



No. 14-175742- -00008-0000

Fecha: 2016-04-29 12:00:51 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 523 RESPUESTA Folios: 70

Doctor

JOSE LUIS SALAZAR LÓPEZ

Director Nuevas Creaciones

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO -SIC-

E.

S.

D.

Referencia: **Solicitud de patente de invención No. 14-175742**

Solicitantes: Paola Andrea Lanziano Alonso, Diana María Orjuela Martínez y
Laura Yiseth Ariza Marroquín

Título de la invención: Composición de limpieza que contiene surfactantes y
humectantes no derivados de fuentes petroquímicas y método de preparación de
la misma

RESPUESTA AL EXAMEN DE FONDO NOTIFICADO POR FIJACIÓN EN LISTA NO. 51

OFICIO NO. 15159

Paola Andrea Lanziano Alonso, mayor de edad, domiciliada en Bogotá D.C., identificada con la cédula de ciudadanía No. 53.070.505, como solicitante e inventora de la solicitud de patente de invención mencionada en la referencia, me dirijo a usted con el fin de dar respuesta al examen de fondo dentro del término de prórroga oportunamente solicitado.

Se solicita reconsideración de las objeciones y deficiencias señaladas con base en los siguientes argumentos y modificaciones:

1. OBJETO DE LA INVENCION

El Examinador plantea:

*"El **problema** planteado en esta solicitud consiste en la necesidad la necesidad de suministrar una composición para limpieza con menor potencial de irritación, que humecte el cuero cabelludo y que mantenga las propiedades de espumación y limpieza. Para resolver este problema técnico la solicitud en estudio proporciona una composición limpiadora que contiene un humectante y una mezcla de surfactantes aniónicos y no iónico."*

Considero que el **problema** a resolver por la presente invención según lo plantea el Examinador es correcto, sin embargo, la **solución** que interpreta el Examinador no es correcta. El problema es correcto en cuanto a que el objeto de la invención si es suministrar una

composición para limpieza con menor potencial de irritación, que humecte el cuero cabelludo y que mantenga las propiedades de espumación y limpieza; sin embargo, la **solución** a ese problema debe plantearse no solamente como una composición limpiadora que contiene un humectante y una mezcla de surfactantes aniónicos y no iónicos, sino que esta composición debe además **utilizar materias primas derivadas de fuentes naturales y no petroquímicas**.

Entonces, la invención propone una composición de limpieza que se diferencia de las composiciones del estado de la técnica en que sus materias primas se obtienen a partir de fuentes naturales, en contraposición con las materias primas derivadas de la industria petroquímica que comúnmente se han utilizado para estas composiciones.

Por lo tanto, el problema técnico que resuelve este invento es ofrecer al consumidor una composición para limpieza elaborada a partir de **ingredientes derivados de fuentes naturales renovables**, que no irrite el cuero cabelludo del usuario y lo humecte, sin sacrificar las propiedades de generar espuma, limpieza y estabilidad, exigidas por el mercado. Reiteramos que las composiciones comunes anteriores a la invención ofrecen espumación, limpieza y estabilidad, pero utilizan derivados de fuentes petroquímicas no renovables y no son completamente biodegradables; por lo tanto, no garantizan la no irritabilidad del cuero cabelludo de los usuarios.

Para dar mayor énfasis a la importancia de que las materias primas utilizadas en esta invención son derivadas de fuentes naturales, presento con esta respuesta una descripción modificada de la invención, en donde se aclara que las fuentes naturales utilizadas en la obtención de las materias primas de la composición son: caña, palmiste, palma, maíz, coco, mandioca, almendra, entre otros recursos bio-renovables procedentes de material animal, vegetal o marino. Como sustento a esta modificación presento un Anexo 01 denominado catálogos, artículos y certificaciones que demuestran el origen natural de las materias primas utilizadas en la obtención de la composición de la invención.

2. DE LA SOLICITUD DE PATENTE – REIVINDICACIONES

El Examinador presenta los siguientes comentarios a las reivindicaciones:

“El escrito radicado mediante el No 14-175742-00004-0000 presenta un segundo capítulo reivindicatorio que le resta claridad al escrito, a pesar que el propósito de éste sea mostrar los cambios realizados; se sugiere eliminarlo y presentar un capítulo reivindicatorio que incluya cláusulas claras y concisas de acuerdo al sustento desarrollado en el capítulo descriptivo.

Las reivindicaciones 1-17 y 24-25 no son claras porque definen a través de su clasificación química u origen a los ingredientes de formulación mediante los términos “derivados de fuentes

naturales”, “alquil sulfatos”, “alquil éter sulfatos”, “N-coco acil derivados de aminoácidos”, “surfactante no iónico”, “surfactante aniónico”, “humectante”, “derivado natural”, “grasas” y “aceite naturales”, se recuerda que los ingredientes se deben definir en términos de su nombre común y proporciones específicas de acuerdo a la mejor manera conocida por la solicitante para desarrollar la invención, es decir que se encuentre sustento dentro del capítulo descriptivo; se sugiere hacer las aclaraciones necesarias.

La reivindicación 25 no es clara porque define al método en términos de la composición, se recuerda que los métodos se deben definir en términos de una serie de etapas lógicas, ordenadas y secuenciales que incluyan las condiciones, parámetros e ingredientes, se sugiere hacer las aclaraciones necesarias.

Las reivindicaciones 1-25 no son concisas porque las definiciones de los ingredientes y sus proporciones son generales, se sugiere restringir la solicitud a una razonable generalización de los ingredientes y proporciones probadas, es decir, que se encuentren sustentadas, eliminando de las cláusulas aquellos elementos no sustentados de acuerdo con lo presentado en la tabla No 1.”

En respuesta a las observaciones del Examinador, presento los siguientes comentarios:

a. Como respuesta al presente examen se modificarán las reivindicaciones, pero en atención a la sugerencia del Examinador, sólo se presentarán las nuevas reivindicaciones en su versión en limpio, y no el documento con los cambios resaltados.

b. Para atender a la observación del Examinador dirigida a la falta de claridad de las reivindicaciones, se presenta un capítulo reivindicatorio modificado en donde:

- Los términos “derivados de fuentes naturales”, “surfactante no iónico”, “surfactante aniónico”, “humectante”, “derivado natural”, “grasas” y “aceite naturales”, fueron eliminados y reemplazados por términos más concretos, desistiendo de esta manera de la reivindicación 24;
- El término “alquil sulfatos” fue definido para explicar que los alquil sulfatos de la invención son: lauril sulfato de sodio, cocoil sulfato de sodio y cetearil sulfato de sodio; o mezclas de los mismos; eliminando entonces la reivindicación 12;
- El término “alquil éter sulfatos” fue definido para explicar que los alquil éter sulfatos de la invención son: lauril éter sulfato de sodio y lauril éter sulfato de magnesio; o mezclas de los mismos; eliminando entonces la reivindicación 14;
- El término “N-coco acil derivados de aminoácidos” fue definido para explicar que los N-coco acil derivados de aminoácidos de la invención son: cocoilo glutamato de sodio y sus mezclas, cocoilo glicinato de sodio y sus mezclas, cocoilo isotionato de sodio y sus mezclas; o mezclas de los mismos; eliminando entonces la reivindicación 16.

c. Para atender a la observación del Examinador dirigida a la reivindicación 25, se ha eliminado la descripción de la composición y se ha dejado solamente lo referente a los pasos y etapas del método.

d. En respuesta a la observación de concisión, se propone una nueva reivindicación 1 en donde los rangos de los ingredientes corresponden a aquellos que han sido probados en los ejemplos así:

- El rango para la mezcla de surfactantes aniónicos pasa de 4% a 20% a 8% a 14%; eliminando entonces la reivindicación 2.
- El rango para la mezcla de alquil sulfatos (A.1.) queda de 4,6% a 7,5% en peso; eliminando entonces las reivindicaciones 6 y 7.
- El rango para la mezcla de alquil éter sulfatos (A.2.) queda de 3% a 5% en peso; eliminando entonces las reivindicaciones 8 y 9.
- El rango para los N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos (A.3.) queda de 0.6% a 1% en peso; eliminando entonces las reivindicaciones 10 y 11.
- El rango para el alquil lactil lactato queda de 0,06% a 0,3% tal y como se radicó originalmente, dado que en los ejemplos suministrados se demuestra este rango y en pruebas realizadas en laboratorio se concluyó que la presencia de alquil lactil lactato en la composición puede ser de hasta 1%;
- El rango para los N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos (A.3.) queda de 0.6% a 1% en peso; eliminando entonces las reivindicaciones 10 y 11;
- El rango para una mezcla de xilitol (C.1.), xilitol anhídrico (C.2.) y xilitol glucósido (C.3.) pasa de 0,3% a 1,5% a 0,6 a 1%; eliminando de esta forma la reivindicación 4; y
- El rango para el liposoma pasa de 0,01% a 1,0% a 0,05% a 0,3%; eliminando de esta forma la reivindicación 5.

Se presenta en el Anexo 02 un ensayo en donde se hacen pruebas a través de un modelo de diseño de experimentos Taguchi, para demostrar que los rangos considerados para la composición propuesta cumplieran con los parámetros esperados para dicha composición.

En particular, se encontró que para la variable espuma de la composición resultante, hay una influencia de algunos componentes que hacen que la espuma varíe dentro de un rango que se considera aceptable para la mezcla propuesta (Ver gráfica 1 del punto 5.1. del Anexo 02).

De igual forma, se hizo el análisis para la variable pH, encontrando que la materia prima lactato de lauril lactilo es quien tiene la mayor influencia sobre este parámetro, no obstante, el rango alcanzado por dicha composición, está dentro del rango permitido para la misma, considerando todas las variaciones de las demás materias primas.

Finalmente, en el ensayo del Anexo 02 sección 5.3 se exponen los resultados para la variable

número Zein, que en todos los casos muestra una disminución significativa del número Zein con respecto al de las materias primas independientes, como el lauril sulfato de sodio y lauril éter sulfato de sodio, que tiene número de Zein mayores a 400 (I. Pezron¹, 1996).

En conclusión, el ensayo contenido en el Anexo 02 demuestra que las mezclas consideradas y los rangos establecidos, logran disminuir el número de Zein presentando un poder de irritación menor en todos los casos y también se logró demostrar la influencia de todas las materias primas de la composición en los resultados de los parámetros de la invención.

3. DETERMINACIÓN DEL ESTADO DE LA TECNICA

El Examinador indica que el nivel inventivo de las reivindicaciones de la presente solicitud está afectado por las siguientes publicaciones:

Ítem	Documento	Título	Fecha de Publicación
D4	US20090200511	"Alkyl lactyllactates and processes of making the same"	13/Agosto/2009
D5	US20050197263	"Rehydratable personal care compositions"	08/Septiembre/2005
D6	Stepan	"Pearlescent shampoo"	2010

El Examinador presenta el siguiente cuadro comparativo para fundamentar la supuesta falta de nivel inventivo de la invención con respecto a la reivindicación N° 1 y sus dependientes:

"Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D4	D5
Composición de limpieza que compren de:	Composición de limpieza tipo shampoo o acondicionador de cabello que comprende: (Págs. 20-21, Ejs.33-34)	Composición para el cuidado personal que comprende: (Pág. 3, Ej. 3)
Mezcla de surfactantes aniónicos (A) (4%-20%) -(A1): Alquil sulfatos -(A2): Alquil éter sulfatos -(A3): N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos	Sodio lauril sulfato 6% Lauril lactil lactato (0,01%-15%) También sugiere que el lauril lactil lactato se combina con Sodio lauril éter sulfato 14% y Coco sulfato de sodio combinados con (Pág. 7, [Párr. 0072]; Pág. 15, Tabla. 2 y Págs. 20-21, Ejs.33-34)	Cocamidopropil betaina Sulfato lauril éter de sodio Cocoil glutamato de sodio 1% (Pág. 3, Ej. 3)
(B)Surfactante no iónico (0,06%-0,3%) seleccionado de alquil lactil lactato		

¹ I. Pezron1, L. G. (1996). Surface Interaction between a Protein Monolayer and Surfactants and Its Correlation with Skin Irritation by Surfactants. Journal of Colloid and interface science (180), 285-289.

(C)Mezcla Humectante (0,3%-1,5%) (C1): Xilitol (C2): Xilitol anhidro (C3): Xilitol glucósido	Glicerina (Págs. 20-21, Ejs.33-34)	Propileno glicol 9,9% (Pág. 3, Ej. 3)
(D)Liposoma (0,01%-1%) mezcla de grasas y aceites derivados	Alcohol cetílico 3% (Pág. 20, Ej. 33)	No menciona

El documento D4 se considera el estado de la técnica cercano a la invención definida en la reivindicación 1 porque divulga composiciones para el cuidado del cabello que comprenden un sistema tensioactivo conformado por sodio lauril sulfato y lauril lactil lactato, donde éste último ingrediente produce espuma y remueve partículas de la piel y cabello, mejorando la suavidad y la humedad de la piel ya que no induce irritación y resequedad (Resumen; Figs.5-6 y Pág. 8, [0080]).

Las diferencias entre la composición, definida en la reivindicación 1 y la composición revelada en el documento D4 consisten en que la composición reclamada incluye un agente humectante derivado de xilitol (0,3%-1,5%), una mezcla de grasas y un sistema tensioactivo está conformado por compuestos derivados de: alquil-éter-sulfato, alquil sulfatos y N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos.

El efecto que logra el incluir dentro de la composición de limpieza reclamada un humectante derivado de xilitol, una mezcla grasa y un sistema tensioactivo conformado por compuestos derivados de: alquil-éter-sulfato, alquil sulfatos y N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos, consiste en que disminuye la irritación y se mantienen los niveles de espuma dentro de los rangos establecidos para las composiciones para la limpieza y cuidado del cabello. Sin embargo, la solicitante define tres composiciones (Tabla 10) en donde se evidencia que el efecto técnico reclamado no está asociado al liposoma, ni a los surfactantes aniónicos, ni al humectante, sino por el contrario está asociado al tensioactivo lauril lactil lactato.

Por lo tanto, el problema técnico objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: "cómo proporcionar composiciones para la limpieza que comprendan un tensioactivo no iónico que no ocasionen resequedad e irritación en el cabello".

Sin embargo, la inclusión de un tensioactivo N-coco acil derivado de aminoácidos ácidos en composiciones para la limpieza del cabello está divulgado en el documento D5 que enseña composiciones para el cuidado personal de la piel y cabello que comprenden un sistema tensioactivo conformado por cocamidopropil betaina, sulfato lauril éter de sodio y cocoil glutamato de sodio.

Además, es parte del conocimiento de la persona normalmente versada en la materia que el xilitol es empleado en composiciones para cosmética y para el baño como humectante, de

acuerdo con lo divulgado en el documento “Handbook of pharmaceutical excipients” (4)

En consecuencia, la persona del oficio normalmente versada en la materia, incluiría al tensioactivo cocoil glutamato de sodio en la composición revelada en el documento D4 de acuerdo con lo divulgado en el documento D5, para llegar así al objeto de la reivindicación 1 de la solicitud. Por lo cual se considera obvia.

Puesto que las reivindicaciones dependientes 2-24 no mencionan características inventivas adicionales, tampoco se pueden considerar inventivas.

La reivindicación 25 consiste en “Un método de preparación de la composición de limpieza que contiene una mezcla de surfactantes aniónicos (A) derivados de fuentes naturales, (...)”.

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D4	D6
Método de preparación que comprende los siguientes pasos:	Método de preparación de un shampoo que comprende los pasos de:	Preparación de shampoo que comprende los siguientes pasos:
i.mezclar agua y los alquil sufatos (A.1) y alquil éter sulfatos (A.2)	Adicionar y mezclar en agua los tensioactivos derivados de alquil sufatos y alquil éter sulfatos, luego agregar el lauril lactil lactato. Posteriormente, agregar el humectante Ajustar pH (5.5-6.5) (Pág. 21, Ej.34)	Mezclar en agua los tensioactivos y adicionar el ácidograso y el humectante.
ii. Luego adicionar a la mezcla anterior los N-coco acil derivados de aminoácidos (A.3)		Ajustar pH (5,8-6,5%)
iii. Ajustar pH (5-7)		
iv. Luego adicionar a la mezcla el alquil lactil lactato (B) homogenizar		
v. Adicionar al liposoma (D) y los humectantes (C) a la mezcla		

El documento D4 se considera el estado de la técnica cercano a la invención definida en la reivindicación 25 porque divulga métodos de preparación de composiciones para el cuidado del cabello que comprenden un sistema tensioactivo conformado por sodio lauril sulfato y lauril lactil lactato, donde éste último ingrediente produce espuma y remueve partículas de la piel y cabello, mejorando la suavidad y la humedad de la piel ya que no induce irritación y resequedad (Resumen; Figs.5-6 y Pág. 8, [0080]).

Las diferencias entre el método, definido en la reivindicación 25 y el método revelado en el documento D4 consiste en que el método reclamado incluye una etapa final de adición del agente graso y el humectante, mientras que el método revelado en el documento D4 incluye la

adición de los mencionados ingredientes dentro de una etapa intermedia del proceso.

No se evidencia efecto técnico asociado a la diferencia expuesta.

Por lo tanto, el problema técnico objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: "cómo proporcionar métodos de preparación alternativos de una composición para el cabello a partir de los métodos revelados en el documento D4.

Sin embargo, el documento D6 revela un método de preparación de un shampoo para el cabello que incluye una etapa final de adición del agente graso y del humectante.

En consecuencia, la persona del oficio normalmente versada en la materia, incluiría una etapa final de adición del agente graso y del humectante en el procedimiento revelado en el documento D4 de acuerdo con lo divulgado en el documento D6, para llegar así al objeto de la reivindicación 25 de la solicitud. Por lo cual se considera obvia."

3.1. ARGUMENTOS A FAVOR DEL NIVEL INVENTIVO DE LA INVENCION

3.1.1. Frente a los documentos D4 y D5

El Documento D4 se refiere a una composición de limpieza tipo shampoo o acondicionador de cabello que comprende sodio lauril sulfato 6%, lauril lactil lactato (0,01%-15%), también sugiere que el lauril lactato se combine con sodio lauril éter sulfato 14% y coco sulfato de sodio combinados con glicerina y alcohol cetílico 3%.

El Documento D5 concierne a una composición para el cuidado personal que comprende: Cocamidopropil betaína, Sulfato lauril éter de sodio, Cocoil glutamato de sodio 1% y Propileno glicol 9,9%.

El Examinador considera que el documento D4 presenta diferencia con la presente invención por cuanto cubre "un agente humectante derivado de xilitol (0,3%-1,5%), una mezcla de grasas y un sistema tensioactivo está conformado por compuestos derivados de: alquil-éter-sulfato, alquil sulfatos y N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos".

Además de esta diferencia, hay que resaltar que el documento D4 utiliza materias primas derivadas de fuentes petroquímicas, como es el caso de las betainas (parágrafo 0080) de D4. Se acredita lo anterior con el Anexo 03, el cual muestra en la página 5 que: "para la síntesis de CAPB se utilizan materias primas que provienen de fuentes naturales vegetales como el ácido láurico, fuentes minerales, así como por fuentes petroquímicas como metano y propileno e hidrocarburos combustibles como carbón coque". Por lo tanto, el uso de cocoamidopropil betainas va en contravía con el objeto de la presente invención que consiste en una

composición para limpieza elaborada a partir de fuentes naturales renovables, que no irrite el cuero cabelludo del usuario y lo humecte, sin sacrificar las propiedades de generar espuma, limpieza y estabilidad exigidas por el mercado.

De otro lado, el Examinador señala que el efecto que logra incluir la invención reclamada consiste en que disminuye la irritación y se mantienen los niveles de espuma dentro de los rangos establecidos para las composiciones para la limpieza y cuidado del cabello, pero cuestiona que en la solicitud se definan tres composiciones las cuales evidencian que el efecto técnico no está asociado al liposoma, ni a los surfactantes aniónicos, ni al humectante, sino que está asociado al tensioactivo lauril lactil lactato. A partir de lo anterior, el Examinador deduce que el problema técnico objetivo que busca resolver la presente invención consiste en *"cómo proporcionar composiciones para la limpieza que comprendan un tensioactivo no iónico que no ocasionen resequedad e irritación en el cabello"*, estando afectada por el Documento D5 que divulga la inclusión de un tensioactivo N-coco acil derivado de aminoácidos ácidos en composiciones para la limpieza para el cabello que comprenden un sistema tensioactivo conformado por cocamidopropilbetaina, sulfato lauril éter de sodio y cocoil glutamato de sodio.

En este apartado del requerimiento del Examinador relativo a nivel inventivo, el problema técnico es interpretado así: *"Cómo proporcionar composiciones para la limpieza que comprendan un tensioactivo no iónico que no ocasionen resequedad e irritación en el cabello"*. Nuevamente es incorrecta la interpretación del problema técnico, pues como ya se expuso, el problema técnico que soluciona la invención es **una composición para limpieza elaborada a partir de ingredientes derivados de fuentes naturales renovables**, que no irrite el cuero cabelludo y lo humecte, sin sacrificar las propiedades de generar espuma, limpieza y estabilidad; mientras que el Examinador enfocó el problema técnico únicamente al uso de un tensioactivo no iónico que no ocasionen resequedad e irritación en el cabello, lo cual sería incompleto.

Es importante destacar que en la invención reclamada, su novedad y nivel inventivo radican en que es una composición sinérgica y sus resultados no dependen de sus componentes aisladamente considerados, sino de su interacción en los rangos especificados dentro de la composición vista como un todo. Por lo tanto, el efecto técnico de la invención no está asociado exclusivamente al liposoma, ni a los surfactantes aniónicos, ni al humectante, como bien afirma el Examinador, pero tampoco está asociado exclusivamente al tensioactivo lauril lactil lactato, como lo asume el Examinador.

El objetivo principal de obtener una composición de limpieza que tenga los requerimientos de limpieza y espumación dictados por el mercado, sin utilizar fuentes petroquímicas, se cumple con la presente composición en su totalidad y no es posible afirmar que alguno de sus componentes tiene mayor participación o injerencia en la consecución del resultado de la invención.

Como prueba de lo anterior, se hicieron pruebas que demuestran que cada uno de los componentes reclamados dentro de la composición desempeña un papel decisivo en el cumplimiento de los objetivos señalados. Ver Anexo 04.

El Anexo 04 comprende una serie de ensayos en donde se preparan composiciones de acuerdo con la invención aplicadas a un shampoo por dos caminos, y a la composición final se le realizaron ensayos de pH, viscosidad, espuma y número Zein.

Los caminos evaluados fueron:

- Camino "sin ingredientes" en el cual se preparó la composición quitando en cada experimento uno de los componentes.
- Camino de experimentación "Secuencial" en el cual se prepara la composición adicionando cada una de las materias que lo componen por etapas, simulando el proceso de desarrollo de la composición propuesta.

Como se evidencia en los resultados expuestos en el Anexo 04, cada una de las materias primas que componen la composición expuesta en la solicitud de patente, si tienen un efecto en los parámetros definidos en la misma como pH, viscosidad, espuma y número Zein.

Para el caso de las fórmulas "sin ingredientes" se pudo demostrar que la adición de la materia prima glutamato de sodio cocoilo y sus derivados, si tiene una influencia positiva en la espumación de la fórmula como según se ve en los resultados de la tabla 8 del Anexo 04.

En particular, se comprobó que la espuma de cada uno de los ingredientes por separado es mucho menor que cuando se hacen mezclas, es decir se evidencia que el valor de este parámetro de espumación se logra gracias a la acción sinérgica de los tres surfactantes aniónicos: lauril éter sulfato de sodio, lauril sulfato de sodio y glutamato de sodio cocoilo, es decir hay sinergismo en la mezcla.

En estas mismas fórmulas se pudo demostrar que el ingrediente lactato de lauril lactilo no interfiere en las propiedades de espumación como se sugiere en el examen de la patente, según los resultados de la tabla 6 y 7, por cuanto, cuando este ingrediente no está presente en la mezcla, se genera una mayor espumación. De manera que en los experimentos "secuencia" (Tabla 11) puede verse que realmente la función de este ingrediente en la composición está relacionada con la construcción de viscosidad, estabilidad y reducción del potencial de irritación. Por lo anterior, no es posible asociarle todas las bondades de la composición a solo este ingrediente.

Igualmente para los ingredientes liposoma y xilitol, se pudo demostrar que su función en la composición tiene que ver con la disminución del potencial de irritación de la mezcla, a través

de los resultados expuestos en la tabla 11. Así como en el caso del ingrediente lactato de lauril lactilo, según los resultados de la tabla 6 y 7, estos dos ingredientes no contribuyen a la espumación de la formulación, sino que están relacionados con el potencial de irritación, razón por la cual se incorporan en la composición.

Como se demostró que los ingredientes surfactantes son los responsables de tener un número de Zein mayor, dado a su potencial de irritación, es importante considerar que los demás ingredientes propuestos en la composición (lactato de lauril lactilo, xilitol y sus mezclas y liposoma) ayudan a reducir el potencial de irritación, evidente en la reducción del número Zein.

También puede verse tanto en los resultados de la tabla 11 como 9 del anexo 04, que para lograr este potencial bajo de irritación, también es necesario que la formulación sea estable, con la viscosidad y pH adecuado y un nivel de espumación aceptable. Todo esto se cumple a través de los experimentos propuestos en el Anexo 04 para la composición presentada.

