

d) a structuring system comprising:

10 i) from 5.0% to 14% of a polyol selected from the group consisting of glycerol, sorbitol and their mixtures,

ii) from 6% to 25% of a starch, and

iii) 0 to 10% of water insoluble particles,

15 wherein the sum of the weights of the polyol, starch and inorganic particles

comprises at least 20% but no more than 30% of the bar by weight; and

wherein the bar composition is an extrudable mass having a yield stress between 350 and 2000 kPa measured at a temperature of 40° C.

20 2. The composition according to claim 1 wherein the fatty acid soaps are derived from triglycerides selected from the group consisting of tallow, coconut oil, palm oil, palm kernel oil, palm stearin, babasu oil, soybean oil, sunflower oil, crude soybean oil and mixtures thereof.

25 3. The composition according to claim 1 wherein the polyol comprises from 6% to 10% by weight of the bar

4. The composition according to claim 1 wherein the starch comprises from 10% to 20% by weight of the bar.

5. The composition according to claim 1 wherein the starch comprises from 10% to 15% by weight of the bar
6. The composition according to claim 1 wherein the starch is a natural starch, a pre-gelatinized starch, a chemically modified starch or mixtures thereof.
7. The composition according to claim 1 wherein the water insoluble particles comprise from 5% to 8% based on the total weight of the bar.
8. The composition according to claim 1 wherein the water insoluble particles are inorganic particles selected from the group consisting of carbonates, sulfates, silicates, clays, aluminates, phosphates, talc, and mixtures thereof.
9. The composition according to claim 1 wherein the water insoluble particles are organic particles selected from the group consisting of polysaccharides, synthetic polymers, insoluble soaps, and mixtures thereof.
10. The composition according to claim 1 wherein the sum of the weights of the polyol, starch and insoluble particles comprise from 25% to 30% of the bar by weight.
11. The composition according to claim 1 wherein the added water soluble salt is a potassium and/or sodium salt selected from the group consisting of sulfates, carbonates, phosphates, citrates, sulfosuccinates, isethionates, and mixtures thereof.
12. The composition according to claim 1 wherein the added water soluble salt is sodium sulfate, sodium carbonate or their mixtures and is present at a level of at least 0.3% but less than 1.0% by weight of the composition.

152

13. The composition according to claim 1 wherein the one or more water soluble salt is present at a level of at least 0.3% but less than 0.80% based on the total weight of the bar composition.

5 14. The composition according to claim 1 wherein the fatty acid is present at a level of at least 0.3% but no more than 2.0% based on the total weight of the bar.

15. The composition according to claim 10 wherein the fatty acid has 12 to 22 carbon atoms and has a melting point below 50° C.

10

16. The composition according to claim 1 further comprising a synthetic surfactant.

17. The composition according to claim 12 wherein the synthetic surfactant is selected from the group consisting of primary alcohol sulfates, alpha olefin sulfonates, acyl isethionates and mixtures thereof.

15

18. The composition according to claim 1 further comprising from 0.05 to 1% of a slip modifier.

20 19. The composition according to claim 18 wherein the slip modifier is selected from the group consisting of petrolatum, waxes, lanolines, polyalkanes, polyalkenes, high molecular weight polyethylene oxide resins, silicones, poly ethylene glycols and mixtures thereof.

25 20. The composition according to claim 18 wherein the slip modifier is a water soluble polyethylene oxide resin having a molecular weight of at least 80,000 Daltons.

21. The composition according to claim 1 wherein the weight ratio of polyol to starch is in the range from 1:1 to 1:4.

30

22. The composition according to claim 1 wherein the weight ratio of polyol to starch is in the range from 1:1 to 1:2.5.

23. The composition according to claim 1 wherein the composition immediately after processing contains no more than 20% water by weight of composition.

24. The composition according to claim 1 wherein the composition immediately after processing contains between 14% and 19% water.

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

5 An extruded and stamped personal washing bar comprising:

a) 45% to 60% of a fatty acid soap;

b) from 0.3% to less than 1.5% of one or more added soluble salts of monovalent cations;

c) less than 5.0% of a fatty acid; and

10 d) a structuring system comprising:

i) from 5.0% to 14% of a polyol selected from the group consisting of glycerol, sorbitol and their mixtures,

ii) from 6% to 25% of a starch, and

iii) 0 to 10% of water insoluble particles,

15

wherein the sum of the weights of the polyol, starch and inorganic particles comprises at least about 20% but no more than 30% of the bar by weight; and wherein the bar composition is an extrudable mass having a yield stress between 350 and 2000 kPa measured at a temperature of 40° C.

20

25

156



Fecha: 2008-05-30 16:09:40 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 2 PATIENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Fotos: 155

PATENTE DE INVENCION [X]

MODELO DE UTILIDAD []

- | | |
|---|---------|
| ◆ Indicación de que se solicita la concesión de una patente | [X] 1 |
| ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud | [X] 1 |
| ◆ Descripción de la invención | [] . |
| ◆ Dibujos de ser estos pertinentes | [] |
| ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas | [X] 2.3 |

COMPLETA [X]

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 incorpora el diseño | [] |
| ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas | [] |

COMPLETA []

INCOMPLETA []

ESQUEMA DE TRAZADO []

- | | |
|---|-----|
| ◆ Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de Trazado I | [] |
| ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud | [] |
| ◆ Representación gráfica del esquema trazado | [] |
| ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas | [] |

COMPLETA []

INCOMPLETA []

Eden Navarro

Firma Responsabile

Fecha 30-05-08

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5, 7 y 10
Commutador: 3 82 08 40
Fax: 350 52 20
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

137

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
LLOREDA RICAURTE ALICIA
Apoderado(a) y/o Representante de
UNILEVER N. V.

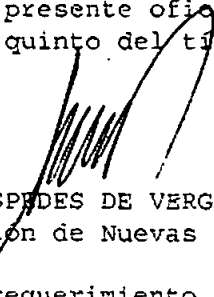
REFERENCIA Radicación No. 08 55475
 Trámite 2
 Evento 1
 Actuación 430
 Oficio No. **Nº 8 5 4 8**

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica que:

1. Debe allegar copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente otorgado por el(los) inventor(s) al(los) solicitante(s) o a su(s) causante(s) (art. 26-k, Dec 486/2000).

En cumplimiento del artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos (2) 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 Unica No.10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha 03 JUL. 2008
jfernand