Como resultado de estas pruebas se logró demostrar que, contrario a lo que afirma el Examinador con referencia a que el liposoma no tiene efecto técnico evidenciable, se muestra que el liposoma sí afecta el poder de irritación de la composición resultante, por cuanto cuando la composición no tenía este componente presentaba un poder de irritación mayor comparado con la composición que si lo tiene, como puede verse en la tabla 11 del Anexo 03.

Por lo tanto, queda demostrado que el efecto técnico de la invención no es atribuible únicamente al tensioactivo lauril lactil lactato, sino a la convergencia de cada uno de los componentes dentro de la composición.

Para complementar en este sentido la descripción del invento, se incluye una tabla 3 al final de la descripción, la cual hace un resumen de los resultados alcanzados con los ensayos realizados en el Anexo 04.

De otro lado, señala el Examinador que una persona del oficio normalmente versada en la materia, incluiría en la composición revelada en D4 el tensioactivo cocoil glutamato de sodio (presente en la composición divulgada en D5) para llegar así a la reivindicación 1 de la presente invención.

Ello no es así, por cuanto D5 habla de un sistema tensioactivo conformado por cocamidopropil betaína, sulfato lauril éter de sodio y cocoil glutamato de sodio, y por lo tanto D5 sugeriría un sistema tensioactivo compuesto por estos tres ingredientes en donde uno de éstos, cocamidopropil betaína, no cumpliría con el objetivo fundamental de la presente invención que es lograr el resultado técnico deseado **utilizando materias primas derivadas de fuentes naturales y no petroquímicas**. Ver Anexo 03.

De otra parte, no es viable técnicamente incluir en la composición del documento D4 el sistema tensioactivo del documento D5 y llegar así a la composición de la invención; por cuanto, como se dijo anteriormente, no se llegaría a su objetivo consistente en la no utilización de fuentes petroquímicas, y segundo, es posible que la adición del sistema de tensioactivos de D5 en D4 ocasione una mezcla resultante no homogénea o que no cumpla con las características finales de espumación, que sí cumple la invención reclamada.

Como sustento de la anterior argumentación se anexa un ensayo de laboratorio en donde se hacen las sustituciones que propone el Examinador en su reporte. Ver Anexo 05.

El ensayo comprende tres aspectos:

- Reemplazo del liposoma propuesto por alcohol cetílico sugerido en D4;
- Reemplazo del humectante propuesto por glicerina propuesto en D4; y
- Reemplazo del liposoma y el humectante por alcohol cetílico y glicerina respectivamente según lo propuesto en D4.

Particularmente, el ensayo revelado en el Anexo 05 muestra que;

- Al hacer las sustituciones se encuentra que la sustitución del liposoma con alcohol cetílico afecta negativamente la espuma y la apariencia de la composición propuesta. Según los resultados presentados en la tabla 2 y 6 del Anexo 05, la cantidad de espuma producida es mucho menor a la que presenta la formulación expuesta. Esto puede compararse contra los resultados presentados en el ejemplo tres de la solicitud de patente, donde la cantidad de espuma producida es de 600 ml.
- El ensayo en donde se sustituye el humectante de la composición de la invención con glicerina, mejora la cantidad de espuma producida por la composición propuesta, sin embargo, como se demostró en el informe del Anexo 02, la función del humectante dentro de la formulación propuesta no es mejorar la espuma, sino mejorar el potencial de irritación de la misma, a través de la disminución del número de Zein. De manera que la glicerina no cumple la misma función que el humectante propuesto en la composición expuesta en la solicitud de patente.
- Finalmente, en el último ensayo del Anexo 05 en donde se sustituyen las sugerencias de D4, es decir liposoma por alcohol cetílico y humectante por glicerina, no se logran los volúmenes de espuma esperados en la formulación.

Asimismo, los componentes sugeridos por el Examinador para lograr los parámetros de la formulación no corresponden a los componentes que contiene la formulación sugerida de la presente invención. Para el caso del alcohol cetílico, según la referencia (Ash²), es un alcohol

² (s.f.). En M. a. Ash, Handbook of green chemical (pág. 664). Synapse information resource.

graso que promueve la lubricidad debido a sus cadenas derivadas de grasas de origen vegetal. No obstante, el mayor uso de estos alcoholes grasos es construir viscosidad en formulaciones tipo emulsión y dar un aspecto más cremoso a la misma. De manera que, contrario a lo que aduce el Examinador, este ingrediente no es comparable con un liposoma, puesto que tal y como se evidencia en Kulkami³, el liposoma es un mecanismo de liberación de activos compuesto por una capa de fosfolípidos con carga que permiten la deposición del mismo para lograr la liberación; aunque es cierto que el liposoma expuesto tiene un contenido de alcoholes grasos, también contiene aceites y esteres grasos que proporcionan mayor acondicionamiento y disminuyen (como fue demostrado en el informe del Anexo 05) el potencial de irritación de las formulaciones con alto contenido de surfactante aniónico (Riggio)⁴.

De otra parte, la glicerina sugerida si es un humectante conocido en las formulaciones cosméticas, aunque según la referencia Schueller⁵ (1999), estos humectantes pueden hacer sentir la piel más suave y rellenar orificios en el estrato corneo haciendo que se hinche. Esto sin embargo, bajo condiciones de humedad relativa baja pueden tomar humedad de la piel, generando una pérdida de agua transepidermal mayor, lo que genera un efecto contrario de humectación. Para el caso del humectante elegido para la composición propuesta en la invención, se seleccionó un humectante diferente: Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol. Se ha demostrado por medio de pruebas comparativas que este humectante además de tener la capacidad de absorber agua como la glicerina (efecto higroscópico), funciona como un reparador de la barrera córnea, mejorando la producción de ceramidas. Este segundo efecto reparador no es posible a través de la glicerina, por lo que este humectante derivado xilitol es considerado un humectante más completo. (Liquid, 2014)⁶

De manera que las dos sustituciones propuestas por el Examinador no dan como resultado los mismos parámetros que la composición propuesta y de igual manera, difieren químicamente de los ingredientes propuestos, siendo éstos de características diferentes.

La Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad antes mencionada establece lo siguiente con respecto al requisito de nivel inventivo:

“Si el estado de la técnica provee las enseñanzas para derivar la solución, revisar si el conjunto de enseñanzas del estado de la técnica lo llevarían de forma inmediata a la solución propuesta por la solicitud. Si se requiere de pasos adicionales o de corroboración o de superar obstáculos revelados por las propias enseñanzas entonces el estado de la técnica no revela la solución al problema.” (Subrayado fuera de texto)⁷

³ Kulkami, V. (s.f.). Liposomes in personal care products.

⁴ Riggio, V. L. (2011). Patente nº US2011 0165205 A1. USA.

⁵ R. a. Schueller, Conditioning agents for hair and skin. New York: Marcel Dekker. (1999)

⁶ Liquid, S. A. (2014). Aquaxyl Hydraconcept moisturizing and restructuring technology. Seppic.

⁷ Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad emitido por la Superintendencia de Industria y Comercio, Delegatura para la Propiedad Industrial, Dirección de Nuevas Creaciones. Año 2012. Página 119.

Dado que como se ha demostrado, las enseñanzas de los documentos D4 y D5 no llevan directamente a la solución propuesta ahora por las inventoras, entonces se debe reconocer el nivel inventivo de la reivindicación 1.

En cuanto a la afirmación del Examinador, según la cual las reivindicaciones dependientes 2-24 no se consideran inventivas por no mencionar características inventivas adicionales, tenemos que al haber demostrado aquí que la reivindicación 1 de la presente invención sí es novedosa e inventiva, las reivindicaciones que dependen de ella también cumplen con los requisitos de novedad y nivel inventivo.

3.1.2. Frente a los documentos D4 y D6

El documento D4 revela un método de preparación de un shampoo que comprende los pasos de: a) adicionar y mezclar en agua los tensioactivos derivados de alquil sulfatos y alquil éter sulfatos; b) agregar lauril lactil lactato; c) agregar el humectante; y d) ajustar pH a 5,5-6,5.

El documento D6 se refiere a un shampoo y método de preparación que comprende los siguientes pasos: a) mezclar en agua los tensioactivos y adicionar el ácido graso y el humectante; y b) ajustar pH a 5,8-6,5%.

A partir de estos documentos, el Examinador encuentra que la reivindicación 25 de la presente invención (ahora reivindicación 12) se ve afectada en su nivel inventivo, pues considera que es la obvia combinación del método reclamado en D4 con la etapa de adición de agente graso y de humectante al final del método del documento D6.

Contrario a la anterior consideración del Examinador, los pasos ahora reclamados en la reivindicación 25 (nueva reivindicación 12) tienen un orden secuencial que no es obvio, desarrollado de manera no arbitraria y dado por las pruebas técnicas a partir de las cuales se comprobó que el ajuste del pH en ese punto (paso 3) es fundamental para lograr la característica de espumación deseada en el producto final, como por ejemplo un shampoo.

En efecto, para demostrar el nivel inventivo del método de la presente invención se realizó un análisis de laboratorio en donde se preparó la composición tomando como ejemplo la fórmula 3 de la solicitud de patente, ajustándola a diferentes pH, para ver el efecto de este ajuste en las propiedades de la composición. Ver Anexo 06.

Según los resultados de la tabla 2 contenida en el Anexo 06, al hacer un ajuste de pH diferente al propuesto por la reivindicación (pH de 6 a 7) se ven cambios significativos en algunos de los parámetros. Para el caso del pH 10, la espuma se ve disminuida significativamente, comparada con la formulación con un pH ajustado entre el rango recomendado. Esto demuestra que la variación en este parámetro es muy importante para lograr las propiedades

establecidas para la composición.

En ese sentido se insiste en la patentabilidad de la reivindicación 12 (antes 25) como ahora se presenta debido a que se ha demostrado que el ajuste del pH en la etapa tres del proceso es fundamental para garantizar los parámetros de la composición propuesta y su correcto funcionamiento; y los documentos D5 y D6 del estado de la técnica no sugieren todas las etapas y el orden de las mismas, tal y como se reclama en el caso de la reivindicación 12 (antes 25).

Finalmente, se reitera que la presente invención demuestra que era posible reemplazar los derivados de fuentes petroquímicas no renovables y que no son completamente biodegradables, de las formulaciones y composiciones para el cuidado personal como cabello, cuero cabelludo y piel; manteniendo las características exigidas por el público consumidor de estas formulaciones y composiciones; y principalmente, que presente un menor potencial de irritación, humecte el cuero cabelludo y mantenga las propiedades de espumación y limpieza de las composiciones comunes.

De acuerdo a lo expuesto en este escrito, se demuestra que la composición de limpieza reúne los requisitos de novedad, nivel inventivo y aplicación industrial requeridos para la obtención del título de patente de invención, por lo cual solicito de manera respetuosa se otorgue el privilegio de patente de invención a este nuevo invento.

Atentamente,


Paola Andrea Lanziano Alonso
C.C. N° 53.070.505

- Anexo 01: Catálogos, artículos y certificaciones que demuestran el origen natural de las materias primas utilizadas en la obtención de la composición de la invención.
- Anexo 02: Informe de Laboratorio No. 1 - Demostración de efectividad de los rangos de los materiales de la composición.
- Anexo 03: Cocamidopropil Betaína.
- Anexo 04: Informe de Laboratorio No. 2 - Demostración de influencia de las materias primas en los parámetro de la composición.
- Anexo 05: Informe de Laboratorio No. 3 - Sustituciones propuestas por el Evaluador D4, D5.
- Anexo 06: Informe de Laboratorio No. 4 - Demostración del nivel inventivo del proceso.

-1-

TITULO**COMPOSICIÓN DE LIMPIEZA QUE CONTIENE SURFACTANTES Y
HUMECTANTES NO DERIVADOS DE FUENTES PETROQUÍMICAS Y MÉTODO
DE PREPARACIÓN DE LA MISMA**

5

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere al campo de la
10 química pura, más específicamente, al campo de la
cosmética, las formulaciones y composiciones para el
cuidado personal como cabello, cuero, cabelludo y piel,
tales como formulaciones de limpieza, acondicionamiento,
humectación, entre otras.

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION - Estado de la Técnica

En el campo de las composiciones para limpieza en
20 cuidado personal, como por ejemplo el champú, se usan
diferentes tipos de surfactantes aniónicos que son usados
para dar limpieza al cabello y generar la espuma en la
aplicación. Estos surfactantes en su gran mayoría son
derivados de fuentes petroquímicas, no son completamente
25 biodegradables y son derivados de fuentes no renovables.
De esta forma, la industria ha desarrollado algunas
alternativas más sostenibles derivadas de fuentes
renovables como por ejemplo¹: caña, palmiste, palma, maíz,
coco, mandioca, almendra, entre otros recursos bio-
30 renovables procedentes de material animal, vegetal o
marino, que permitan tener un desempeño similar al logrado
por las materias primas petroquímicas. Entre estas
opciones se encuentran algunos alquil sulfatos que son
ampliamente conocidos en el campo de la cosmética. Sin
35 embargo, estas sustancias tienen un potencial de
irritación, que según la escala de proteína Zeína² dan un

¹ Bendejacq, Denis; Mabil, Caroline, et al. Alternative Ingredients for Sustainable Shampoo Development. Cosmetics & Toiletries Magazine, Vol. 126 No. 8, Agosto de 2011.

² La escala de proteína Zeína corresponde a un ensayo de solubilización de la proteína Zeína, lo cual se puede interpretar como daño de la proteína. La proteína Zeína es

potencial de irritación entre ligeramente irritante a irritante tipo I sobre la piel, lo que puede generar resequedad y descamación de la epidermis. Por lo tanto, en las composiciones convencionales, estos surfactantes deben
5 ir acompañados de otros surfactantes para disminuir su potencial de irritación.

Generalmente, los surfactantes aniónicos se combinan con surfactantes anfóteros o no iónicos derivados
10 de fuentes petroquímicas, para disminuir su potencial de irritación dentro de una composición. Entre los surfactantes anfóteros más usados se encuentran las betainas que son usadas en combinación con los alquil
sulfatos y los alquil éter sulfatos para lograr una
15 excelente espumación y mantener la limpieza en el cabello; no obstante, esta alternativa no es 100% renovable, ya que las betainas son derivadas petroquímicas.

Actualmente, se han desarrollado alternativas en
20 materias primas encontrando algunos surfactantes más sostenibles, pero estos no logran mantener el desempeño en limpieza y espumación cuando se comparan con los surfactantes derivados de fuentes petroquímicas. Este es
el caso de los alquil poliglucósidos que son combinados con
25 los alquil sulfatos para mejorar el potencial de irritación, sin embargo, estas formulaciones no producen suficiente espuma y los sistemas que se logran son difíciles de estabilizar.

Se han elaborado algunas soluciones para el
30 reemplazo de los componentes petroquímicos dentro de las formulaciones de limpieza personal como el caso de la solución propuesta por la patente US 20130252875 (Alla
Merces) la cual incluye componentes que son derivados
35 naturales dentro de una composición de limpieza para el cabello y la piel. Este invento tiene como propósito lograr una composición más fluida y homogénea para las

una proteína de maíz con solubilidad limitada en agua. Entonces, se puede medir la capacidad de los tensioactivos para desnaturalizar y solubilizar la proteína Zeína, lo cual se ha relacionado con su potencial de irritación de la piel.

-3-

composiciones de limpieza, utilizando una goma natural con un lactato y un componente lactilato (naturalmente derivados), proporcionando una composición de limpieza con características similares a aquellas preparadas con componentes petroquímicos. Esta invención soluciona el problema de utilizar una goma como agente espesante, sin que la composición resultante pierda sus propiedades en cuanto homogeneidad y viscosidad, lo cual no era posible por el uso único de la goma xantan en la composición.

Por lo tanto, existe aún una necesidad insatisfecha de encontrar una composición para limpieza elaborada a partir de fuentes renovables, que tenga un menor potencial de irritación, humecte el cuero cabelludo y mantenga las propiedades de espumación y limpieza de las composiciones comunes que utilizan derivados de fuentes petroquímicas no renovables y no son completamente biodegradables.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención consiste en una composición de limpieza que contiene una mezcla de surfactantes aniónicos derivados de fuentes naturales, un surfactante no iónico derivado natural, un humectante derivado natural y un liposoma que contiene una mezcla de grasas y aceites derivadas naturales que logran el balance entre la limpieza, bajo potencial de irritación, espumación y humectación en el cabello y cuero cabelludo, sin usar materias primas derivadas de fuentes petroquímicas.

En otro aspecto de la presente invención, se presenta un método de preparación de la composición de limpieza que contiene una mezcla de surfactantes aniónicos derivados de fuentes naturales, un surfactante no iónico derivado natural, un humectante derivado natural y un liposoma que contiene una mezcla de grasas y aceites derivadas naturales.

-4-

En un tercer aspecto de la invención, se presenta un champú que contiene la composición de limpieza de acuerdo con la presente invención.

5 En la presente invención se encontró que era posible reemplazar los derivados de fuentes petroquímicas no renovables y que no son completamente biodegradables, de las formulaciones y composiciones para el cuidado personal como cabello, cuero cabelludo y piel; manteniendo las
10 características exigidas por el público consumidor de estas formulaciones y composiciones; y principalmente, que presente un menor potencial de irritación, humecte el cuero cabelludo y mantenga las propiedades de espumación y limpieza de las composiciones comunes.

15

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención consiste en una composición
20 de limpieza que contiene una mezcla de surfactantes aniónicos derivados de fuentes naturales, un surfactante no iónico derivado natural, un humectante derivado natural y un liposoma que contiene una mezcla de grasas y aceites derivadas naturales que logran el balance entre la
25 limpieza, bajo potencial de irritación, espumación y humectación en el cabello y cuero cabelludo, sin usar materias primas derivadas de fuentes petroquímicas.

La presente invención consiste en una composición
30 de limpieza que contiene una mezcla de surfactantes aniónicos (A) derivados de fuentes naturales, un surfactante no iónico (B) derivado natural, un humectante (C) derivado natural y un liposoma (D) que contiene una mezcla de grasas y aceites derivados naturales que logran
35 el balance entre la limpieza, bajo potencial de irritación, espumación y humectación en el cabello y cuero cabelludo, sin usar materias primas derivadas de fuentes petroquímicas.

-5-

En particular, los surfactantes aniónicos (A) derivados de fuentes naturales, usados en la presente composición se seleccionan de alquil sulfatos (A.1.), alquil éter sulfatos (A.2.) y N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos (A.3.), los cuales se pueden definir como sigue:

10 A.1. Alquil sulfatos: Derivados del aceite de palmiste (alto contenido de ácido láurico C12), que luego es sulfatado con óxido de azufre (VI). Este surfactante aniónico funciona como agente de limpieza con alto poder detergente, emulsificante y espumante. Es el responsable de la espumación de la fórmula.

15 A.2. Alquil éter sulfato: Derivado del aceite de palmiste (alto contenido de ácido láurico C12) que es etoxilado con 2 moles óxido de etileno (derivado de la caña de azúcar a través de bioetanol) y luego sulfatado con óxido de azufre (IV). Este surfactante aniónico de origen natural funciona como agente de limpieza, con alto poder detergente, emulsificante y espumante, es el responsable de la cantidad de espuma y poder de limpieza.

25 A.3. N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos: Derivado del aceite de coco y aminoácidos ácidos como el ácido glutámico extraído de la fermentación de la caña de azúcar. Es un surfactante aniónico, responsable de la limpieza en el cabello y agente espumante. También ayuda a disminuir la irritación causada por los otros surfactantes, mejora la calidad de espuma e imparte acondicionamiento al cuero cabelludo.

35 El surfactante aniónico (A) usado en la composición de limpieza según la presente invención puede estar presente en un rango de activo aniónico de 4,0% a 20,0% en peso del total de la composición de la invención, más particularmente, del 8,0% a 14,0% en peso del total de la composición de la invención. Dentro de este rango se encuentran presentes los componentes A.1., A.2., y A.3., en

las siguientes proporciones de activo total aniónico: estando los alquil sulfatos (A.1.) en un rango de 2,0% a 11,2% en peso, preferiblemente de 4,6% a 7,5% en peso; los alquil éter sulfatos (A.2.) en un rango de 1,5% a 7,5% en peso, preferiblemente 3,0% a 5,0% en peso; y los N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos (A.3.) en un rango de 0,3% a 1,5% en peso, preferiblemente 0,6% a 1,0% en peso.

Los alquil sulfatos (A.1.) se pueden seleccionar del grupo que comprende: lauril sulfato de sodio, cocoil sulfato de sodio y cetearil sulfato de sodio; o mezclas de los mismos. En una modalidad preferida de la invención se escoge el lauril sulfato de sodio.

Entre los alquil éter sulfatos (A.2.) que pueden hacer parte de la composición objeto de la invención se encuentran: lauril éter sulfato de sodio y lauril éter sulfato de magnesio; o mezclas de los mismos. Como componente alquil éter sulfatos (A.2.) preferido se tiene el lauril éter sulfato de sodio.

Los N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos (A.3.) se pueden seleccionar del grupo que comprende: cocoilo glutamato de sodio y sus mezclas, cocoilo glicinato de sodio y sus mezclas, cocoilo isotionato de sodio y sus mezclas; o mezclas de los mismos. En una modalidad preferida de la invención se escoge el cocoilo glutamato de sodio y sus mezclas.

En cuanto al surfactante no iónico (B) derivado natural de la composición de la invención, corresponde a un surfactante no iónico tipo alquil lactil lactato que es un derivado del alcohol láurico y el ácido láctico. Es un surfactante no iónico que funciona como coadyuvante en la construcción y control de viscosidad. También da cremosidad a la espuma y baja la irritación de los surfactantes aniónicos, porque disminuye la concentración micelar crítica mejorando el efecto detergente y disminuyendo la irritación. Da opacidad al producto e

-7-

imparte algo de acondicionamiento al cuero cabelludo.

Este surfactante no iónico (B) se encuentra en un rango de 0,06% a 0,3% en peso, más particularmente de 0,12%
5 a 0,2% en peso.

Pasando al humectante (C) derivado natural de la invención, es una mezcla de humectantes entre los cuales se pueden encontrar xilitol y sus derivados, más precisamente
10 xilitol (C.1.), xilitol anhídrico (C.2.) y xilitol glucósido (C.3.). Estos son obtenidos a partir de la glucosa y la madera y actúan como humectantes de origen vegetal que mantienen el balance de hidratación en el cuero cabelludo entre las reservas de agua y la pérdida de agua
15 transepidermal. Es un humectante y reestructurante. Normaliza la descamación y reduce significativamente la irritación de los surfactantes aniónicos.

Los humectantes (C) derivados del xilitol pueden ir
20 en un rango de 0,3% a 1,5% en peso, del total de la composición de la invención. Dentro de este rango se encuentran presentes los componentes C.1., C.2., y C.3., en las siguientes proporciones de activo total aniónico: el xilitol (C.1.) puede estar entre 0,009% y 0,3% en peso; el
25 xilitol anhídrido (C.2.) entre 0,06% y 0,52% en peso; y el xilitol glucósido (C.3.) entre 0,12% a 1,15% en peso.

En una modalidad preferida de la invención, los humectantes (C) derivados del xilitol pueden ir en un rango
30 de 0,6% a 1,0% en peso del total de la composición, donde el xilitol (C.1.) puede estar entre 0,018% y 0,2% en peso; el xilitol anhídrido (C.2.) entre 0,12% y 0,35% en peso; y el xilitol glucósido (C.3.) entre 0,24% a 0,77% en peso.

35 En cuanto al último componente de la composición, el liposoma (D), es un derivado de varias fuentes vegetales como aceite de canola, aceite de jojoba y vitamina E. Es un liposoma de alta substantividad capilar que consiste en una nanodispersión de fosfolípidos purificados de lecitina

-8-

de soya asociados a una cera catiónica de origen vegetal encapsulando aceites de jojoba y de canola y vitamina E estabilizada mediante microfluidización. Indicado para uso cosmético en cabellos desnutridos, resecos, maltratados.

5 Este también mejora las características sensoriales del producto, humecta y nutre el cabello y el cuero cabelludo. Gracias al tamaño de su partícula (100 -300 nanómetros (nm)) tiene la capacidad de penetrar la fibra capilar y el estrato corneo liberando activos encapsulados, reduciendo

10 la estática y el encrespamiento (*frizz*), mejorando la peinabilidad y evitando que el cabello se quiebre.

Este liposoma (D) se encuentra en un rango de 0,01% a 1,0% en peso, más precisamente de 0,05% a 0,3% en

15 peso, dentro del total de la composición de la invención.

El liposoma (D) se puede seleccionar del grupo que comprende: Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla *Brassica Napus*), aceite de jojoba

20 (Aceite de semilla *Simmondsia Chinensis*), isoleucinato de brasica, isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo; y mezclas de los mismos.

25 PREPARACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DE LA INVENCION

En otro aspecto de la invención, se presenta un método de preparación de la composición de limpieza que contiene una mezcla de surfactantes aniónicos (A)

30 derivados de fuentes naturales, un surfactante no iónico (B) derivado natural, un humectante (C) derivado natural y un liposoma (D) que contiene una mezcla de grasas y aceites derivadas naturales.

35 El método de preparación de la composición de la presente invención consta de los siguientes pasos:

- i. Adicionar agua y los alquil sulfatos (A.1.) y alquil éter sulfatos (A.2.).
- ii. Luego adicionar los N-coco acil derivados de

-9-

aminoácidos ácidos (A.3.).

iii. Ajustar el pH entre un rango de 5 a 7.

iv. Luego adicionar el alquil lactil lactato (B) hasta homogenizar.

5 v. Adicionar el liposoma (D) y los humectantes (C).

En un tercer aspecto de la invención, se presenta un champú que contiene, entre otros componentes, la composición de
10 limpieza de acuerdo con la presente invención. Para preparar una composición de limpieza tipo champú se puede tomar la composición base de la invención, combinada con otros ingredientes tales como: Monoetanonamida de coco, polidimetilsiloxanos como dimeticona y dimeticonol,
15 diestearato de etilenglicol, polímeros de la acrilamida como poliquaternio-7, sales como cloruro de potasio, cloruro de sodio, gomas cuaternizadas como el cloruro de hidroxipropilotrimonio guar, preservantes como benzoato de sodio, metilisotiazolinona, metilcloroisotiazolinona,
20 quelantes como ácido etilendiaminotetraacético y gluconato de sodio, aminoácidos como lisina, arginina, glicina, ácido cítrico.

La composición hasta ahora descrita puede también ser usada
25 para preparaciones de limpieza, como por ejemplo, champú, jabón líquido y geles de ducha adicionando los siguientes ingredientes: fragancia, preservante, siliconas, extractos, gomas cuaternizadas, colorantes, quelantes, entre otros.

30

EJEMPLOS

La composición objeto de la invención se probó en pruebas de laboratorio destinadas a evaluar varios
35 parámetros importantes para las composiciones de limpieza, para lo cual se prepararon las siguientes formulaciones:

-10-

Tabla 1. Ejemplos de proporciones para la composición de la invención

Compuesto	Fórmula 1	Fórmula 2	Fórmula 3
Lauril sulfato de sodio	4,65%	5,60%	7,56%
Lauril éter sulfato de sodio	3,00%	3,70%	5,00%
Glutamato de sodio cocoilo y glutamato disódico de cocoilo	0,60%	0,70%	1,00%
Lactato de lauril lactilo	0,12%	0,15%	0,20%
Xilitol glucósido, xilitol anhidro, xilitol	0,60%	0,70%	1,00%
Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla <i>Brassica Napus</i>), aceite de jojoba (Aceite de semilla <i>Simmondsia Chinensis</i>), Isoleucinato de brasica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo.	0,20%	0,20%	0,20%

5 Las tres formulaciones de la tabla 1, fueron analizadas de acuerdo con los parámetros más importantes para las composiciones de limpieza, obteniendo los siguientes resultados:

10 Tabla 2. Evaluación de los principales parámetros en las fórmulas 1, 2 y 3

Parámetro	Fórmula 1	Fórmula 2	Fórmula 3
Ingrediente activo	8,20%	9,80%	13,40%
Viscosidad (cp)	0	0	0
pH	6	6,2	6,1
Espuma (ml)	620	620	600
Potencial de irritación	Bajo	Bajo	Bajo

-11-

El ingrediente activo debe entenderse como la cantidad, expresada en porcentaje en peso, de la composición según la invención.

- 5 La viscosidad se estableció con el método Brookfield LV, medido con aguja 4 a 12 rpm y 20°C de temperatura de la fórmula.

- 10 El parámetro relacionado con la espuma se midió según la escala volumétrica, bajo el método de medición de altura de espuma a través de una probeta de vidrio y 1% de la solución a probar en agua desionizada.

- 15 Después de analizados los resultados arrojados para cada una de las formulaciones, se encontró que a pesar de que la fórmula 3 tiene un porcentaje de ingrediente activo mayor que las dos fórmulas anteriores, este aumento en el ingrediente activo no aumentaba considerablemente la irritación, es decir el porcentaje de irritación se
20 mantiene en el rango bajo. De igual manera, en cuanto al parámetro de espuma, se observó que con el aumento en la proporción de ingrediente activo se disminuyó la cantidad de espuma, aunque se encuentra en un rango apropiado para las composiciones de limpieza para el cuidado personal como
25 cabello, cuero cabelludo y piel.

- Se realizó un ensayo por medio del cual a la composición de la Fórmula 3, se le aumentó el lactato de lauril lactilo hasta el 1% y se compararon resultados de espumación y
30 número Zein eliminando alguno de sus componentes. Los resultados se resumen en la tabla a continuación:

-12-

Tabla 3. Evaluación de espumación y número Zein en la Fórmula 3, con eliminación de un componente

Formulación	pH	Espuma (ml) +/- 10	Número Zein
Completa	6.3	515	320.23
Sin Lauril étersulfato de sodio	7.0	565	195.20
Sin Lauril Sulfato de Sodio	6.4	515	199.68
Sin glutamato de sodio cocoilo	5.9	625	253.44
Sin Lactato de lauril lactilo	7.48	785	288.32
Sin Xilitol glucósido, xilitol anhidro, xilitol	6.6	615	283.20
Sin Liposoma	6.5	605	303.36

- 5 De la tabla anterior se evidencia que para obtener los resultados deseados para la composición de la invención, se deben tener todos los componentes presentes.
- 10 Ejemplo 1: Preparación de composición para limpieza tipo champú. Se tomó la composición de la invención según las proporciones estipuladas en la fórmula 3, y se le adicionó: Monoetanolamida de coco, dimeticona y dimeticonol, diestearato de etilenglicol, poliquaternio-7, cloruro de
- 15 potasio, cloruro de hidroxipropiltrimonio guar, benzoato de sodio, metilisotiazolinona, metilcloroisotiazolinona, gluconato de sodio, ácido cítrico; y fragancia, para obtener un champú.
- 20 Este champú se evaluó en cuanto a los parámetros de viscosidad, pH, espuma y potencial de irritación, encontrando que la composición de limpieza tipo champú que utiliza la fórmula 3 de la composición según la invención cumplió con los parámetros deseados para este tipo de
- 25 composición de limpieza.

APLICACIÓN INDUSTRIAL DE LA INVENCION

5 La invención puede ser utilizada para la
elaboración de productos de limpieza, acondicionamiento,
humectación en el campo de cuidado personal.

10 Otras realizaciones o modalidades de la presente
invención, que sean evidentes para los expertos en la
técnica a partir de la lectura y práctica de la presente
memoria descriptiva, se entienden incluidas bajo el ámbito
de protección del presente invento. La presente memoria
descriptiva y los ejemplos tienen carácter ilustrativo y no
limitativo del alcance y espíritu de la invención, el cual
15 está delimitado por las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1.-Una composición de limpieza con bajo potencial de irritación que contiene:

5

De 8% a 14% de una mezcla de:

- alquil sulfatos (A.1.) en un rango de 4,6% a 7,5% en peso, seleccionados del grupo que comprende: lauril sulfato de sodio, cocoil sulfato de sodio y cetearil sulfato de sodio; o mezclas de los mismos;

10

- alquil éter sulfatos (A.2.) en un rango de 3% a 5% en peso, seleccionados del grupo que comprende: lauril éter sulfato de sodio y lauril éter sulfato de magnesio; o mezclas de los mismos; y

15

- N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos (A.3.) en un rango de 0.6% a 1% en peso, seleccionados del grupo que comprende: cocoilo glutamato de sodio y sus mezclas, cocoilo glicinato de sodio y sus mezclas, cocoilo isotionato de sodio y sus mezclas; o mezclas de los mismos;

20

De 0,06% a 0,3% de alquil lactil lactato;

De 0,6 a 1% de una mezcla de xilitol (C.1.), xilitol anhídrico (C.2.) y xilitol glucósido (C.3.); y

25

De 0,05% a 0,3% de un liposoma (D) que comprende: Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla *Brassica Napus*), aceite de jojoba (Aceite de semilla *Simmondsia Chinensis*), isoleucinato de brasica, isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo; y mezclas de los mismos.

30

2.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el alquil lactil lactato se encuentra en un rango de 0,12% a 0,2% en peso del total de la composición.

35

3.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el alquil

-15-

sulfato (A.1.) es lauril sulfato de sodio.

4.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el alquil éter sulfato (A.2.) es lauril éter sulfato de sodio.

5.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el N-coco acil derivado de aminoácidos ácidos (A.3.) es cocoilo glutamato de sodio y glutamato disódico de cocoilo.

6.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el xilitol (C.1.) está entre 0,009% y 0,3% en peso del componente (C).

7.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el xilitol (C.1.) está entre 0,018% y 0,2% en peso del componente (C).

8.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el xilitol anhídrido (C.2.) está entre 0,06% y 0,52% en peso del componente (C).

9.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 8 en donde el xilitol anhídrido (C.2.) está entre 0,12% y 0,35% en peso del componente (C).

10.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el xilitol glucósido (C.3.) está entre 0,12% a 1,15% en peso del componente (C)

11.-La composición de limpieza con bajo potencial de irritación de la reivindicación 1 en donde el xilitol glucósido (C.3.) está 0,24% a 0,77% en peso del componente (C).

-16-

12.-Un método de preparación de la composición de limpieza según las reivindicaciones anteriores, que consta de los siguientes pasos:

- 5 i. Mezclar agua con los alquil sulfatos (A.1.) seleccionados del grupo que comprende: lauril sulfato de sodio, cocoil sulfato de sodio y cetearil sulfato de sodio; o mezclas de los mismos; y con los alquil éter sulfatos (A.2.) seleccionados del grupo que comprende: lauril éter sulfato de sodio y lauril éter sulfato de magnesio; o
10 mezclas de los mismos;
- ii. Luego adicionar a la mezcla anterior los N-coco acil derivados de aminoácidos ácidos (A.3.) seleccionados del
15 grupo que comprende: cocoilo glutamato de sodio y sus mezclas, cocoilo glicinato de sodio y sus mezclas, cocoilo isotionato de sodio y sus mezclas; o mezclas de los mismos;
- iii. Ajustar el pH entre un rango de 5 a 7;
20
- iv. Luego adicionar a la mezcla el alquil lactil lactato (B) hasta homogenizar;
- v. Adicionar liposoma (D) que comprende: Agua,
25 fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), isoleucinato de brasica, isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo; y mezclas de los mismos; y una mezcla de
30 xilitol (C.1.), xilitol anhidrico (C.2.) y xilitol glucósido (C.3.) (C) a la mezcla.



Chemistry is our world, Responsibility is our way

Bogota DC, 25 de Septiembre 2014

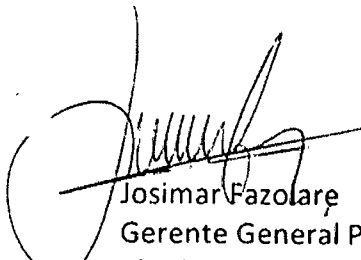
A QUIEN PUEDA INTERESAR:

Por medio de la presente certificamos que la información reportada en el documento adjunto el cual fue emitido y firmado el 15 de octubre del 2013 por Bipin Gharat , cuenta con toda la validez del caso. La información mencionada es respalda por todo nuestro centro de investigación y productivo Rhodia Specialty Chemicals India Limited (103/104 MIDC at Dhatav Taluka – Roha, Raigad District Maharashtra 402 116, India).

Rhodia Colombia LTDA como empresa perteneciente al grupo Solvay, así como lo también lo hace parte Rhodia Specialty Chemicals India Limited, respalda que el producto Rhodapex ESB 70 NAT es un producto de Origen vegetal y también declarado como libre de petroquímicos.

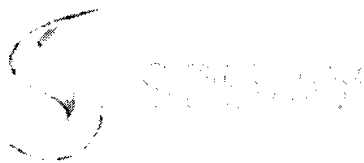
Cualquier inquietud será atendida con el mayor de los gustos.

Cordial Saludo;



Josimar Fazolare
Gerente General P.A.
Rhodia Colombia LTDA.





TO WHOM IT MAY CONCERN

Date: 15th Oct 2013

This is to certify that produced **Rhodapex ESB 70 NAT**

Vegetable origin product, also declared that free from Petrochemical


Name : Bipin Gharat

Designation: Quality Systems Manager

RHODIA SPECIALTY CHEMICALS INDIA LIMITED (SOLVAY GROUP)

Regd Office: Plot No. 1, Sector 1, Industrial Area, Solihala, Ahmedabad - 380 015

Factory: Plot No. 1, Sector 1, Industrial Area, Solihala, Ahmedabad - 380 015

* For more information, please contact:

Stepan Colombiana de Químicos S.A.
Km. 18 Vía Panamericana
La Manuola, Manizales
Colombia
Tel. 0X6-8993100
Fax. 0X6-8993150

Fecha: Octubre 16 de 2013

Número: LCC-048-13



Para: QUALA

Referencia: Certificación de fuente, STEPANOL WA-EXTRA HP

Cordial saludo,

STEPAN COLOMBIA S.A.S informa que el STEPANOL WA-EXTRA HP no es derivado de una fuente de petróleo. El alcohol utilizado en el proceso de fabricación se deriva naturalmente del aceite de coco y/o del aceite de almendra o de palma. El STEPANOL WA-EXTRA HP tiene un índice de carbono bio-renovable (BCI) 100*.

* Índice de carbono bio-renovables (BCI) es un valor basado en el porcentaje de carbono derivado de recursos bio-renovables, bio-renovable se define por Stepan como procedentes de material animal, vegetal o marino. El BCI es calculado tomando el número de átomos de carbono bio-renovables dividido por el número total de átomos de carbono en la molécula idealizada.

Agradecemos la confianza puesta en nosotros como su proveedor. Si usted tiene cualquier otra pregunta o ampliación de información por favor no dude en contactarnos.

Atentamente,


STEPAN COLOMBIA S.A.S
Laboratorio Control de Calidad

BEATRIZ OROZCO
Jefe QA

AJINOMOTO.

AJINOMOTO DO BRASIL IND. E COM. DE ALIMENTOS LTDA.

Rua Vergueiro, 1737, - Vila Mariana

CEP:04101-000- São Paulo - SP - Brazil

Fone: +55 (11)5080-6700 / Fax: +55 (11)5908-8799

A quien pueda interesar:

Certificado de Origen

Confirmamos que el producto listado abajo compónese de los siguientes materiales:

➤ Producto:
AMISOFT® CS-22

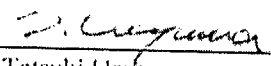
➤ Materiales:

Material	Origen del material	
Coco Fatty Acid	vegetal	Palma
L-Glutamic Acid	vegetal	Fermentación de molasses*
Sodium Hydroxide	mineral	-

*Molasses son productos derivados de caña de azúcar, mandioca, etc.

Muy atentamente,

Data 1º-Octubre, 2014

Firma: 

Nombre Tatsuki Ueyama

Posición Senior Area Manager

Unidad Specialty Chemicals

División AminoScience

F363(GL)v04



VERIFICATION OF THE RAW MATERIALS CONFORMITY TO THE ECOCERT NATURAL AND ORGANIC COSMETIC STANDARD

THIS DOCUMENT IS NOT AN ORGANIC CERTIFICATE

Company: **SEPPIC**

Attestation n° 3242

ADIPOLESS ECO

Function: **Active ingredient**

INCI: Propanediol (and) Water (and) Chenopodium Quinoa Seed Extract

Conformity*: YES 99,5 % of natural origin (49,5 % of physically processed vegetal ingredients) 0,5 % synthetic

Comments: Sodium Benzoate, Potassium Sorbate : 0,5%

*to the requirements of the standard related to the raw materials.

ADIPOSLIM

Function: **Active ingredient**

INCI: Sorbitan Laurate (and) Lauroyl Proline

Conformity*: YES 100 % of natural origin (0 % of physically processed vegetal ingredients) 0 % synthetic

Comments:

*to the requirements of the standard related to the raw materials.

Drawn up in l'Isle Jourdain, valid from 19/12/2012
until 31/12/2013

Matthieu Bouffartigue
Raw Materials Manager

WARNING: The approval of the raw material(s) listed above is PERSONAL to the beneficiary named herein, and the BUYERS of the raw material(s) ARE IN NO EVENT AUTHORIZED TO MAKE REFERENCE TO THE APPROVAL BY ECOCERT GREENLIFE OR TO USE AN ECOCERT LOGO, whether in its communication or on the packaging or labeling of the raw material(s) or of a finished cosmetic product.

ECOCERT GREENLIFE S.A.S. - Capital 50 000 € - Lieudit Lamothe Ouest - 32600 L'Isle Jourdain - France
Tél. + 33 (0)5 62 07 51 09 - Fax : +33 (0)5 62 07 74 96 - www.ecocert.com

TVA Intracommunautaire n° FR 55 509 534 095
CREDIT MUTUEL 2200 20246201 29 - SIREN 509 534 095 RCS AUCH - APE 7120B



AMONYL 380 BAFunction: **Emulsifying / Surfactant**

INCI: Cocamidopropyl Betaine

Conformity*: YES 100 % of natural origin (0 % of physically processed vegetal ingredients) 0 % synthetic

Comments:

*to the requirements of the standard related to the raw materials.

AQUAXYLFunction: **Active ingredient**

INCI: Xylitylglucoside (and) Anhydroxylitol (and) Xylitol

Conformity*: YES 100 % of natural origin (0 % of physically processed vegetal ingredients) 0 % synthetic

Comments:

*to the requirements of the standard related to the raw materials.

LANOL 2681Function: **Emollient**

INCI: Coco-Caprylate/Caprate

Conformity*: YES 100 % of natural origin (0 % of physically processed vegetal ingredients) 0 % synthetic

Comments:

*to the requirements of the standard related to the raw materials.

Drawn up in l'Isle Jourdain, valid from 19/12/2012
until 31/12/2013

Matthieu Bouffartigue
Raw Materials Manager

WARNING: The approval of the raw material(s) listed above is PERSONAL to the beneficiary named herein, and the BUYERS of the raw material(s) ARE IN NO EVENT AUTHORIZED TO MAKE REFERENCE TO THE APPROVAL BY ECOCERT GREENLIFE OR TO USE AN ECOCERT LOGO, whether in its communication or on the packaging or labeling of the raw material(s) or of a finished cosmetic product.

11 de Octubre de 2013

SEÑORES
Merck S.A.

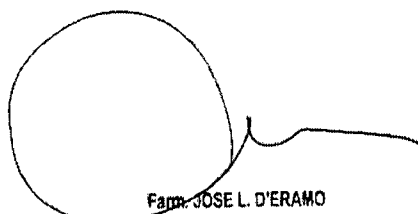
De nuestra mayor consideración:

Por medio de la presente CERTIFICO que el producto "COMPLEJO VEGETAL ACONDICIONADOR DE ALTA PERFORMANCE", cuyo código de producto es QUALA-4, está elaborado principalmente con componentes de origen vegetal, "Sin derivados del petróleo".

QUALA-4 es una materia prima cosmética
99% de origen natural.

INCI de QUALA-4: WATER (AND) PHOSPHOLIPIDS (FROM SOYBEAN LECITHIN) (AND) BRASSICA NAPUS SEED OIL (AND) SIMMONDSIA CHINENSIS SEED OIL (AND) BRASSICYL ISOLEUCINATE ESYLATE (AND) BRASSICA ALCOHOL (AND) TOCOPHERYL ACETATE.

Sin otro particular, saluda atte.



Firm. JOSE L. D'ERAMO
DIRECTOR TECNICO
M.P. 13281

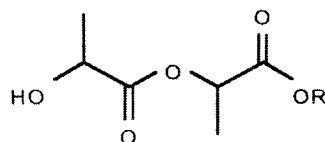
STEPAN-MILD® L3

a naturally-derived
secondary surfactant



Stepan 

Chemistry



R = Predominantly C₁₂

Description: Lauryl Lactyl Lactate is the reaction product of lauryl alcohol and lactic acid.

CAS Registry No. 910661-93-7

INCI Name: Lauryl Lactyl Lactate

Typical Physical Properties

Appearance at 25°C	clear, colorless liquid
Actives, %	100
Odor	characteristic
Ionic Type	nonionic
Flash Point, °C (°F), PMCC	>94 (>201)
Freeze Point, °C	-16.7
Pour Point, °C	-11.8
Viscosity, cps at 25°C	50
Color, Klett	20 - 50
Refractive Index at 25°C	1.4439
Saponification Value, mg KOH/gm	334
Density, g/ml (lbs/US gal)	0.965 (8.06)
RVOC, U.S. EPA, %	0

Fundamental Physical Properties

Maximum Area/Molecule, Å	25.9
Maximum Surface Pressure, mN/m	37.7
Surface Tension, mN/m	31.3

Use Concentration

In cleansing products	1 - 3%
In treatment products	1 - 15%
In cream/lotion products	1 - 15%

Applications

- Body Washes
- Bubble Baths
- Liquid Soaps
- Facial Cleansers
- Shampoos
- Soap Bars
- Creams/Lotions
- Solid Anhydrous Antiperspirants
- Cosmetic Make-up
- Hair Conditioners

STEPAN-MILD® L3

- Multifunctional secondary surfactant
- 100% active
- Clear, colorless liquid
- Naturally-derived
- Mild
- Salt & Nitrogen Free
- Sulfate Free
- Easily formulated via cold mix up to 3% in surfactant system

Functional Properties

- Viscosity builder
- Foam booster/stabilizer
- Provides skin softness and moisturization
- Emulsifier
- Emollient
- Solubilizer for active ingredients (e.g. salicylic acid, triclosan)

Advantages

Surface Active Properties

- Effective CMC reduction of primary surfactants
- Lower dynamic surface tension
- Better molecular packing

Performance

- A 14:1 ratio of CS-230/STEPAN-MILD® L3 vs.
14:1 ratio of CS-230/HCG (both 15% total actives):
- Provides improved skin feel
 - Provides better hand foaming
 - Builds higher viscosity

Reduced Actives (cost savings)

- A 14:1 ratio of CS-230/STEPAN-MILD® L3 (12% actives)
vs. 4:1 ratio of CS-230/HCG (15% actives):
- Shows equal skin feel and viscosity build
 - Provides equal hand foaming

Actives Solubilization

- At 2% active, STEPAN-MILD® L3:
- Shows improved solubilization of salicylic acid over cocamidopropyl betaine in facial cleanser and body wash formulations

Ingredients

Abbreviation	STEPAN Trade Name	INCI Name
L3	STEPAN-MILD® L3	Lauryl Lactyl Lactate
HCG	AMPHOSOL® HCG	Cocamidopropyl Betaine
COMF	NINOL® COMF	Cocamide MEA
CS-230	STEOL® CS-230	Sodium Laureth Sulfate
SAA	AMPHOSOL® 1L	Sodium Lauroamphoacetate
SLS	STEPANOI® WA-EXTRA	Sodium Lauryl Sulfate
SSS	STEPAN-MILD® SL3 BA	Disodium Laureth Sulfosuccinate

Equilibrium Surface Active Properties

Surfactants	CS-230	CS-230 /L3	CS-230 /L3	CS-230 /HCG	CS-230 /HCG	CS-230 /COMF	CS-230 /COMF
CS-230/ Secondary	1/0	14/1	4/1	14/1	4/1	14/1	4/1
CMC (mg/L)	171.1	25.8	10.0	135.3	96.3	92.5	38.1
Surface Tension @CMC (mN/m)	24.8	29.5	32.3	25.3	24.8	25.0	27.9
Area/molecule (Å ²)	49.9	28.04	27.1	41.485	46.17	38.51	30.6

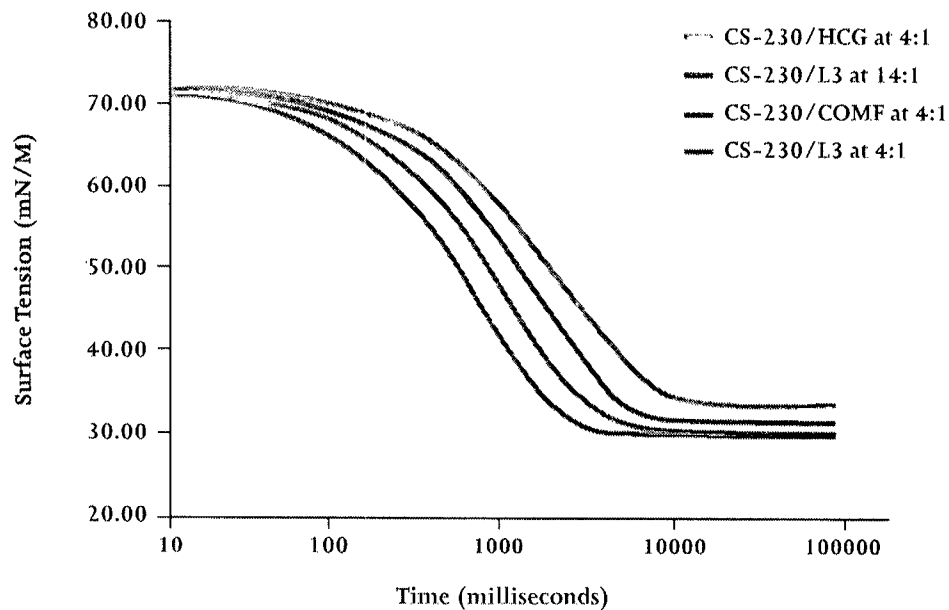
Similar results were obtained with SLS as the primary surfactant.

STEPAN-MILD® L3, as a secondary surfactant, is more efficient in the reduction of CMC of SLS and CS-230 primary surfactants when compared to HCG and COMF.

Reduced CMC may lead to **improved detergency** and **improved mildness** of your finished formulation.

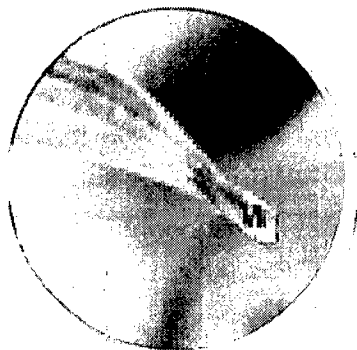


Dynamic Surface Tension at 0.2% Total Active

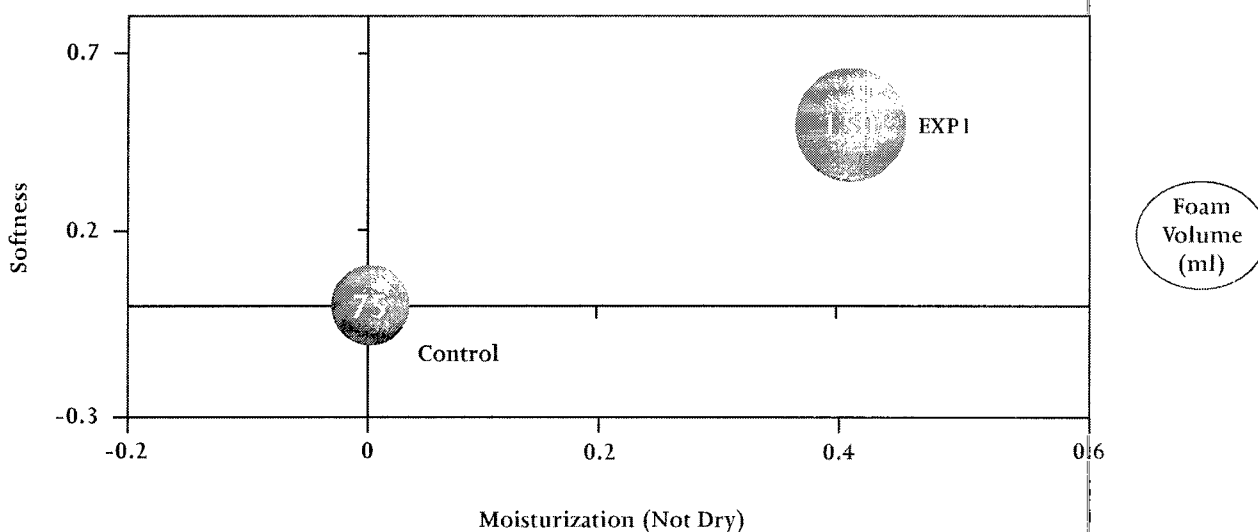


At 0.2% active concentration, surfactant systems containing L3 saturate the interface faster compared to HCG and COMF. L3 with CS-230 has lower dynamic surface tension at the same use level compared to HCG and COMF.

Lower surface tension may lead to **improved flash foam** of your finished formulation.



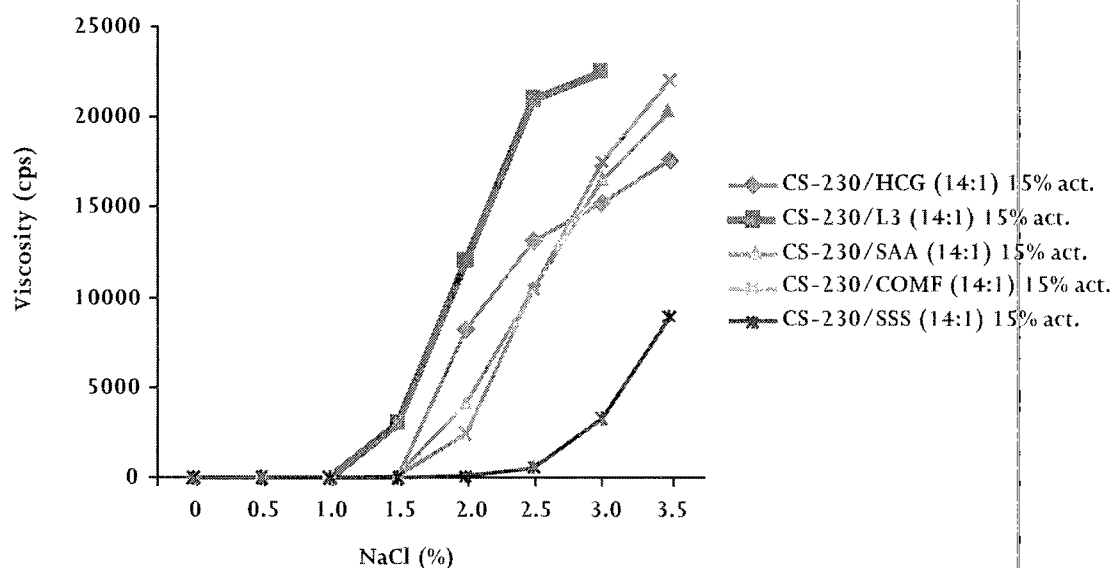
Improved Skin Feel



Control = CS-230/HCG, 4:1, 15% total actives
EXP1 = CS-230/L3, 14:1, 15% total actives

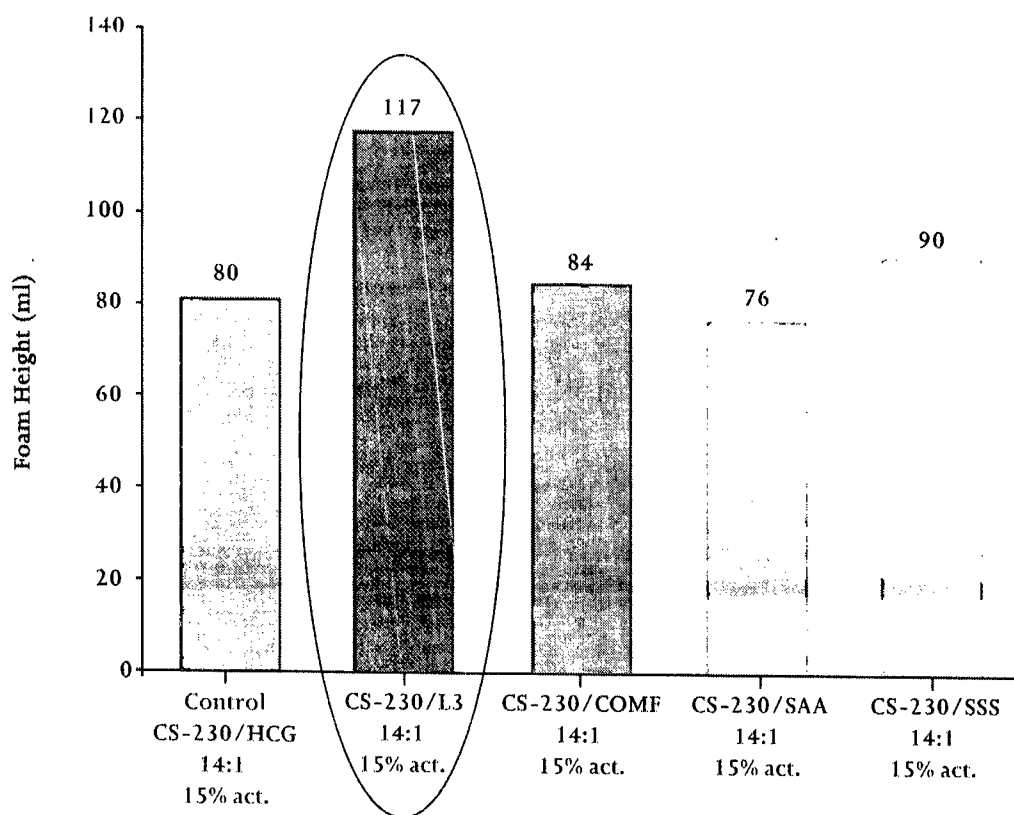
CS-230/L3 (14:1 ratio, 15% total actives) **shows better skin feel and hand foam generation** than CS-230/HCG at a 4:1 ratio and 15% total actives.

Better Viscosity Building Properties



CS-230/L3 (14:1 ratio, 15% total actives) **builds higher viscosity with less salt** than other common secondary surfactants at the same ratio and total actives.

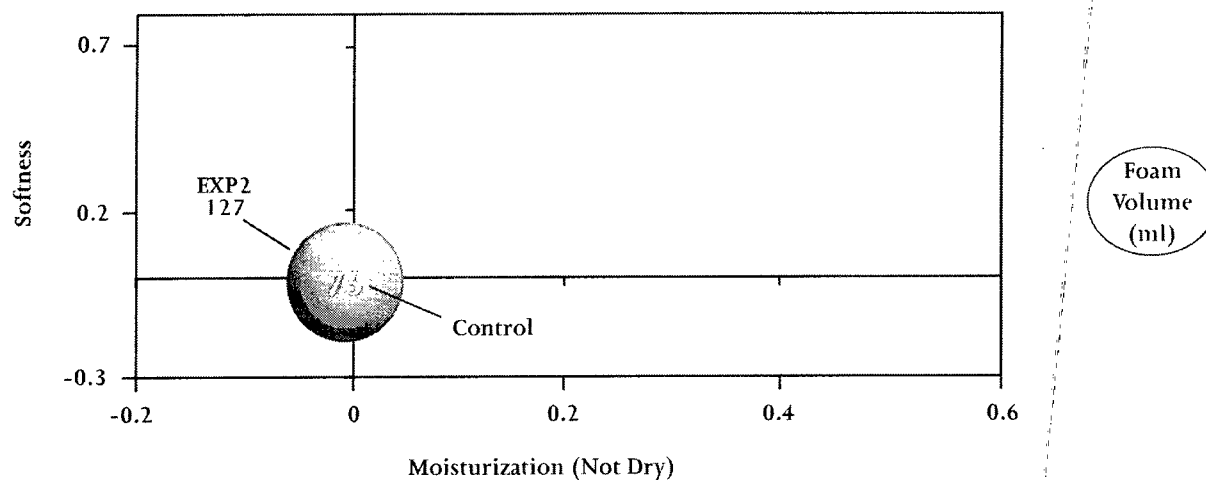
Better Hand Foaming Performance



CS-230/L3 (14:1 ratio, 15% total actives) **provides better hand foaming performance** compared to other common secondary surfactants at the same ratio and total actives.



Equal Skin Feel at Reduced Actives

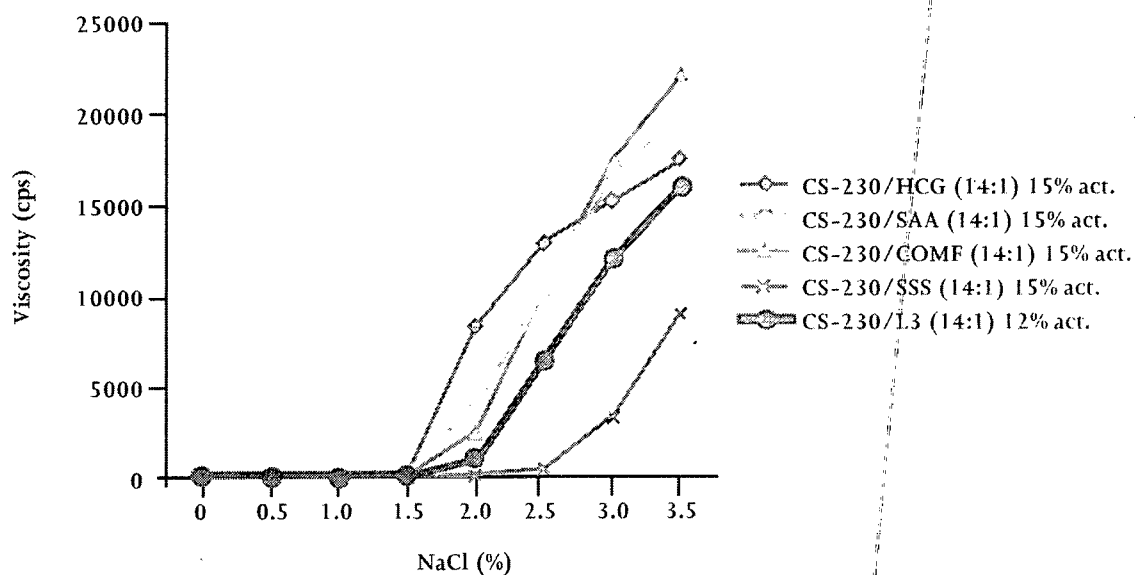


Control = CS-230/HCG, 4:1, 15% total actives

EXP2 = CS-230/L3, 14:1, 12% total actives

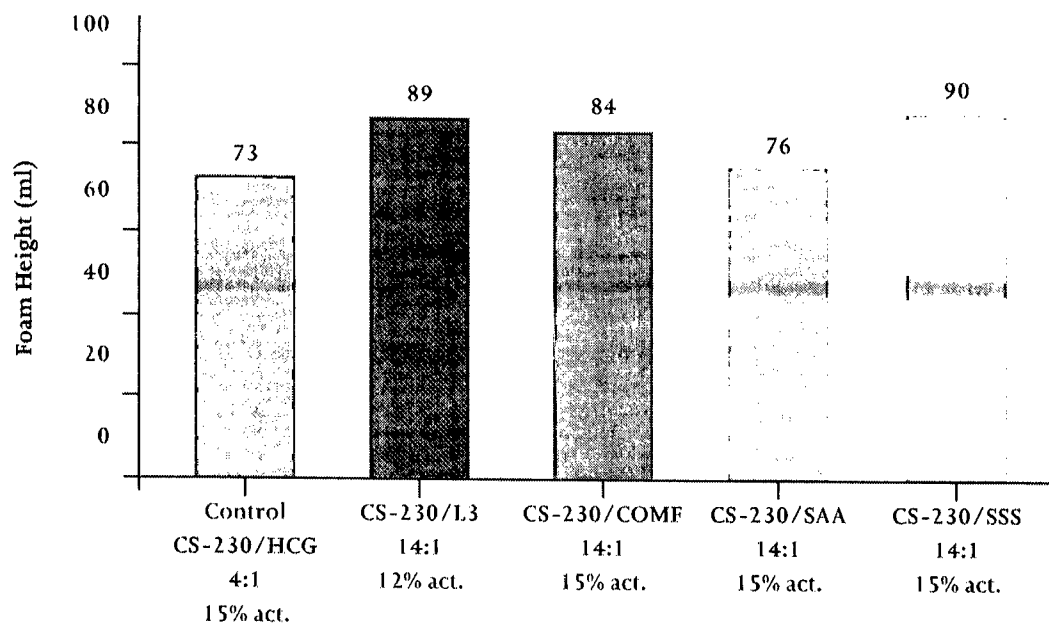
CS-230/L3 (14:1, 12% total actives) **provides equal skin feel** compared to CS-230/HCG at a 4:1 ratio, but at 15% total actives.

Comparable Viscosity Building Properties

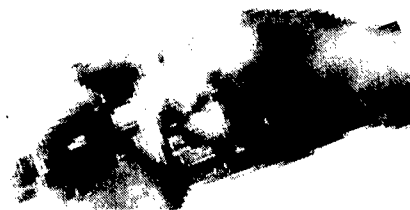


CS-230/L3 (14:1 active ratio, 12% total actives) has **similar viscosity building properties** compared to other common secondary surfactants at the same 14:1 ratio, but at 15% total actives.

Equal Hand Foaming at Reduced Actives

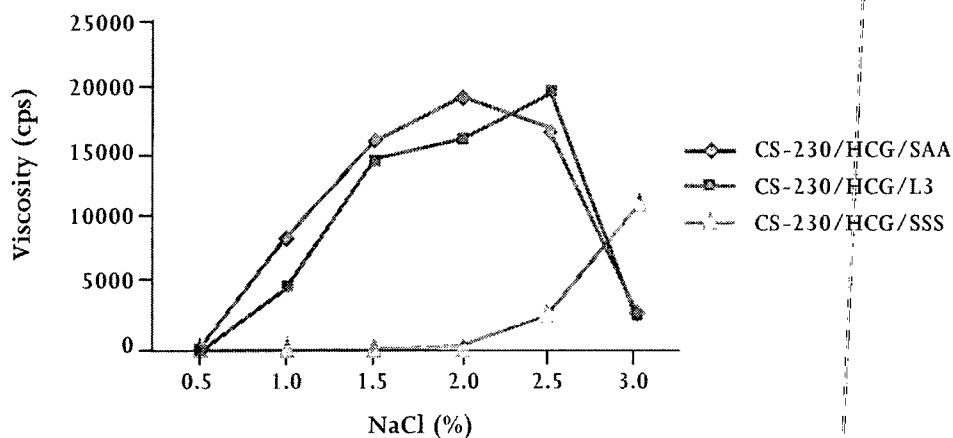


CS-230/L3 (14:1 ratio, 12% total actives) **provides equal hand foaming performance** compared to CS-230/other common secondary surfactants (15% total actives).



Viscosity Building Comparison vs. Other Ternary Surfactants

(15% total active surfactant concentration at 4:1 ratio of CS-230 to secondary/ternary surfactant)

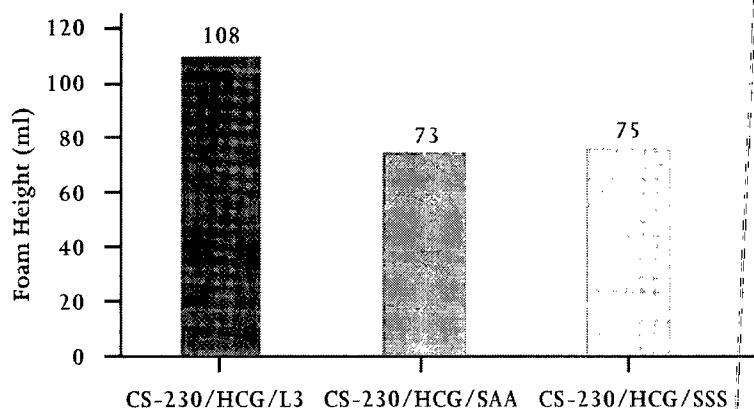


Note: Ratio of HCG/L3, HCG/SAA and HCG/SSS is 1:1.

The viscosity graph shows that STEPAN-MILD® L3 as a ternary surfactant in a CS-230/HCG system **has comparable viscosity building properties to SAA and better viscosity building properties compared to SSS.**

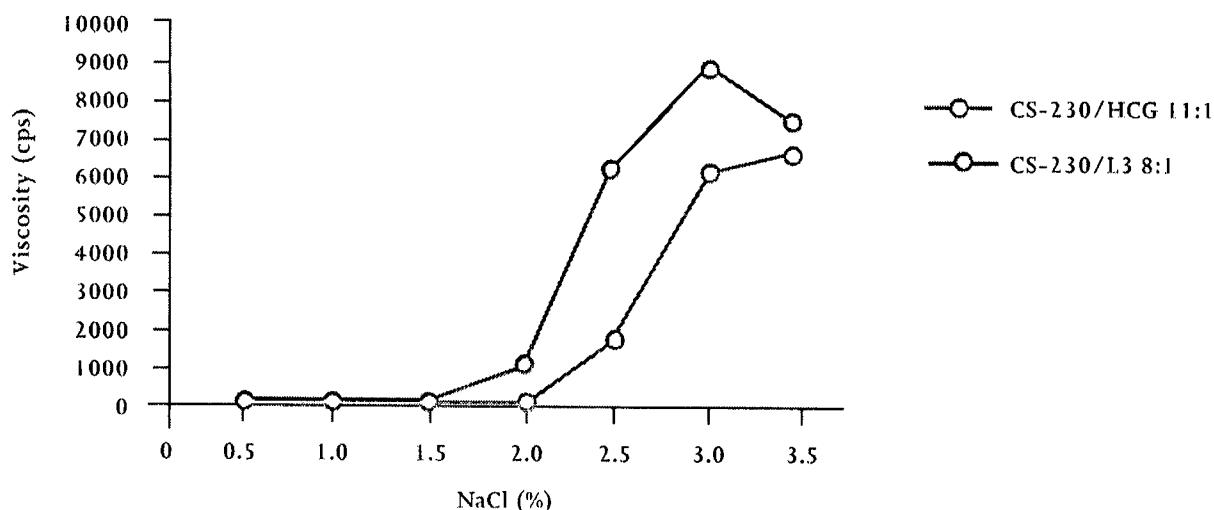
Hand Foaming Comparison vs. Other Ternary Surfactants

(15% total active surfactant concentration at 4:1 ratio of CS-230 to secondary/ternary surfactant)



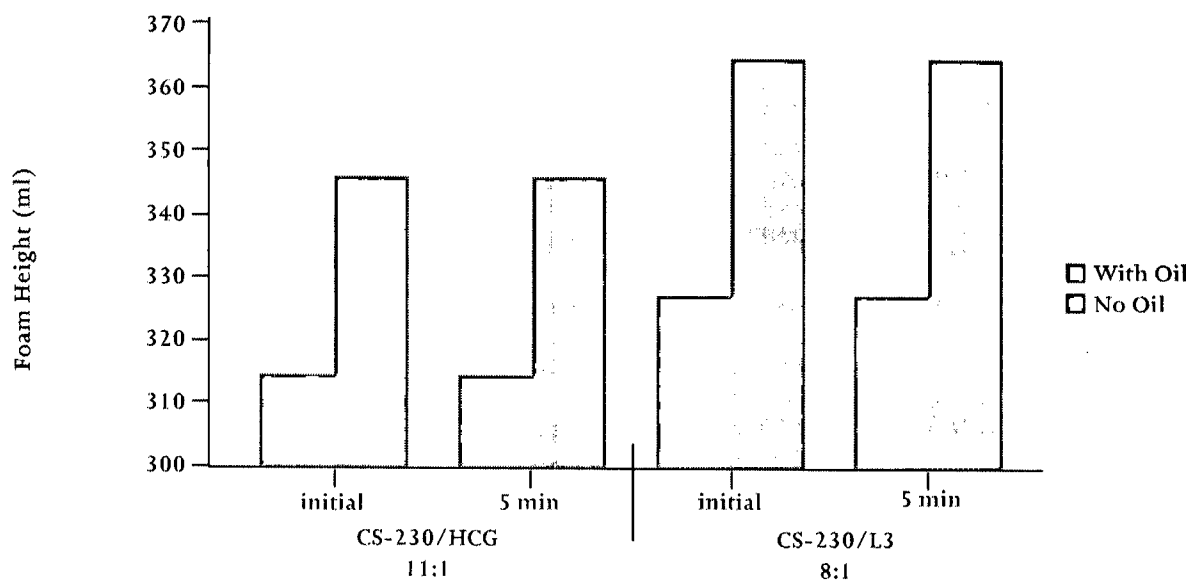
The foam graph shows that STEPAN-MILD® L3 as a ternary surfactant in the same system **has a better hand foaming performance compared to SAA and SSS.**

Shampoo Viscosity Salt Response



A CS-230/L3 system (8:1 ratio, 9% total actives) **builds higher viscosity with less salt at lower total actives** when compared to a CS-230/HCG system.

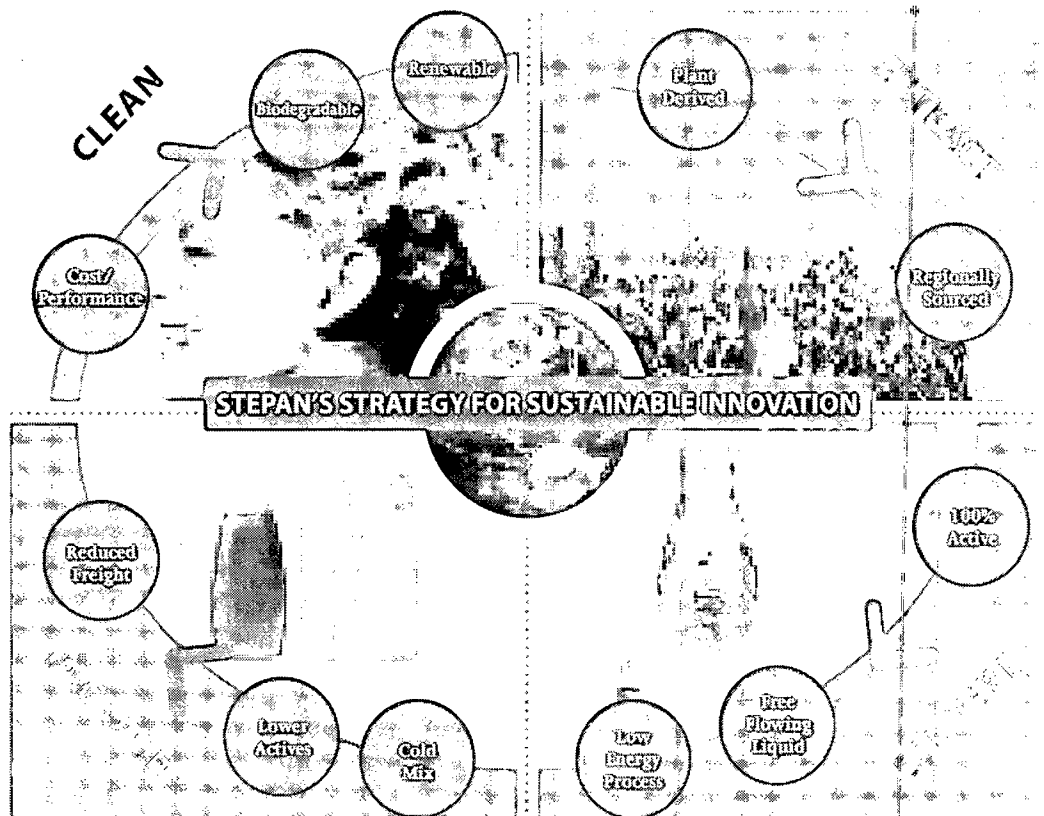
Shampoo Foaming Performance



A CS-230/L3 system (8:1 ratio, 9% total actives) **provides better foaming performance at lower total actives** when compared to a CS-230/HCG system.

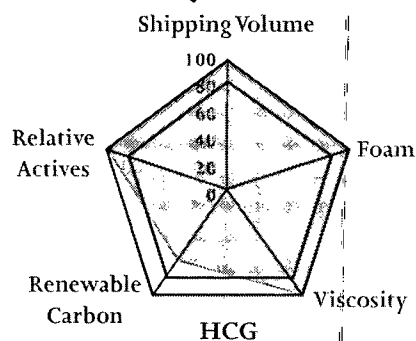
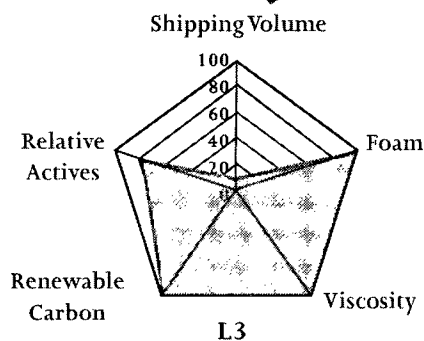
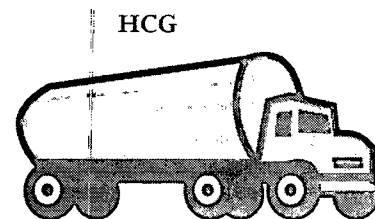
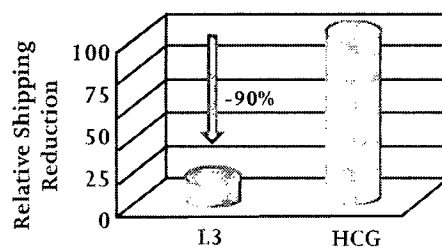
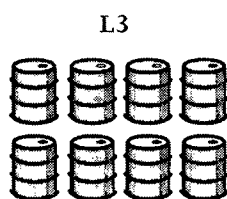
Salon Performance: CS-230/L3 (8:1 ratio, 9% total actives) also **provides equal performance in rinsability, dry and wet combability** when compared to CS-230/HCG system.

STEPAN-MILD® L3: A Sustainable Alternative



STEPAN-MILD® L3 vs AMPHOSOL® HCG

Reduced Shipping
Higher Renewable Carbon
Actives Reduction



Registration Status of STEPAN-MILD® L3

Registration Approved

Approved for use in
cosmetic application:

(this includes all PC applications we have noted in literature)

United States
Latin America
Japan
Australia

Registration Pending

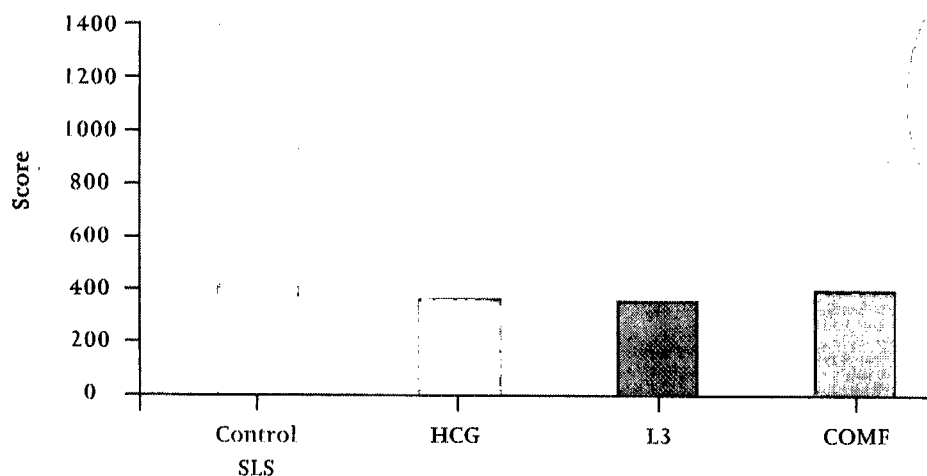
Stepan will be registering
in the following countries:

- Canada (DSL)
- Europe (REACH)



Registering in other countries will be dependent on business opportunity
and registration review by Stepan Product Safety and Compliance.

Human Repeat Insult Patch Test (HRIPT)



All formulas were based on CS-230/Secondary Surfactant (4:1 ratio, 15% total actives).

STEPAN-MILD® L3, when used with CS-230, is **as mild as** commonly used secondary surfactants such as Cocamidopropyl Betaine, Disodium Laureth Sulfosuccinate and Sodium Lauroamphoacetate.

Better Solubilizer for Salicylic Acid Than Cocamidopropyl Betaine

Formulation	A	B	C
Formulation Number	1071	1072	Without L3
Ingredients	% Active	% Active	% Active
D.I. Water	q.s. to 100.0	q.s. to 100.0	q.s. to 100.0
BIO-TERGE® AS-40 (Sodium C14-16 Olefin Sulfonate)	10.0	10.0	10.0
AMPHOSOL® HCA (Cocamidopropyl Betaine)	—	—	2.0
STEPAN-MILD® L3 (Lauryl Lactyl Lactate)	2.0	2.0	—
Propylene Glycol	—	2.0	2.0
Salicylic Acid	1.0	2.0	2.0
Appearance	CLEAR	CLEAR	HAZY

Need a starting point?

Formulation Number

Formulation Name

1066	Clear Body Wash
1067	Skin Lotion Using STEPAN-MILD® L3 as an Emulsifier
1068	Skin Lotion Using STEPAN-MILD® L3 as an Emollient
1073	All Natural Body Wash
1074	Sulfate Free Shampoo
1075	Clear Shampoo
1076	Bubble Bath
1077	Pearlescent Shampoo
1079	Clear Conditioning Shampoo
1080	Opaque Shampoo
1082	Natural EO-Free Facial Cleanser

To access, visit us at www.stepan.com under *products, formulations*.



Introducing recent naturally-derived surfactant introductions!

STEPAN-MILD® GCC

INCI: *Glyceryl caprylate/caprate*

Our 100% active, natural food-grade thickener for liquid cleansing personal care systems that offers comparable viscosity performance and foam enhancement versus traditional thickeners. STEPAN-MILD® GCC is made from 100% renewable carbon and offers the advantage of incorporation via cold mix and being EO/PO-free alleviating 1,4-dioxane concerns. This patent pending technology also functions as an MEA amide and DEA amide replacement.

STEPAN® SSL-CG and STEPAN® SLL-FB

INCI: *Sodium stearyl lactylate and Sodium lauroyl lactylate*

Our hydrolytically-stable, value-added, multifunctional additives are 100% active and can be used in a variety of skin and hair care formulations. Acyl lactylates are mild and nitrogen-free. They offer improved skin feel, skin softness, moisturization and reduction of tacky skin feel during wet to dry transition after product application. They also function as viscosity builders, emulsifiers, foam boosters and stabilizers.

STEPAN® 745 GC

INCI: *PEG/PPG-6/2 Glyceryl cocoate*

Our novel nonionic water-compatible emollient is 100% active and for use in clear cleansing products and other applications. It is soluble up to 2% in water at ambient temperatures, improves viscosity building and provides conditioning properties with minimum effect on foaming.

To answer any further technical questions on STEPAN-MILD 13,
contact the Stepan Technical Service Department at 1-800-745-7837
or techserv@stepan.com.

For pricing and order placement, contact the Stepan Account Services
Department at 1-800-457-7673 or order.placement@stepan.com.

Nothing contained herein grants or extends a license, expressed or implied, in connection with patents, issued or pending, of the manufacturer or others. The information contained herein is based on the manufacturer's own study and the works of others. The manufacturer makes no warranties, expressed or implied, as to the accuracy, completeness, or adequacy of the information contained herein. The manufacturer shall not be held liable (regardless of fault) to the vendee's employees, or anyone for any direct, special or consequential damages arising out of or in connection with the accuracy, completeness, adequacy or furnishing of such information.

AMPHOSOL®, BIO-TERGE®, NINOL®, STEOL®, STEPAN®, STEPAN-MILD®, STEPANOL® are registered trademarks of the Stepan Company.

Patent pending.

Publication date:
July 2008

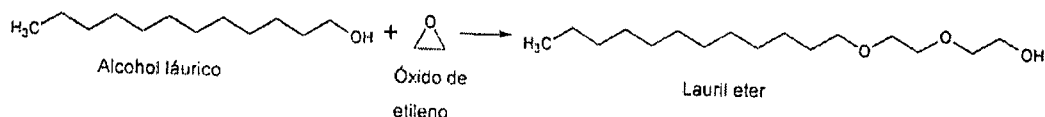


Stepan

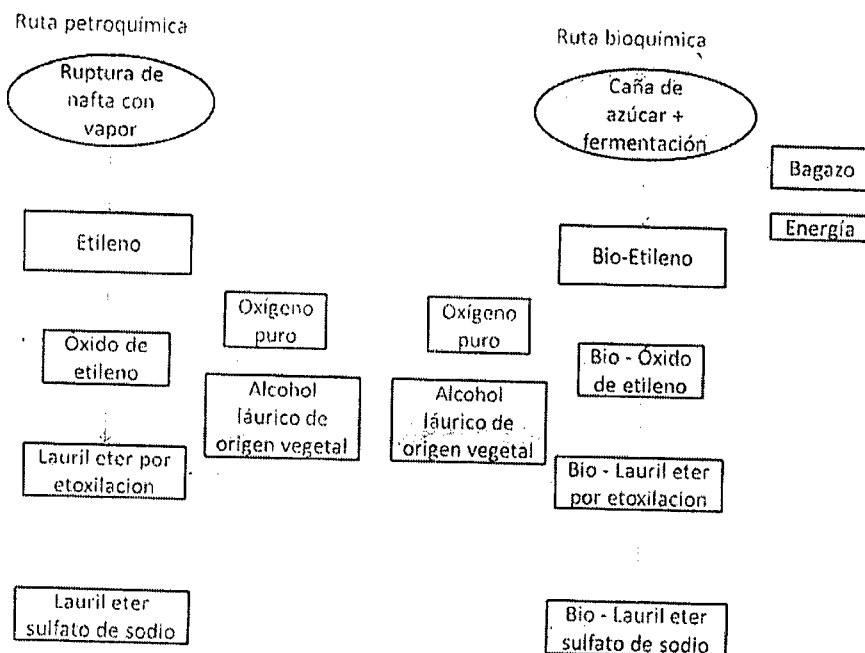
ANALISIS DE ORIGEN DE LOS PRINCIPALES INGREDIENTES DE LIMPIEZA EN SHAMPOOS DEL MERCADO

Para la elaboración de productos cosméticos y de cuidado personal, en la mayoría de los casos son empleados una serie de sustancias químicas de manera rutinaria, entre dichas sustancias, las más conocidas son los tensoactivos o surfactantes. En el grupo los tensoactivos se encuentran las sustancias que se utilizan regularmente en el lavado, las cuales incluyen productos como detergentes para lavar la ropa, lavavajillas, productos para eliminar el polvo de superficies, gel de ducha y champús. En este documento se mostrarán las rutas de síntesis de algunas de los tensoactivos más importantes presentes en champús comerciales.

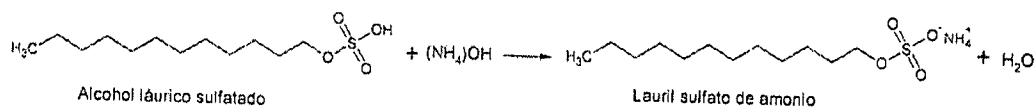
- **Lauril eter sulfato de sodio (Sodium Laureth Sulfate):** también llamado 2-(2-dodeciloxietoxi)etil sulfato de sodio de acuerdo a nomenclatura IUPAC. Es un surfactante aniónico cuya producción se inicia con la reacción entre alcohol láurico, proveniente del aceite de palmiste (producto natural vegetal) y óxido de etileno; proceso llamado "etoxilación"¹.



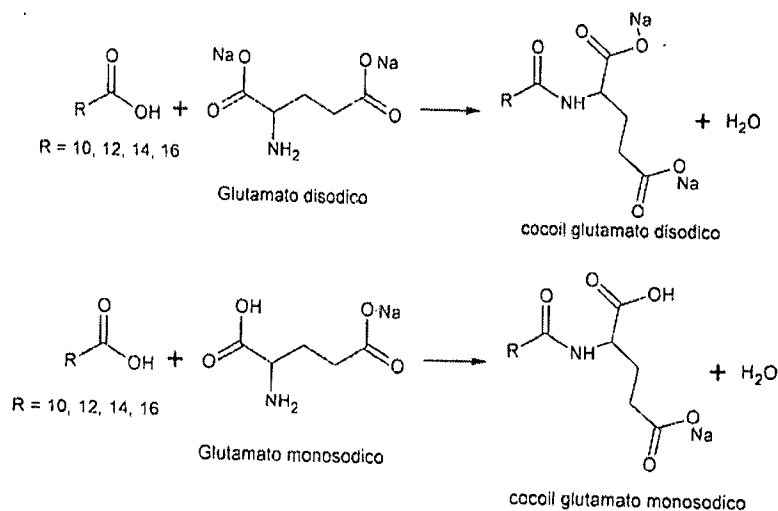
En este sentido, el óxido de etileno puede ser obtenido mediante dos rutas de síntesis: ruta petroquímica o ruta bioquímica. En la ruta petroquímica se utiliza nafta como materia prima, mientras que en la ruta bioquímica el óxido de etileno se obtiene a partir de la fermentación de caña de azúcar². En la gráfica 1 se comparan las dos rutas sintéticas².



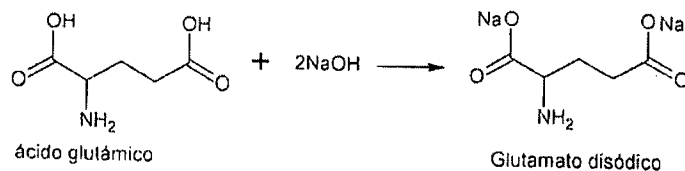
Gráfica 1: Esquema general para la producción de láuril éter sulfato de sodio mediante la ruta petroquímica y la ruta bioquímica.



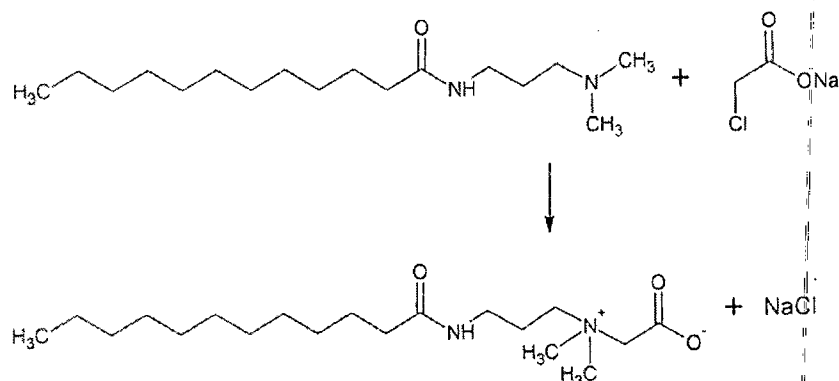
- Glutamato disódico de cocoilo y glutamato monosódico de cocoilo (Disodium Cocoyl Glutamate and Sodium Cocoyl Glutamate):** Es un surfactante aniónico derivado del aceite de coco (producto natural vegetal) y aminoácidos provenientes del proceso de fermentación de la caña de azúcar (producto natural vegetal). La obtención del glutamato disódico de cocoilo se hace a partir del ácido graso de coco y glutamato disódico. El aceite de coco es una mezcla compleja de ácidos grasos, constituido mayoritariamente por el ácido cáprico (10 átomos de carbono), ácido láurico (12 átomos de carbono), ácido mirístico (14 átomos de carbono) y ácido palmítico (16 átomos de carbono)³.



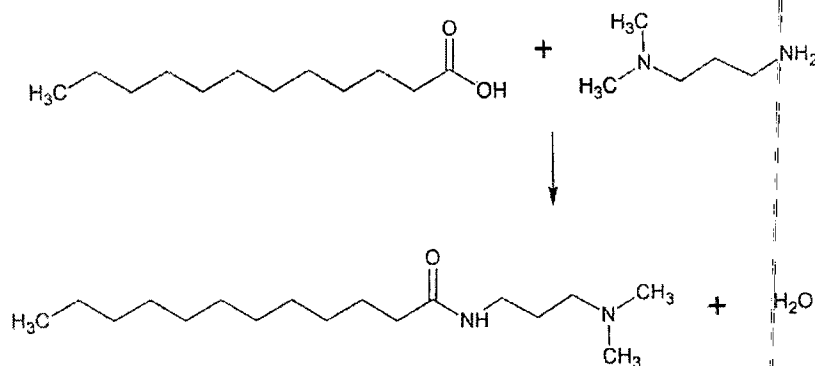
El glutamato disódico y el glutamato monosódico se obtienen a partir del ácido glutámico e hidróxido de sodio. Esta materia prima es libre de petroquímicos.



- Cocoamidopropil betaina:** Se utiliza como un refuerzo de espuma en champús y productos de baño como jabones y geles. Se obtiene a partir de la reacción de la dodecilamidopropildimetilamina con cloroacetato de sodio⁴.



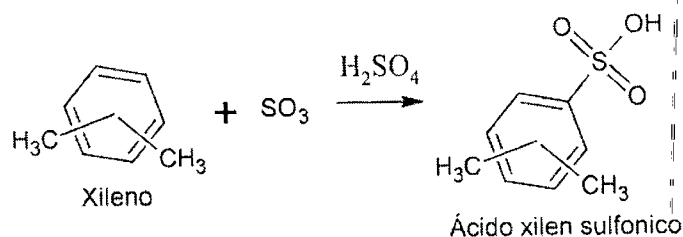
La síntesis de dodecilamidopropildimetilamina se lleva a cabo por medio de la reacción de ácido láurico (materia prima vegetal) con dimetilaminopropilamina⁴ (materia prima obtenida a partir de productos petroquímicos).



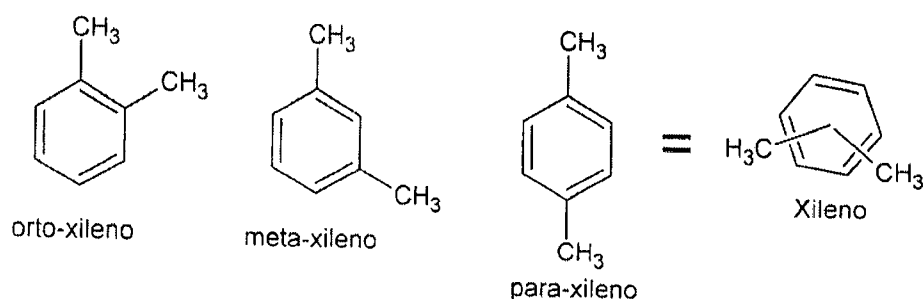
La síntesis de dimetilaminopropilamina se realiza por la reacción de dimetilamina con acrilonitrilo. Por su parte, el acrilonitrilo se da por la reacción entre amoníaco, oxígeno gaseoso y propileno⁵ (compuesto de origen petroquímico). Así mismo, la dimetilamina se obtiene por la reacción de metanol con amoníaco.

En otro sentido, el cloroacetato de sodio es producido empleando ácido cloro acético con cloruro de sodio. El ácido cloro acético se obtiene con la mezcla de ácido acético y cloro gaseoso. Mayores detalles de la síntesis y obtención de la aminopropilbetaina se encuentran en el documento adjunto, en él se muestra que este compuesto proviene de fuentes petroquímicas.

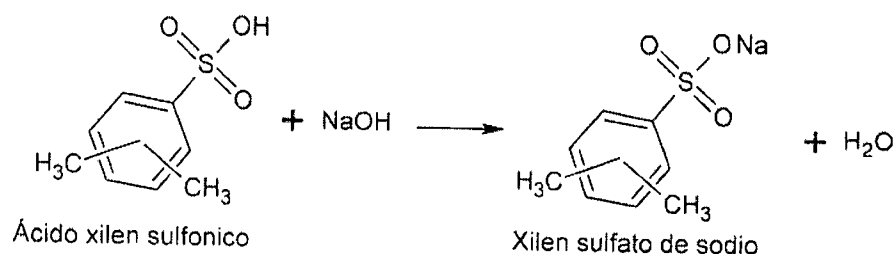
- **Xileno sulfato de sodio o xilen sulfato de sodio (Sodium Xylene Sulfate):** Es un hidrótopo aniónico (no es considerado tensoactivo ya que tiene una corta cadena de carbonos, C6) derivado del xileno y el gas de SO_3 , reacción que es llamada sulfonación⁶.



El xileno es un derivado dimetilado del benceno, por lo que se pueden generar 3 moléculas de xileno que se diferencian en la posición en la cual están ubicados los dos grupos metilos. Los xilenos se encuentran en los gases de coque, en los gases obtenidos en la destilación seca de la madera y en algunos petróleos. Esta materia prima proviene de fuentes petroquímicas.



Por otra parte, el xilen sulfato de sodio se obtiene por neutralización del ácido xilen sulfónico con soda cáustica. Esta materia prima proviene de fuentes petroquímicas.



En conclusión, la obtención de los tensoactivos lauril sulfato de sodio, lauril sulfato de amonio, glutamato disódico de cocoilo y glutamato monosódico de cocoilo puede llevarse a cabo por medio de fuentes naturales, es decir, estos compuestos son considerados "**compuestos de origen natural**". Por otra parte, los compuestos cocoamidopropilbetaina y xilen sulfato de sodio solo pueden obtenerse a partir de fuentes petroquímicas, es decir, son compuestos denominados "**materias primas de origen petroquímico**". Finalmente, la producción de lauril éter sulfato de sodio y lauril éter sulfato de amonio depende de la ruta de síntesis empleada para su fabricación, ya que como se mostró en este documento, puede llevarse a cabo por medio de tratamiento petroquímico o por medio de tratamiento bioquímico.

Atento a cualquier Verificación personal o telefónica.

Cordialmente,

Andrés M. Carrillo R

Andrés Mauricio Carrillo Romero
M. Sc. Química
Universidad Nacional de Colombia
C.C 1013611823
Tel: 3144626641

Bibliografía

1. Ruppá M., Ruback W., Klemma E. (2013). Alcohol ethoxylation kinetics: Proton transfer influence on product distribution in microchannels. Chemical Engineering and Processing 74:187-192.
2. Bendejacq D., Mabilie C., Adamy M., Viot J.-F., Wong I. (2011). Alternative ingredients for sustainable shampoo development. Cosmetics & Toiletries magazine. 126(8):564-571.
3. Gopala A. G., Raj G., Bhatnagar A. S., Prasanth P.K., Chandrashekar P. (2010). Coconut Oil: Chemistry, Production and Its Applications - A Review. Indian Coconut Journal. 15-27.
4. H. I. Leidreiter, B. Gruning y D. Kaseborn. Amphoteric surfactants: processing, product composition and properties. International Journal of Cosmetic Science 19, 239-253 (1997).
5. The Sohio Acrylonitrile Process. American Chemical Society National Historic Chemical Landmarks. Retrieved 2013-05-13
6. Seyhan Ege. Química orgánica: estructura y reactividad, Volumen 2. Reverte, 1997. Pág. 873.

Alternative Ingredients for Sustainable Shampoo Development

Denis Bendejacq, PhD; Caroline Mabilie, PhD; Monique Adamy; and Jean-François Viot, PhD

Rhodia Aubervilliers Research & Technical Centre, Aubervilliers, France

Irene Wong, PhD

Rhodia Asia Pacific Pte Ltd, Singapore

KEY WORDS: *sustainability, cleansing, hair conditioning, petrochemical, plant, ethylene oxide-free, sulfate-free, sodium laureth sulfate, cocamidopropyl betaine*

ABSTRACT: *In this article, several ingredients are reviewed for development of sustainable shampoo formulations. Some of the functional ingredients reviewed are plant-based alternatives to existing, petro-sourced ingredients while others are mild, sulfate-free and/or ethoxylate-free alternatives to existing surfactant systems, thickening solutions for challenging media based on naturally derived polymers and efficacy boosters that reduce the use of non-renewable actives with equal benefit for the consumer.*

Sustainability should not be defined by its separate factors such as renewable resources, carbon emissions, toxicity to the environment or human health, but it should be considered as the whole. More than a collection of technical challenges, it is a responsible approach that global companies are trying to define and implement in multiple and complementary areas such as corporate social responsibility, manufacturing, product profiling and sourcing.

In personal care, ingredients such as synthetic polymers, silicones, ethoxylated surfactants and preservatives are commonly used, proposing a challenge for raw material manufacturers to create ingredients that are sustainable with equal performance.

The aspect of sustainability that perhaps is most perceivable for the consumer is the emergence of resource-oriented raw materials with a better green profile such as those of vegetable origin rather than animal or petrochemical origin. Although designing such raw materials with a more sustainable profile will be successful in a

limited number of cases, a new origin for petrochemical- or animal-derived ingredients (non renewable origins) is of value, specifically when the ingredient widely is used around the globe. Sodium laureth sulfate (SLES) is an example of a widely used ingredient in the personal care industry. Its frequent use justifies the review and redesign of its production process and petrochemical origin (non-renewable).

SLES is difficult to replace with raw materials with a different chemistry because of its unique foaming, cleansing and structuring properties.

Some manufacturers of sustainable personal care products utilize the claim ethylene oxide (EO)-free, which often is associated with sulfate-free products. This claim is challenging for formula-

tors, as it involves the total replacement of EO-based surfactants like SLES. The substitutes must maintain the formulation ease of using SLES (body wash, shampoo) while providing the level of performance expected by the consumer (foam, cleansing, mildness, conditioning). Recent surfactant structures and additives have been created that are free of EO and/or of natural origin, can offer pleasant cleansing, and perform according to the consumer's needs. When certain raw materials cannot be easily replaced due to their unique properties (i.e., silicones for their silky feel), finding ingredients that make formulations more efficient remains one of the main challenges for formulators.

Table 1 lists the raw material families discussed in this article to address different approaches of sustainability from top to bottom. These raw materials include: an anionic, plant-based SLES^a as a replacement for the conventional petro-based grade^b; an EO-free and sulfate-free surfactant concentrate^c, as a replacement for the conventional SLES/cocamidopropyl betaine (CAPB) system; amphoteric, either hydroxysultaines^d or amphotacetates^e as replacements for

^a Rhodapex ESB-70 Nat (70% w/w active) (INCI: Sodium Laureth Sulfate) is a product of Rhodia Inc., Paris.

^b Rhodapex ESB-70 (70% w/w active) (INCI: Sodium Laureth Sulfate) is a product of Rhodia Inc., Paris.

^c Mackadet SFC-1 (40% w/w solids) (INCI: Water (aqua) (and) Disodium Lauryl Sulfosuccinate (and) Sodium Lauroamphohydroxypropylsulfonate (and) Cocamidopropyl Hydroxysultaine (and) Cocamide MIPA (and) Cocamidopropyl Betaine (and) Decyl Glucoside) is a product of Rhodia Inc., Paris.

^d Mackam CBS 50G (INCI: Cocamidopropyl Hydroxysultaine) is a product of Rhodia Inc., Paris.

^e Miranol Ultra L32 or C32 (INCI: Sodium Cocoyl Lauro-amphoacetates) are products of Rhodia Inc., Paris.

Table 1. Sustainability of raw material alternatives

	% Renewable Molecular Weight	% Renewable Carbon Index	Biodegradable (Y/N)	Regarded as Harmful to the Environment (Y/N)	Dioxide- free	Preservative- free
Anionics/Sulfates						
Sodium Laureth Sulfate ^a	86	100	Y	N	•	•
Surfactant Blend ^c	53	73	Y (Expected)	N	•	•
Amphoterics						
Cocamidopropyl Hydroxysultaine ^d	41	69	Y	N	•	•
Sodium Coco- and Lauroamphoacetate ^e	50	67	Y	N	•	•
Natural Polymers/Rheology Modifiers						
Guar Gum ^g	100	100	Y	N	•	•
Hydroxypropyl Guar ^h	70-87	63-83	N	N	•	•
Xanthan Gum ⁱ	100	100	Y	N	•	•
Natural Polymers/Conditioners						
Hydroxypropyl Guar						
Hydroxypropyltrimonium Chloride ^j	76	71	N	N	•	•

Table 2. Sustainable formulations

	Formula A	Formula B	Formula C	Formula D	Formula E	Formula F
Water (aqua)	qs to 100%	qs to 100%	qs to 100%	qs to 100%	qs to 100%	qs to 100%
Surfactant						
Sodium Laureth Sulfate ^{a, b}	20.0%					
Sodium Laureth Sulfate (Empicol ESB 3M, Huntsman)			51.85%		37.0%	44.4%
Disodium Laureth Sulfosuccinate (Mackanate EL, Rhodia)		23.6%				
Coco- or Lauroamphoacetates ^c	Constant dose 6.6%				0-10	0-13.4
CAPB ^f			6.6%		0-10	
Cocamidopropyl Hydroxysultaine ^d		4.2%				
Coco-glucoside ^e						0-8
EO-free, sulfate-free blend ^c				39.0%		
Functional Polymers						
Guar or Hydroxypropyl Guar						
Hydroxypropyltrimonium Chloride ^{g, h, i, j, q}			0-0.5	0-0.5	0.3	0.2
Polyquaternium-7 ⁱ or -10 ^s		0-0.5				
Xanthan Gums ⁱ	1 total, variable					
Guar or Hydroxypropyl Guar ^{g, h}	1 total, variable					
Active Ingredients						
Dimethicone Emulsion (0.6µm)			1.54%		3.1%	3.1%
Sodium Chloride	variable dose		1.5%		qs to 7000 cP	1.0%
Citric Acid Sodium Hydroxide	qs to pH 5	qs to pH 6.5	qs to pH 5	Variable pH	qs to pH 5.5	qs to pH 5.5
Preservative	qs	qs	qs	qs	qs	qs

CAPB^f; naturally derived polymers, either nonionic guar^{g, h} or xanthanⁱ to provide adequate viscosity and/or ability

^a Mirataine BET C-30 (30% w/w active) (INCI: Cocamidopropyl Betaine) is a product of Rhodia Inc., Paris.

^g Jaguar S (100% w/w solids) (INCI: Guar Gum) is a product of Rhodia Inc., Paris.

^h Jaguar HP10S (100% w/w solids) (INCI: Hydroxypropyl Guar) is a product of Rhodia Inc., Paris.

ⁱ Rhodicare T (100% w/w solids) (INCI: Xanthan Gum) is a product of Rhodia Inc., Paris.

to suspend in these surfactant media, or cationic guar^j with less impact on the environment yet still providing conditioning to hair. The table also gives the formulator important information regarding the use of these materials such as the computed percentages of renewable molecular weight; the

^j Jaguar C162 (100% w/w solids) (INCI: Hydroxypropyl Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride) is a product of Rhodia Inc., Paris.

computed percentages of renewable carbon index; the biodegradability; the impact on the environment according to the European Commission criteria; the absence of several chemicals (i.e., dioxane, preservatives, formaldehyde, paraben, EDTA and sulfates; and the classification with respect to different recognized standards, i.e., Ecocert, Whole Foods and the Natural Products Association (NPA).

Formaldehyde-free	Paraben-free	EDTA-free	Sulfate-free	Ecocert	Whole Foods	NPA
•	•	•				
•	•		•			
•	•	•	•	•	•	
•	•	•	•	•	•	•
•	•	•	•	•	•	•
•	•	•	•		•	

Materials and Methods

Shampoos were made with combinations of the ingredients from Table 1 to illustrate the design of more sustainable cleansing products. These shampoos were compared to shampoo formulations containing the conventional surfactant systems SLES and CAPB in different proportions. A silicone (non-commercial dimethicone emulsion with 65% w/w active) oil was often added to the sustainable shampoo formulation to provide conditioning. When necessary, sodium chloride (NaCl) was added to adjust the viscosity of the formulation to the desired level, as measured with a viscometer[†] (spindle 5, 10 rpm).

Table 2 provides six examples of sustainable formulations, each formulated to fulfil a different need. Included is a shampoo formulation based on plant sourced and petro sourced SLES (Formulation A); a sulfate-free formulation texturized with mixtures of naturally derived polymers (Formulation B); a formulation with enhanced deposition of silicone oil using naturally derived guar compared to other polymers (Formulation C); a formulation with an EO free and sulfate-free concentrate (Formulation D); a formulation with enhanced deposition of silicone oil using amphotacetates rather than conventional CAPB (Formulation E); and a formulation with the synergistic combination of amphotacetate and coco glucoside (Formulation F).

In house evaluations[‡] (i.e., dimethi-

cone depositions, combing benefits[™], sensorial assessments) were conducted by applying 1g shampoo on 5 g hair tresses (i.e., 20% w/w dose), either virgin or damaged, by single- or double-bleach procedures. In the particular case of SLES, either petro- or plant-sourced, life cycle assessments were performed according to the International Organization for Standardization 14040–14044 standards (ISO 14040–14044) and reviewed by an independent expert.

Replacing SLES in Sustainable Formulations

SLES is a widely used anionic surfactant in personal care, as more than 70%[§] of all cleansing products (mostly in the personal care market) launched by 2011 were based on this ingredient. SLES is difficult to replace with raw materials of a different chemistry because of its unique foaming, cleansing and structuring properties.

Replacing SLES with a more eco-friendly version is not always sufficient. The EO-free trend specifically aims for the total replacement of conventional EO-based surfactants like SLES to obtain formulas with the associated claim. Such a replacement of the whole surfactant system with an EO-free and often a sulfate-free alternative presents challenges for the formulator, such as achieving mildness for the consumer

[†] Miniature Tensile Tester is a device manufactured by Diastron Ltd., Broomall, Penn., USA.

[‡] Figure was calculated based on a number of searches on the Global New Product Database, a resource of Mintel, London.

[§] DV II viscosimeter is a device manufactured by Brookfield Engineering Laboratories Inc., Middleboro, Mass., USA.

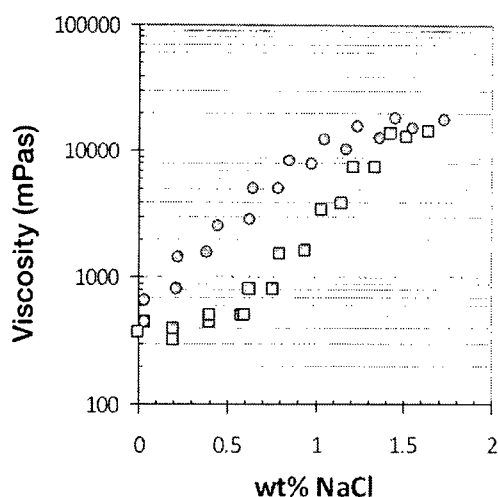


Figure 1. Petro- (orange) vs. bio-derived (green) SLES in combination with cocamidopropyl betaine (squares) or sodium cocoamphoacetate (circles)

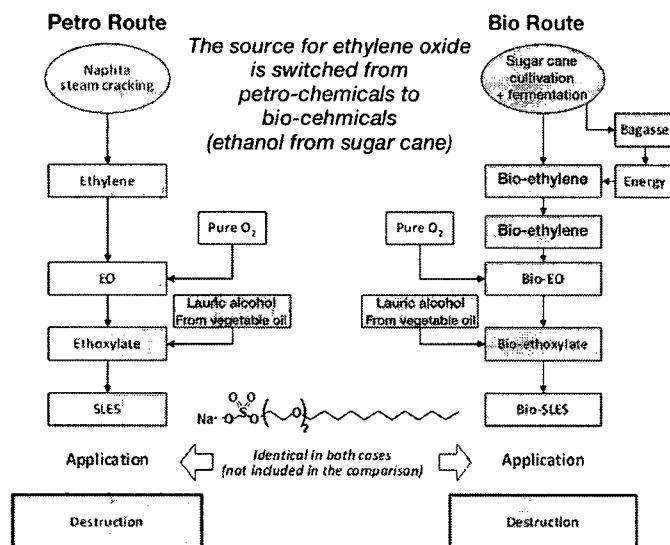


Figure 2. The petro (left) and bio routes (right) leading to the production and destruction of SLES

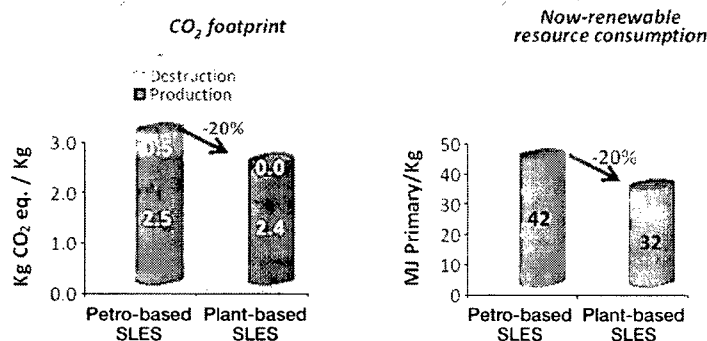


Figure 3. Carbon dioxide (CO₂) footprint and consumption of non-renewable resources for petro- and bio-sourced SLES

while maintaining the expected thickness and foaming. Totally replacing SLES often results in reconsidering the whole formulation and its performance.

Formula benefits: Because SLES is difficult to replace with raw materials of a different chemistry, it is necessary to replace it with an innovative grade of SLES that is as efficient as the existing ones yet with a more sustainable profile. Figure 1 illustrates how a vegetable-based SLES grade compares to its petro-derived equivalent by plotting the viscosity and salt concentrations of petro- (orange) and bio sourced (green) SLES, when 14% w/w solids are combined with 2% w/w cocamidopropyl betaine (squares) or 2% sodium cocoamphoacetate (circles). The minor shifts existing between the curves originate from a difference in the buffers used for the two SLES grades (i.e., citric acid (and) phosphate vs. citric acid). Both ingredients show the same viscosity profiles, whether formulated with a CAPB or sodium cocoamphoacetate. Overall, the two grades seem to formulate the same.

Petro- vs. bio-sourcing of SLES: The classical petrochemical route used to synthesize conventional SLES, as shown in Figure 2, is based on naphta steam cracking, which dilutes a hydrocarbon feed (such as naphta or ethane) in gas or liquid forms with steam and heats the mixture in a furnace without the presence of oxygen. It results in breaking large saturated hydrocarbons into smaller ones (often unsaturated), effectively producing olefins such as ethylene and propylene. This process produces the ethylene necessary to form the ethylene oxides that are grafted onto lauryl alcohol to produce the lauryl alcohol ethoxylate that becomes a sulfate.

On the other hand, the bio-based sourcing of SLES illustrated in Figure 2 utilizes a renewable resource (sugar cane) and an eco-friendly reaction (fermentation), which benefits from the use of sugar cane by products (bagasse) to generate the energy that will be used during fermentation. The method effectively produces bio-ethanol, bio-ethylene and bio-EO. As both the petro derived and the bio derived SLES have the same performance and behavior during application, a comparative life cycle assessment should be conducted that considers the production

steps and the end of life (destruction by total oxidation). While the performance of a chemical (here SLES) is directly proportional to the dose in the formula, the production and destruction of that chemical are characteristic of the ingredient's chemistry.

Environmental impact of production: Plant and petro based SLES (based on 100% active) were compared for their carbon dioxide footprint and the consumption of non renewable resources, as shown in Figure 3. The life cycle assessment accounts for the production and destruction of the two products, which have equivalent applicative performances. As shown in the figure, the carbon dioxide footprint and the consumption of non renewable resources were both reduced by about 20% when one goes from a conventional petro-based SLES to a sugar cane-based SLES. With its 86% vegetal origin, its 100% renewable carbon and a production process designed to benefit from its wastes to generate energy, this SLES grade is an example of how the sourcing and production of a raw material can be revisited to meet sustainability requirements.

Naturally Derived Thickening Polymers

From a formulation standpoint, the thickening of sulfate free and/or EO free formulations can be rather difficult, since traditional solutions used by formulators (salt) often fail at building viscosity in these media. The use of a mixture of naturally derived polymers, such as modified guar and xanthan gum, can provide a thickening solution. With a 70-87% vegetable origin and 63-83% renewable carbon for HP guar and a 100% vegetable origin and 100% renewable carbon of the xanthan gum, the use of this blend of natural polymers allows for the formulation of natural, mild and sulfate-free cleansing products.

Guar gum is a polysaccharide extracted from the guar beans seeds. It is a vegetable and renewable resource. Hydroxypropyl modification (HP) of the material improves the speed of hydration, compatibility with surfactant and transparency. The use of HP guar alone as a rheology modifier in surfactant systems will provide an efficient

thickening, moderate shear-thinning rheology and no yield stress, hence no particle suspension. On the other hand, xanthan gum is an anionic polysaccharide obtained from fermentation of carbon hydrates by xanthomonas-type microorganisms. As a rheology modifier in surfactant systems, xanthan gum provides a high shear-thinning rheology and strong suspension properties. However, used at a high level in a formulation, the latter becomes jelly, a clear negative for the consumer.

These two naturally derived polymers are well-known to have a genuine synergistic association, which takes place between the double-helix of the xanthan gum and the mannan segment of guar.² Therefore, the formulator can benefit from the best of both, obtaining formulations with a shear-thinning behavior that allow for easy extraction from the packaging and ease of application for the consumer and a yield stress sufficient to disperse and stabilize different actives like exfoliating particles, emollient capsules or oil droplets. When put in a sulfate-free surfactant system, a mixture of HP guar and xanthan gum can provide an optimum thickening efficiency, combined with a high clarity and a tunable yield stress through an adequate choice of the ratio between the two polymers.³

Figure 4 shows how different ratios of xanthan gum vs. hydroxypropyl guar at a total solid concentration of 1.0% w/w change the properties of a surfactant system made of 9.2% w/w disodium laureth sulfosuccinate and 1.8% w/w cocamidopropyl hydroxysultaine as milder replacements for an SLES/CAPB combination. Also shown are images of the same formulations containing dispersed beads stabilized with the yield stress provided by polymers. It can be concluded that this polymer combination allows the formulator to fine tune the yield and transmittance without compromising the viscosity. When alone, the hydroxypropyl guar provides only moderate viscosity, no yield stress but high transparency. On the other hand, xanthan gum alone provides high yield stress with a reduced transmittance. The mixture of both offers a compromise between these three parameters, important for the formulator and the consumer.

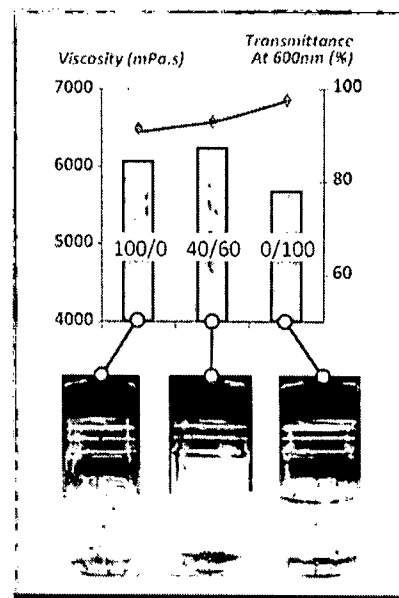


Figure 4. Varying ratios of xanthan gum/hydroxypropyl guar gum in a disodium laureth sulfosuccinate/cocamidopropyl hydroxysultaine system with their associated formulations pictured

Surfactant Systems Without Sulfates or EO

From an application standpoint, replacing SLES with sulfate-free and/or EO-free ingredients is not without consequences. Not only is the thickening of the formulations more challenging, but the flocculation mechanism that makes formulations work on skin or hair, can be greatly affected. Most shampoos rely on the association that occurs upon use and dilution between surfactant micelles, mostly anionic, and cationic polymers usually are added to provide conditioning benefits such as improved combing, hair and skin softness, etc. Once the whole surfactant system is changed, the interaction with the cationic polymer is significantly impacted and the performance is impacted as a result. However, sulfate-free surfactant systems do exist that are easy to thicken and provide a pleasant cleansing experience with excellent application performances. Indeed, smart mixtures of several surfactants based on disodium laurylsulfosuccinate and sodium lauroamphohydroxypropyl sulfonate have been recently developed.

Figure 5 shows that it is possible to build viscosity in a formulation based on a blend of sulfate-free surfactants by adjusting the pH. In the absence of a silicone oil, a conditioning shampoo

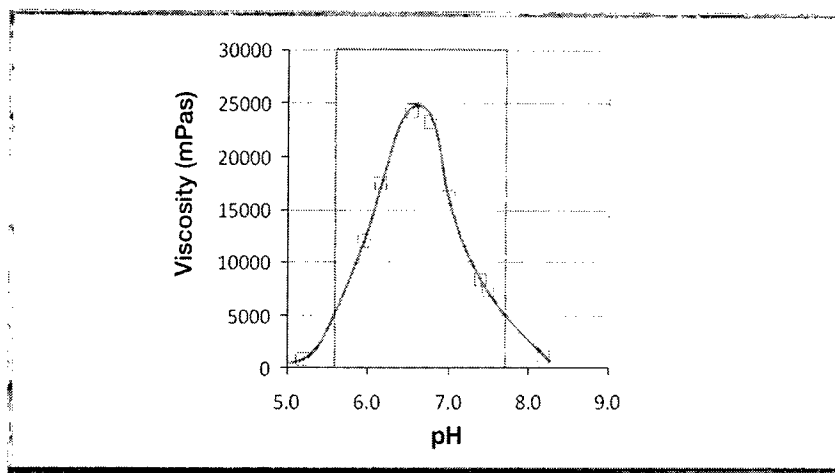


Figure 5. pH adjustment on a sulfate-free surfactant system

formulated with this blend of surfactants^c combined with 0.3–0.5% w/w guar hydroxypropyltrimonium chloride^e not only provides the sensorial experience of a rich, dense foam that is generated during lathering, but also excellent conditioning performances in bleached hair. To illustrate the improvement in combing force, Caucasian hair tresses were washed with a shampoo formulated with 16% w/w surfactants, either 14% SLES and 2% CAPB or 39% of the surfactant blend (16% active) and 0.4% guar hydroxypropyltrimonium chloride. Sensorial attributes were tested with the same combinations of surfactants but with 0.3% guar hydroxypropyltrimonium chloride. The combing improvement in bleached hair with the EO- and sulfate-free shampoo is better than the combing achieved with a conventional combination of 14% SLES and 2% CAPB, one at the same concentration of surfactants in the formulation. Thus, high performing cleansing products based on an EO-free and sulfate-free system that are easy to formulate and thicken can be designed.

Reducing Silicone Content

Silicone oils frequently are used in personal care formulations. For now, replacement technologies cannot match the benefits of silicones such as the silky feel resulting from a silicone-based shampoo. However, some manufacturers are formulating silicone-free or silicone-reduced solutions with solutions able to boost the delivery of oils,

^aJaguar Excel (100% w/w solids) (INCI: Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride) is a product of Rhodia Inc., Paris.

whether natural or silicones.

Structured surfactants: A recent paper discussed how structuring a surfactant system into multilamellar vesicles can either reduce the amount of silicone in formulations by increasing their delivery or help natural oils deposit.⁴ The yield provided by these closely packed, water swollen surfactant assemblies effectively helps stabilize natural oils, such as sunflower oil, without pre-emulsifying them. Their delivery on hair effectively leads to shampoos free of silicones, yet with sensorial profiles equivalent to a well-known dimethicone-containing leading international brand. Once the formulator learns to use existing surfactants by structuring them into multilamellar vesicles instead of just conventional micellar systems, it is possible to design a silicone-free formulation that will satisfy the consumer. Obtaining the same with a conventional micellar system would require a pre-emulsification of the natural oil (implying additional surfactants and energy) and the addition of a rheological active able to provide yield (like acrylates copolymers) to durably stabilize the emulsion in the shampoo bottle. A structured medium is simply able to do both at the same time.

The total replacement of silicones is not always possible. In this case, being able to deposit silicone in a much more efficient way is also of great importance to help reduce the use of this non-renewable resource. Multilamellar vesicles are effective at boosting the silicone deposition, as they can help multiply the deposition by a factor from 2 to 10 compared to a conven-

tional micellar formulation. Therefore, a formulator could use structured surfactants rather than micellar ones to achieve a better deposition and reduce the silicone content of a formulation. However, other technologies such as polymers, can help obtain the same result from conventional SLES based micellar formulations with a nice twist—a better green profile.

Guar deposition aids: Guar polymers are known silicone deposition aids. Once guar gum has been cationically modified to enhance its affinity for hair, the final modified guar contains more than 90% vegetable material, with up to an 83% renewable carbon index. It is usually produced as a 100% solids powder, requiring less volume shipped and stored, and does not require the use of preservatives. In a silicone-containing formulation, such cationic guar^{a-f} are more efficient than modified celluloses (polyquaternium-10^g) or the popular synthetic cationic polymer (polyquaternium 7^h). Deposition of 1% dimethicone was compared among the cationic guar^{a-f}, polyquaternium 10 and polquaternium 7, all at 0.2% w/w in a surfactant system of 14% SLES, 2% CAPB and 1.5% sodium chloride. It was concluded that the cationic guar^a resulted in higher silicone deposition, with 43% and 53%^f silicone deposition compared to 13.6% silicone deposition for polyquaternium-7 and 4.9% silicone deposition for polyquaternium 10.

The synergy of cationic guar^a with amphoacetates (ingredient suitable for Ecocert and Whole Foods formulations) allows modified guar to help reduce the consumption of silicones without compromising on the benefit for the consumer. The deposition of 2% dimethicone was compared in three shampoo formulations that were all formulated with 0.3% hydroxypropyl guar hydroxypropyltrimonium chloride: one formulated with 10% SLES and 3% cocoamphacetate, one formulated

^aJaguar C135 (100% w/w solids) (INCI: Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride) are products of Rhodia Inc., Paris

^fJaguar C17 (100% w/w solids) (INCI: Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride) are products of Rhodia Inc., Paris.

^gUCare JR-400 (100% w/w solids) (INCI: Polyquaternium-10) is a product of The Dow Chemical Company, Midland, Mich., USA

^hMirapol 550 (9% w/w solids) (INCI: Polyquaternium-7) is a product of Rhodia Inc., Paris.

with 10% SLES and 3% lauroamphoacetate and one formulated with 10% SLES and CAPB. Sodium chloride was added to adjust the viscosities to 7000cP (10rpm) in formulations of pH 5.5. While the combinations of cocoamphoacetate and lauroamphoacetate with the cationic guar deposited 21.4% and 19.7% of the silicone, respectively, the formulation with CAPB and cationic guar deposited 8.3% of the silicone. This shows how formulators can benefit from combining the naturally derived polymer with amphotericates to improve silicone deposition. Interestingly, combining amphotericates with alkyl polyglucosides^a in the presence of a conventional cationic guar increases the silicone oil deposition on hair tresses more. This was tested by comparing the distribution of 2% w/w dimethicone in three different shampoos, all formulated with 12% SLES, 0.2% guar hydroxypropyltrimonium chloride and 1% sodium chloride: one formulated with 2% sodium cocoamphoacetate, one formulated with 2% coco glucoside and one formulated with both. The combination of amphotericates with alkyl polyglucosides produced a 36.2% silicone deposition yield, whereas the sodium cocoamphoacetate and coco glucoside produced a 25.2% and 22.8% silicone deposition yield, respectively. This use of surfactant synergy helps reduce the amounts of silicone wasted

^a Plantacare 818 (50% w/w active) (INCI: Coco glucoside) is a product of Cognis Inc., now part of BASF AG, Ludwigshafen, Germany.

and paves the way for the development of silicone-reduced, yet high-delivering conditioning shampoos.

Conclusion

Considering the complexity and number of ingredients in today's personal care formulations, a 100% sustainable formulation is a challenging task. As illustrated by this article, progress has been made to develop sustainable formulations with ingredients that have less impact on human health (EO-free, sulfate-free solutions like smart surfactant systems), reduced consumption of non-renewal resources (by going from a petrochemical to a natural sourcing), less impact on climate change (improved production processes with less carbon dioxide equivalent emissions), lower ecotoxicity (with readily or 100% biodegradable products such as guar or xanthan gums) and reduction of water consumption for the production of all these ingredients. This additional aspect of the problem, rarely spoken of, will probably constitute one of the major challenges that manufacturers will face in the future, as drinking water will become a resource important to protect.

Indexes, such as the Dow Jones Sustainability Index, now award those manufacturers that are the most active in the area of social and environmental responsibility. For now, only 250 companies have been granted this index, among which only nine chemical companies have been repeatedly awarded throughout the years. The development of such

recognition will hopefully push manufacturers to improve their production processes and develop new environmentally and user-friendly products.

The life cycle assessment employed in this study is a valuable tool to quantitatively assess the impact on the environment of the entire life cycle of a product. It not only demonstrates benefits provided by new products brought to the market by innovation, but it also highlights remaining impacts that have to be diminished.

Acknowledgement: Rhodia's Consumer Care Laboratory in France and personal care team in Chicago contributed to the experimental work presented in this article. The authors are thankful to H Lannibois, V Biecnaymé, F Le-Pur and S Catarino for fruitful discussions.

To get a copy of this article or others from a searchable database, log on to www.CosmeticsandToiletries.com/magazine/pastissues.

References

Send e-mail to CT_author@allured.com.

1. C Mabile, *Novel conditioning and volumising guar polymer*, *Personal Care magazine*, Sept (2009) www.personalcaremagazine.com/Story.aspx?Story=5516 (Accessed Jun 3, 2011)
2. RL Davidson, *Handbook of Water Soluble Gums and Resins*, McGraw-Hill Book Co, New York (1980)
3. M Adami, *Efficient rheology control for cleansing formulations*, presentation at In-Cosmetics Milan, April 2011
4. D Bendejacq, C Mabile, V Picquet and E Gates, *Structured surfactant systems for high performance shampoos*, *Cosmet & Toil*, 125(11) 22-29 (2010)
5. WO1999036054 (ordered as EP1049456B1), Use in cosmetic compositions of amphoteric surface-active agents for precipitating cationic polymers in the dilute state, JM Ricca, assigned to Rhodia (July 1999)

C&T



COPYRIGHT INFORMATION

TITLE: Alternative Ingredients for Sustainable Shampoo
Development

SOURCE: Cosmet Toiletries 126 no8 Ag 2011

The magazine publisher is the copyright holder of this article and it is reproduced with permission. Further reproduction of this article in violation of the copyright is prohibited.

INFORME DE LABORATORIO No. 1

DEMOSTRACIÓN DE EFECTIVIDAD DE LOS RANGOS DE LOS MATERIALES DE LA COMPOSICIÓN

1. Nombre de los ejecutores:

- **Paola Andrea Lanziano Alonso:**

Ingeniera Química (Universidad Nacional de Colombia), especialista en Ciencia, tecnología cosmética (Universidad Nacional de Colombia). Miembro de SCS (Society in Cosmetic Science) y estudios en Diplomado en ciencia cosmética (De Montford University – SCS Distance Learning). Con 7 años de experiencia en desarrollo de productos de cuidado personal con aplicación en la industria.

2. Fecha de los ensayos

23 de marzo de 2016 a 31 de marzo de 2016
Laboratorio Cuidado Personal – Quila Colombia

3. Objetivos:

Evaluar la efectividad de las composiciones propuestas en los rangos particularizados, expuestos en las reivindicaciones 2, 3, 4 y 5 de la presente solicitud.

4. Metodología

Para definir el mayor número de ensayos posibles con los rangos establecidos para cada materia prima y demostrar la efectividad de la composición en cualquiera de esos rangos, se definió un modelo de diseño de experimentos que permite evaluar el rango definido para cada materia prima a través de un número límite de experimentos, a través del cual, se pueden analizar las variables de respuesta (principales parámetros) para todos los rangos.

El modelo de diseño de experimentos seleccionado para esta prueba fue el modelo Taguchi L8 para 6 factores, usando 2 niveles (rango de composición) y teniendo como variables de respuesta: nivel de espuma, pH y potencial de irritación (índice de proteína Zein).

El análisis de este diseño de experimentos se hizo a través de la herramienta Minitab 7.

A continuación se describen cada uno de los componentes del diseño de experimentos:

Factores	Proveedor	Niveles (%p/p)
Lauril éter sulfato de sodio (70% activo) (LESS)	Rhodapex ESB70Nat (Solvay)	4.29% - 7.14%
Lauril sulfato de sodio (29% activo)	Stepanol Wa Extra HP (Stepan)	16.40%-26.80%
Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo. (30% activo) (LSS)	Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	2.00%-3.30%
Lactato de lauril lactilo (L3)	Stepan mild L3 (Stepan)	0.12%-1.00%
Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (AQUAXYL)	Aquaxyl (Seppic)	0.60%-1.00%
Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), Isoleucinato de brásica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brásica y acetato de tocoferilo. (LIPOSOMA)	Liposoma Quala-4 HPVCC (Exel)	0.05%-0.30%

Tabla 1. Factores y niveles definidos para el DOE Taguchi

Las cantidades definidas para los componentes surfactantes aniónicos se definieron a partir del aporte de activo que aparece como rango en las reivindicaciones 7 a 9, y se explica a continuación:

- Rango definido para Lauril éter sulfato de sodio: 3.00% a 5.00% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 70% de material activo, se definen que los rangos en peso a probar son: 4.29% a 7.14%.
- Rango definido para Lauril sulfato de sodio: 4.76% a 7.5% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 29% de material activo, se definen que los rangos en peso a probar son: 16.41% a 26.80%.
- Rango definido para Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo.: 0.60% a 1.00% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 33% de material activo, se definen que los rangos en peso a probar son: 2.00% a 3.30%.

Teniendo en cuenta la información de la tabla 1, este es el diseño de experimentos resultante:

	LESS	LSS	AMISOFT	L3	AQUAXYL	LIPOSOMA
1	4,29%	16,4%	2,0%	0,12%	0,60%	0,05%
2	4,29%	16,4%	2,0%	1%	1%	0,30%
3	4,29%	26,8%	3,3%	0,12%	0,60%	0,30%
4	4,29%	26,8%	3,3%	1%	1%	0,05%
5	7,14%	16,4%	3,3%	0,12%	1%	0,05%
6	7,14%	16,4%	3,3%	1%	0,60%	0,30%
7	7,14%	26,8%	2,0%	0,12%	1%	0,30%
8	7,14%	26,8%	2,0%	1%	0,60%	0,05%

Tabla 2. Diseño de experimentos L8 Taguchi

4.1. Descripción de las pruebas:

4.1.1. Prueba de probeta para espuma:

Medición de la altura de espuma (ml) usando una probeta de vidrio graduada. Se parte de una solución al 1% en agua desionizada del producto muestra, luego se adicionan 100 ml de muestra a la probeta y se agita durante 20 ciclos completos, cada ciclo de 3 segundos. Luego se mide la altura de espuma final sobre la graduación de la probeta.

4.1.2. pH

Medición de pH con un potenciómetro Metter Toledo a 25°C.

4.1.3. Índice de proteína Zein (potencial de irritación)

Medición gravimétrica de la cantidad de proteína Zein no solubilizada, luego de ser sometida a una solución que contiene surfactantes. Se prepara una solución al 1% del concentrado de surfactantes y se ajusta el pH a 7.0. Luego se adicionan 25 g de esta solución a un recipiente que contiene 1.5 g de proteína Zein. Esta solución se agita a 350 rpm y 45°C durante 1 hora. Luego se lleva a cabo un proceso de separación usando primero una centrifuga a 2500 rpm por 15 minutos, luego se hace pasar un por filtro y se deja secar el residuo sólido durante 24 horas a 55°C. Finalmente se pesa el residuo sólido y se calcula la diferencia de proteína al inicio y final para estimar el número Zein.

$$\%Zein \text{ solubilizado} = \frac{(Zein_{total} - Zein_{secado})}{Zein_{total}} \times 100$$

4.1.4. Método de fabricación de los experimentos

Cada una de las fórmulas se hizo bajo el mismo procedimiento experimental para eliminar la variable de proceso entre cada experimento. A continuación se hace una descripción del mismo:

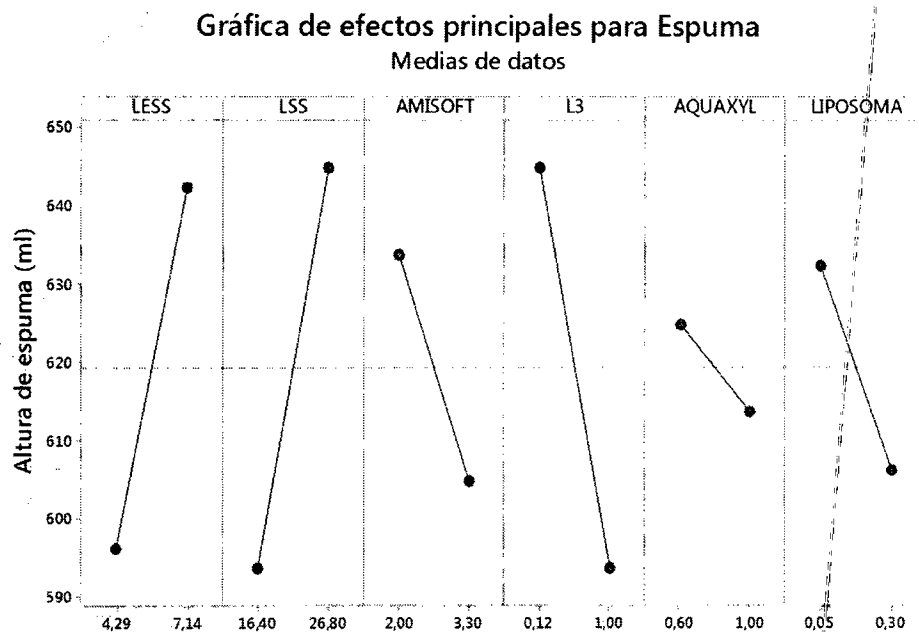
1. Adicionar al agua previamente calentada a 45°C el lauril éter sulfato de sodio y mantener con agitación rotor-estator 1500 rpm durante 30 minutos, hasta obtener una solución transparente.
2. Adicionar lauril sulfato de sodio y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
3. Adicionar Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
4. Ajustar el pH con ácido cítrico hasta alcanzar un rango de 6 a 7.
5. Agregar Lactato de lauril lactilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 15 minutos.
6. Adicionar Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
7. Finalmente, agregar el liposoma y mantener la agitación durante 10 minutos.
8. Medir los parámetros definidos como variables de respuesta

5. Resultados

5.1. Resultados del diseño en términos de la variable espuma

Como resultado del análisis del diseño puede verse en la gráfica 1 que la materia prima que más efecto tiene sobre la espuma son los surfactantes aniónicos: lauril éter sulfato de sodio, lauril sulfato de sodio y Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo, respectivamente. Así como el lactato de lauril lactilo (L3) también tiene efecto sobre la cantidad de espuma. Dentro del análisis de la influencia de esto ingredientes puede verse que los ingredientes indicados como lauril éter sulfato de sodio (LESS) y lauril sulfato de sodio (LSS) a mayor cantidad tienden a una mayor cantidad de espuma, sin embargo, este mismo

análisis sobre los ingredientes Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo (Amisoft) y lactato de lauril lactilo (L3) indican que a mayor cantidad reducen la cantidad de espuma producida.



Gráfica 1. Resultado del análisis de la variable espuma en el DOE Taguchi L8.

De igual forma, al ver la gráfica 1 se identifica que los ingredientes Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (AQUAXYL) y Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), Isoleucinato de brasica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo. (LIPOSOMA), no influyen la cantidad de espuma, por lo que tienen otra función dentro de la composición, como era de esperarse.

En cuanto a los rangos probados para las materias primas que componen la composición de la solicitud, se encuentra que los niveles alcanzados de espuma en todo el rango de experimentación, se encuentra dentro del rango aceptable para el parámetro: 590 a 650 ml por lo que el rango propuesto funciona para los resultados de este parámetro.

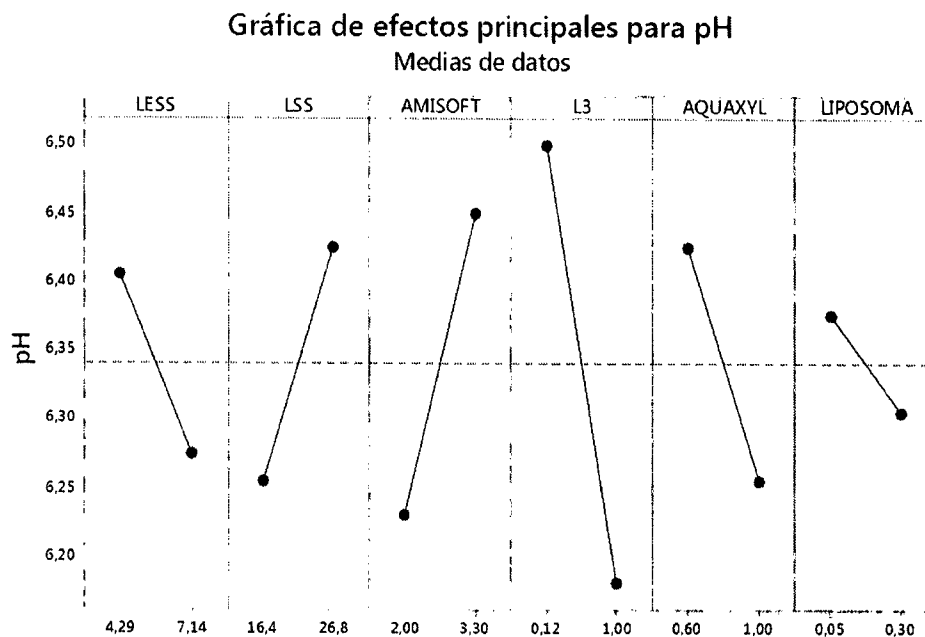
De manera que para este parámetro se rectifica los rangos para las materias primas como:

Factores	Niveles (%p/p)
Lauril éter sulfato de sodio (70% activo) (LESS)	4.29% - 7.14%
Lauril sulfato de sodio (29% activo)	16.40%-26.80%
Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo. (30% activo) (LSS)	2.00%-3.30%
Lactato de lauril lactilo (L3)	0.12%-0.20%
Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (AQUAXYL)	0.60%-1.00%
Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), Isoleucinato de brasica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo. (LIPOSOMA)	0.05%-0.30%

Para el caso de la materia prima Lactato de lauril lactilo (L3), se redujo el límite superior del rango propuesto en el diseño de experimentos de 1.0% a 0.20%, dado que este es el parámetro de la composición propuesta, que igual se demuestra en la gráfica 1, dentro del rango de funcionamiento para las composiciones.

5.2. Resultados del diseño en términos de la variable pH

Como resultado del análisis del diseño puede verse en la gráfica 2 que la materia prima que más efecto tiene sobre el pH es el lactato de lauril lactilo (L3), aunque los componentes Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo (Amisoft) y lauril sulfato de sodio LSS también tienen una influencia sobre el mismo. Los demás ingredientes no muestran una influencia significativa en el pH de la composición.



Gráfica 2. Resultado del análisis de la variable pH en el DOE Taguchi L8.

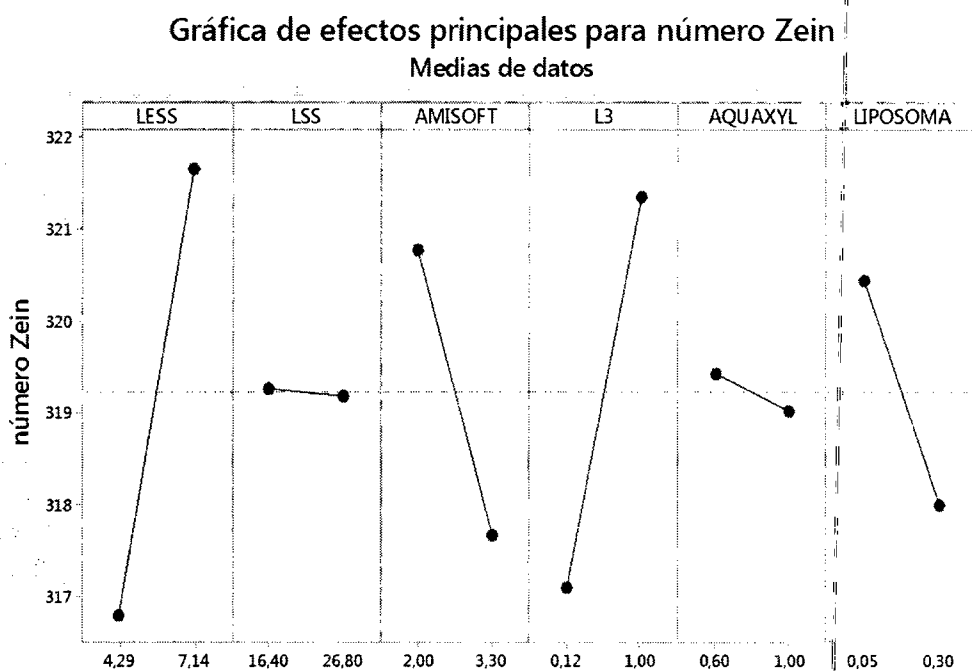
En cuanto a los rangos probados para las materias primas que componen la composición de la solicitud, se encuentra que los niveles alcanzados de pH en todo el rango de experimentación, se encuentra dentro del rango aceptable para el parámetro 6.1 a 6.5 por lo que el rango propuesto funciona para los resultados de este parámetro.

De manera que para este parámetro se rectifica los rangos para las materias primas como:

Factores	Niveles (%p/p)
Lauril éter sulfato de sodio (70% activo) (LESS)	4.29% - 7.14%
Lauril sulfato de sodio (29% activo)	16.40%-26.80%
Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo. (30% activo) (LSS)	2.00%-3.30%
Lactato de lauril lactilo (L3)	0.12%-0.20%
Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (AQUAXYL)	0.60%-1.00%
Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), Isoleucinato de brasica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo. (LIPOSOMA)	0.05%-0.30%

5.3. Resultados del diseño en términos de la variable número Zein

Como resultado del análisis del diseño puede verse en la gráfica 3 que las materias primas que más efecto tiene sobre el número Zein es el lauril éter sulfato de sodio (LESS), el lactato de lauril lactilo (L3) y el Glutamato disódico de cocoilo. Asimismo, puede verse que el liposoma también tiene un efecto sobre este número al variar la dosis.



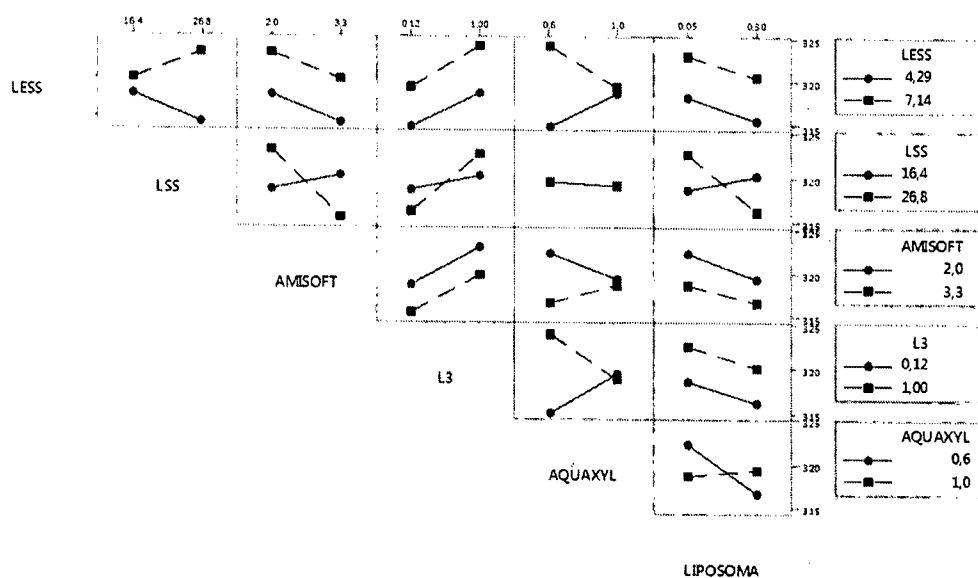
Gráfica 3. Resultado del análisis de la variable número de Zein en el DOE Taguchi L8.

Puede verse también en la gráfica 3 que las materias primas Lauril sulfato de sodio (LSS) y Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (Aquaxyl) no tienen influencia directa significativa en el rango probado. No obstante, después de hacer un análisis de interacciones entre materias primas (gráfica 4), a partir de los resultados del diseño se encontró que hay varias interacciones significativas entre los siguientes compuestos: Lauril sulfato de sodio y Glutamato disódico de cocoilo, Lauril sulfato de sodio y Lactato de lauril lactilo, Lauril sulfato de sodio y liposoma y finalmente entre liposoma y Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol.

Estos resultados pueden verse en la gráfica 4, en los cruces que existen entre materias primas. Como se ve en esta gráfica 4, la mayor interacción es con el componente lauril sulfato de sodio (LSS). Esto significa que si hay un efecto sobre el potencial de irritación de este ingrediente, que según la referencia (I. Pezron1, 1996) tiene un potencial de irritación medio – alto que está dentro del rango que genera irritación e inicio de descamación (número de Zein superior a 400).

De igual forma, se ve una interacción de los ingredientes liposoma y Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (Aquaxyl), lo que indica un efecto sobre esta variable de ambos componentes.

Gráfica de interacción para ZEIN Medias de datos



Gráfica 4. Resultado del análisis de interacciones de número de Zein en el DOE Taguchi L8.

En cuanto a los rangos probados para las materias primas que componen la composición de la solicitud, se encuentra que los niveles alcanzados de número de Zein en todo el rango de experimentación, se encuentra dentro del rango aceptable para el parámetro 315-322, que según la referencia (I. Pezron1, 1996) se encuentra dentro del rango de irritación bajo (Número Zein entre 200 y 400). De manera que el rango propuesto funciona para los resultados de este parámetro.

Factores	Niveles (%p/p)
Lauril éter sulfato de sodio (70% activo) (LESS)	4.29% - 7.14%
Lauril sulfato de sodio (29% activo)	16.40%-26.80%
Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo. (30% activo) (LSS)	2.00%-3.30%
Lactato de lauril lactilo (L3)	0.12%-0.20%
Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (AQUAXYL)	0.60%-1.00%
Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), Isoleucinato de brasica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo. (LIPOSOMA)	0.05%-0.30%

6. Análisis y conclusiones

Como se vio en los resultados expuestos, los rangos considerados para la composición propuesta demostraron que las variables de respuesta seleccionadas, cumplían con los parámetros esperados para dicha composición. A través de un modelo como el de diseño de experimentos Taguchi fue posible encontrar que estos rangos propuestos, si logran obtener composiciones que cumplen con los parámetros expuestos en la solicitud de patente, como lo muestra brevemente la tabla 1 de los ejemplos expuestos en la solicitud.

De manera más específica, se encontró que para la variable espuma si hay una influencia de algunos componentes que hacen que la espuma varíe dentro de un rango que se considera aceptable para la mezcla propuesta. De manera que como se expone en el punto 5.1, los rangos propuestos cumplen con la espuma deseada para la composición.

De igual forma, se hizo el análisis para la variable pH encontrando que la materia prima llamada L3 o lactato de lauril lactilo es quien tiene la mayor influencia sobre este parámetro, no obstante, el rango alcanzado por dicha composición, está dentro del rango permitido para la misma, considerando todas las variaciones de las demás materias primas. Por lo que para este parámetro también se cumple el rango.

Por último, en la sección 5.3 se exponen los resultados para la variable número Zein, que en todos los casos muestra una disminución significativa del número Zein con respecto al de las materias primas independientes como el lauril sulfato de sodio y lauril éter sulfato de sodio, que tiene número de Zein mayores a 400 (I. Pezron1, 1996). De manera que las mezclas consideradas y los rangos establecidos, logran disminuir este número presentando un poder de irritación menor en todos los casos. Asimismo, el rango propuesto también se cumple para este parámetro.

Además a través de este análisis se logró demostrar la influencia de todas las materias primas de la composición en los resultados de los parámetros de la invención.

7. Firmas



Paola Andrea Lanziano Alonso

8. Referencias

1. I. Pezron, L. G. (1996). Surface Interaction between a Protein Monolayer and Surfactants and Its Correlation with Skin Irritation by Surfactants. Journal of Colloid and Interface science (180), 285-289.
2. Solicitud Patente de Invención 14-1757-42. Composición de limpieza que contiene materias primas naturales, no derivadas de fuentes petroquímicas y método de preparación de la misma.
3. Resultado del examen de fondo. Exp 14-1757-42-5. Fecha 2015-12-17.

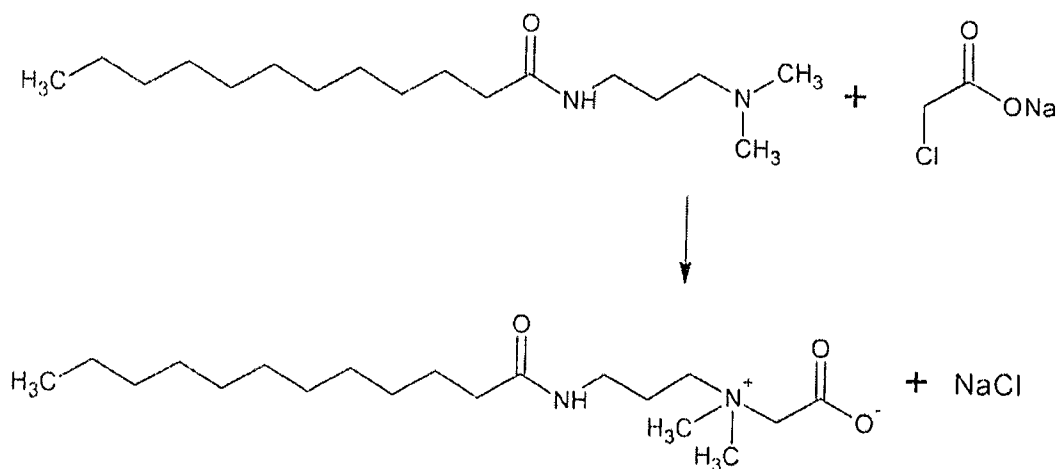
COCAMIDOPROPIL BETAÍNA

La cocamidopropil betaína (CAPB, por sus siglas en inglés) se utiliza como un refuerzo de espuma en champús y productos de baño como jabones y geles¹.

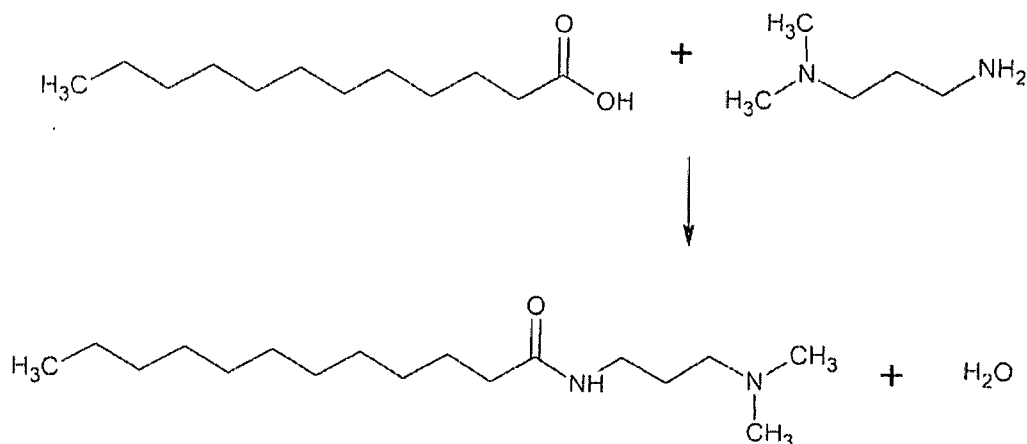
Química de la cocamidopropil betaína

La CAPB es un compuesto orgánico derivado de aceite de coco y dimetilaminopropilamina². Se trata de un ion híbrido, que consta tanto de un catión de amonio cuaternario y un carboxilato. El nombre refleja que la mayor parte de la molécula, el grupo de ácido láurico, se deriva de aceite de coco. A continuación se presenta una ruta sintética para la elaboración de la cocamidopropilbetaína de manera industrial:

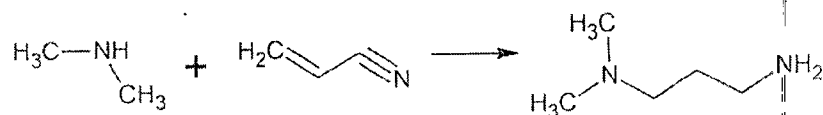
- Para la síntesis de la cocamidopropilbetaína se hace reaccionar la dodecilamidopropildimetilamina con cloroacetato de sodio³.



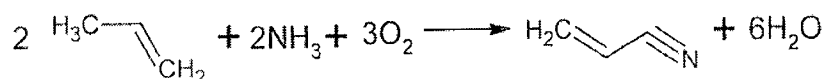
- La síntesis de dodecilamidopropildimetilamina se lleva a cabo por medio de la reacción de ácido láurico con dimetilaminopropilamina³.



- La síntesis de dimetilaminopropilamina se realiza por la reacción de dimetilamina con acrilonitrilo.



- La síntesis de acrilonitrilo se da por la reacción entre amoníaco y oxígeno gaseoso con el propileno⁴.



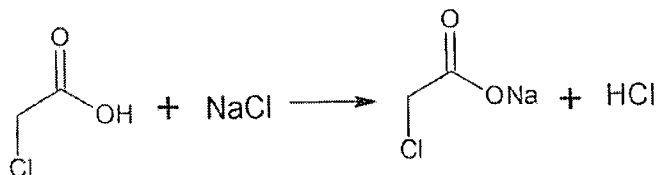
- La síntesis de la dimetil amina se lleva a cabo por la reacción de dos moléculas de metanol con una molécula de amoníaco.



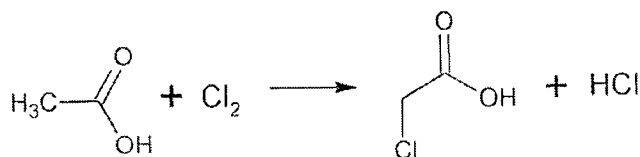
- El amoníaco se obtiene exclusivamente por el método denominado Haber-Bosh (Fritz Haber y Carl Bosh). El proceso consiste en la reacción directa entre el nitrógeno y el hidrógeno gaseosos



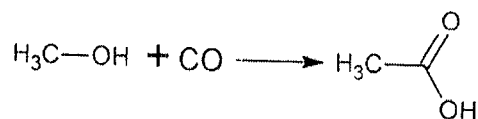
- La síntesis de cloroacetato de sodio se lleva a cabo empleando ácido cloro acético con cloruro de sodio.



- El ácido cloro acético se obtiene con la mezcla de ácido acético y cloro gaseoso.



- El ácido acético puede ser producido por medio de fermentación biológica, pero la mayoría de la producción mundial se da por carbonilación de metanol⁵.



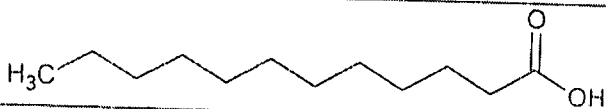
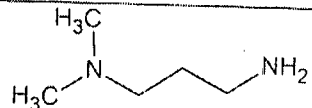
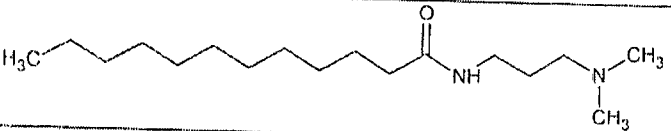
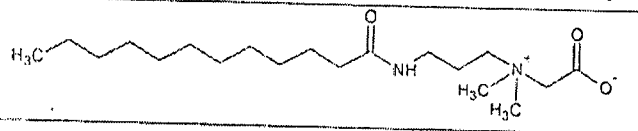
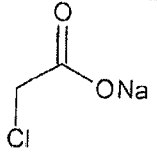
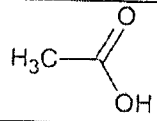
- A nivel industrial el metanol es obtenido por medio de gas de síntesis en presencia de un catalizador de óxido de cromo y manganeso.

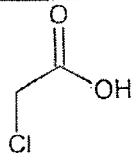
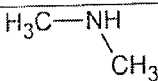
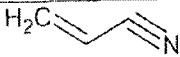
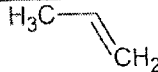
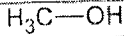


- Industrialmente, la obtención de hidrógeno gaseoso se da por reformado con vapor de metano⁶ o de monóxido de carbono⁷. A continuación se muestran las dos reacciones, respectivamente.



Para mayor claridad, en la tabla 1 se muestran las estructuras químicas de las sustancias empleadas en la síntesis con sus respectivos nombres.

	Ácido láurico (materia prima)
	Dimetilaminopropilamina
	dodecilamidopropildimetilamina
	cocamidopropilbetaina
	Cloro acetato de sodio
	Ácido acético

	Ácido cloroacético
	Dimetilamina
	Acrilonitrilo
	Propileno (materia prima)
	Metanol
	Agua
	Ácido clorhídrico (materia prima)
	Cloruro de sodio (materia prima)
	Cloro gaseoso (materia prima)
	Amoniaco
	Oxígeno gaseoso (materia prima)
	Monóxido de carbono (materia prima)
	Dióxido de carbono (materia prima)
	Hidrógeno gaseoso (materia prima)
	Nitrógeno gaseoso (materia prima)

De acuerdo a la información anteriormente mencionada se puede observar que la cocamidopropil betaina puede ser sintetizada a partir de 10 materias primas básicas y de menor tamaño. A continuación se mostrará el origen comercial de dichas sustancias base.

1. **Ácido láurico:** Se encuentra relativamente abundante en el aceite de semillas de palma y de coco⁸.
2. **Ácido acético:** Puede ser producido por medio de síntesis y por fermentación bacteriana, sin embargo, hoy en día la ruta biológica proporciona solo el 10 % de la producción mundial y cerca del 75 % del ácido acético hecho en la industria química es preparada por carbonilación del metanol⁹, el resto de ácido acético producido se obtiene por métodos alternativos de síntesis.
3. **Metanol:** A temperatura ambiente el metanol se presenta como un líquido de baja densidad, incoloro, inflamable y tóxico que se emplea como anticongelante, disolvente y combustible. En 1661 Robert Boyle, aisló el metanol puro, cuando lo produjo a través de la destilación de madera de boj, por lo que este alcohol es conocido con el nombre común de "alcohol de madera". En la actualidad la producción industrial se lleva a cabo por la reacción gas de síntesis.
4. **Gas de síntesis:** El gas de síntesis es un combustible gaseoso obtenido a partir de sustancias ricas en carbono (principalmente coque) sometidas a un proceso químico a alta temperatura en la que se producen gases de H₂ y CO, esta mezcla de gases es

llamada "gas de síntesis". La mayor parte del gas de síntesis se obtiene a partir de un proceso en donde se hace pasar vapor de agua y/o aire sobre carbón incandescente.

5. **Propileno:** El propeno o propileno es uno de los productos generados por la ruptura térmica de moléculas de mayor tamaño presentes en el petróleo. Se separa de los demás productos presentes en el petróleo como el etileno por destilación a baja temperatura.
6. **Oxígeno gaseoso (O_2):** El oxígeno gaseoso es generado por las bacterias fotosintéticas, las algas y las plantas que viven en lagos y charcas mediante la fotosíntesis. En el proceso inverso, los organismos aerobios mediante la respiración usan el oxígeno para convertir los nutrientes en energía¹⁰.
7. **Cloro gaseoso (Cl_2):** El cloro gaseoso es un gas tóxico y peligroso que no debe ser inhalado. El proceso de fabricación industrial de cloro más universalmente utilizado es el de electrolisis de una disolución salina de cloruro sódico ($NaCl$) o de cloruro potásico (KCl), denominada salmuera, mediante el paso de energía eléctrica a través de la misma.
8. **Monóxido de carbono (CO):** El CO se produce por la combustión en una atmósfera baja en oxígeno gaseoso de compuestos orgánicos tales como metano, gasolina, keroseno, carbón, petróleo, tabaco o madera.
9. **Dióxido de carbono (CO_2):** En el ciclo del carbono, las plantas, algas y cianobacterias usan la energía lumínica del sol para sintetizar carbohidratos en el proceso de la fotosíntesis a partir del dióxido de carbono y agua, expulsando oxígeno como desecho de la reacción. Por otra parte, el dióxido de carbono se produce por la oxidación total de sustancias orgánicas tales como metano, gasolina, keroseno, carbón, petróleo, tabaco o madera.
10. **Hidrógeno gaseoso (H_2):** El elemento químico más abundante del universo es el hidrógeno, suponiendo más del 75 % en materia normal por masa y más del 90 % en número de átomos¹¹. Este elemento se encuentra en abundancia en los planetas gaseosos y gigantes, las estrellas que emplean el hidrógeno como combustible por medio de las reacciones de fusión nuclear entre núcleos de hidrógeno. Industrialmente, la producción de hidrógeno se da por reformado con vapor de dióxido de carbono o monóxido de carbono.
11. **Metano (CH_4):** El 60 % de las emisiones en todo el mundo se produce por actividad humana, principalmente agrícola. El resto de metano obtenido en el mundo se encuentra en depósitos geológicos conocidos como campos de gas natural, los cuales se encuentran asociados a otros hidrocarburos combustibles. En términos generales, los depósitos de gas se generan en sedimentos enterrados a mayor profundidad y mayores temperaturas que los que dan lugar al petróleo. También se puede extraer metano de los depósitos de carbón mediante la perforación de pozos en las capas de carbón, con esta técnica se produce el 7 % del gas natural de los Estados Unidos¹².

En conclusión, como se pudo observar con claridad, para la síntesis de CAPB se utilizan materias primas que provienen de **fuentes naturales vegetales** como el ácido láurico, y **fuentes minerales** como CO , CO_2 , O_2 , Cl_2 y N_2 ; así como por **fuentes petroquímicas** como metano y propileno e **hidrocarburos combustibles** como carbón coque.

Atento a cualquier Verificación personal o telefónica.

Cordialmente,

Andrés M. Carrillo R.

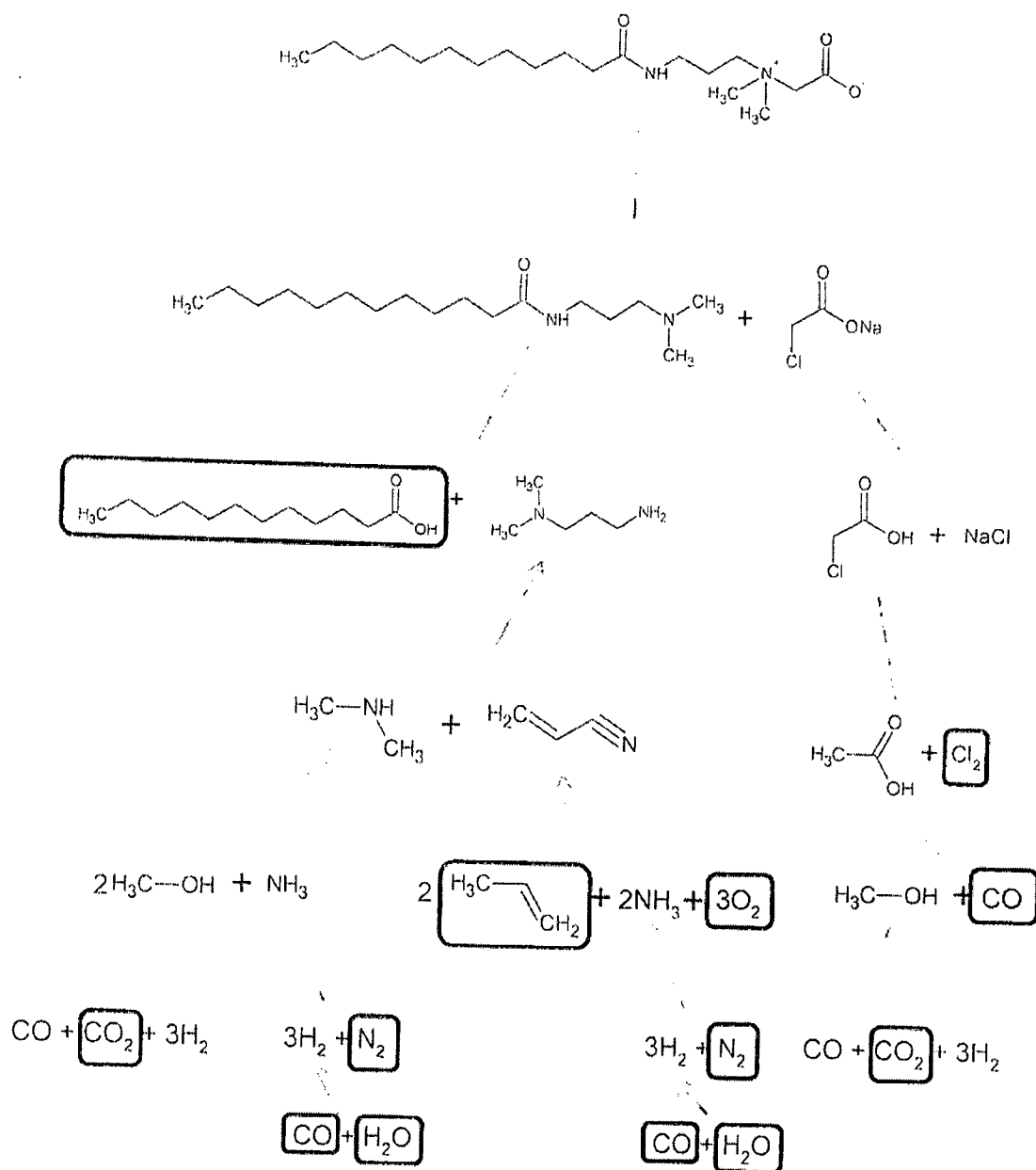
Andrés Mauricio Carrillo Romero
M. Sc. Química
Universidad Nacional de Colombia
C.C 1013611823
Tel: 3144626641

Bibliografía

1. Reich, Charles (1997). "Hair Cleansers". In Martin M. Rieger; Linda D. Rhein. Surfactants in Cosmetics. Surfactant Science Series 68 (2nd ed.). New York: Marcel Dekker, Inc. p. 359
2. Caterina Foti, Domenico Bonamonte, Giuseppe Mascolo, Angela Corcelli, Simona Lobasso, Luigi Rigano y Gianni Angelini. The role of 3-dimethylaminopropylamine and amidoamine in contact allergy to cocamidopropylbetaine. Volume 48, Issue 4, pages 194–198, April 2003
3. H. I. Leidreiter, B. Gruning y D. Kaseborn. Amphoteric surfactants: processing, product composition and properties. International Journal of Cosmetic Science 19, 239–253 (1997).
4. The Sohio Acrylonitrile Process. American Chemical Society National Historic Chemical Landmarks. Retrieved 2013-05-13
5. Carl David Gutsche. Fundamentos de química orgánica. Reverte, 1978, Pág. 380.
6. D.A.J.M. Ligthart, R.A. van Santen, E.J.M. Hensen. Influence of particle size on the activity and stability in steam methane reforming of supported Rh nanoparticles. Journal of Catalysis 280 (2011) 206–220.
7. Qinglin Zhang, Larry Shore, Robert J. Farrauto. Selective CO oxidation over a commercial PROX monolith catalyst for hydrogen fuel cell applications. International journal of hydrogen energy 37 (2012) 10874 - 10880.
8. Alton Edward Bailey, (1998), *Aceites y grasas industriales*, Editorial Reverte, pág. 99.
9. Yoneda, N.; Kusano, S.; Yasui, M.; Pujado, P.; Wilcher, S. (2001). «Recent advances in processes and catalysts for the production of acetic acid». *Applied Catalysis A General* 221 (1-2): pp 253-265.
10. Neil A. Campbell. Biología: conceptos y relaciones. Pearson Educación, 2001. Pág. 112
11. Brian Cane, James Sellwood. Elementos y compuestos, Volumen 2. Reverte, 1978. Pág. 61.
12. Pramod Thakur, Steve Schatzel, Kashy Aminian. Coal Bed Methane: From Prospect to Pipeline. Elsevier, 14/06/2014.

ESQUEMA GENERAL DE LA FORMACIÓN DE CAPB

En el siguiente esquema se resumen las reacciones generales que se llevan a cabo para la síntesis de cocamidopropilbetaina, en él se resaltan las materias primas por medio de un recuadro.



INFORME DE LABORATORIO No. 2

DEMOSTRACIÓN DE INFLUENCIA DE LAS MATERIAS PRIMAS EN LOS PARÁMETRO DE LA COMPOSICIÓN

1. Nombre de los ejecutores:

- **Paola Andrea Lanziano Alonso:**

Ingeniera Química (Universidad Nacional de Colombia), especialista en Ciencia, tecnología cosmética (Universidad Nacional de Colombia). Miembro de SCS (Society in Cosmetic Science) y estudios en Diplomado en ciencia cosmética (De Montford University – SCS Distance Learning). Con 7 años de experiencia en desarrollo de productos de cuidado personal con aplicación en la industria.

2. Fecha de los ensayos

25 de febrero de 2016 a 07 de abril de 2016
Laboratorio Cuidado Personal – Quala Colombia

3. Objetivos:

Demostrar que todos los ingredientes de la composición propuestas tienen efecto sobre los parámetros establecidos para la invención.

Demostrar que hay efectos sinérgicos con la combinación de ingredientes y que estos resultados no dependen de la influencia de una única materia prima, sino de la sinergia entre la composición.

4. Metodología

Para lograr los objetivos planteados, se propusieron dos rutas de evaluación a través de las cuales se pretende demostrar la influencia de cada una de las materias primas en la composición, así como explicar de qué manera se llegó a esta combinación propuesta para resolver el problema expuesto en la patente.

Cada uno de estos caminos se llevó a cabo en la composición propuesta y en una aplicación de producto ejemplo shampoo. Asimismo, se midieron como parámetros las variables de pH, viscosidad, espuma y número Zein.

Para efectos de facilitar la lectura de las tablas, se describen a continuación los nombres químicos de las sustancias utilizadas, junto a su nombre comercial. Para los resultados se presentaran con estos nombres para que sea más fácil su interpretación y análisis.

COMPOSICIÓN	
Agua	
Rhodapex ESB70Nat (Solvay)	Lauril éter sulfato de sodio (70% activo) (LESS)
Stepanol Wa Extra HP (Stepan)	Lauril sulfato de sodio (29% activo)
Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo. (30% activo) (LSS)
Stepan mild L3 (Stepan)	Lactato de lauril lactilo (L3)
Aquaxyl (Seppic)	Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (AQUAXYL)
Liposoma Quala-4 HPVCC (Exel)	Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), Isoleucinato de brasica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo. (LIPOSOMA)

Tabla 1. Composición química de ingredientes de la mezcla

4.1. Camino de experimentación "Sin ingredientes"

El primer camino de evaluación fue la preparación de la composición quitando en cada experimento uno de los componentes. En este camino se decidió tomar el ejemplo Fórmula 3.

A continuación se muestra la matriz de formulaciones propuesta para este camino:

COMPOSICIÓN	COMPLETA	SIN LESS	SIN LSS	SIN AMISOFT	SIN L3	SIN AQUAXYL	SIN LIPOSOMA
Agua	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Rhodapex ESB70Nat (Solvay)	7,0%	X	7,0%	7,0%	7,0%	7,0%	7,0%
Stepanol Wa Extra HP (Stepan)	27,0%	7,0%	X	27,0%	27,0%	27,0%	27,0%
Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	3,0%	3,0%	3,0%	X	3,0%	3,0%	3,0%
Stepan mild L3 (Stepan)	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	X	1,0%	1,0%
Aquaxyl (Seppic)	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	X	1,0%
Liposoma Quala-4 HPVCC (Exel)	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	X

Tabla 2. Ruta de experimentación "sin ingredientes" en la composición patente

De igual manera se hizo un análisis similar, pero usando la composición propuesta aplicada a una formulación de shampoo. A continuación se muestra la formulación usada para esta aplicación y la ruta de experimentos llevada a cabo.

COMPOSICIÓN PATENTE		%P/P				
COMPOSICIÓN	COMPLETA	SIN ANIONICOS	SIN ANIONICOS 2	SIN L3	SIN AQUAXYL	SIN LIPOSOMA
Agua	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Rhodapex ESB70Nat (Solvay)	7,0%	X	7,0%	7,0%	7,0%	7,0%
Stepanol Wa Extra HP (Stepan)	27,0%	X	27,0%	27,0%	27,0%	27,0%
Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	3,0%	3,0%	X	3,0%	3,0%	3,0%
Stepan mild L3 (Stepan)	1,0%	1,0%	1,0%	X	1,0%	1,0%
Aquaxyl (Seppic)	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	X	1,0%
Liposoma Quala-4 HPVCC (Exel)	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	X
OTROS INGREDIENTES DE SHAMPOO						
Diestearato de glicol			1,0%			
Cocamida MEA			2,0%			
Ácido cítrico			0,1%			
Cloruro de hidroxipropiltrimonio guar			0,2%			
Gluconato de sodio			0,1%			
Preservante			q.s.			
Fragancia			q.s.			
Cloruro de sodio			0,5%			

Tabla 3. Ruta de experimentación "sin ingredientes" en la composición shampoo

4.2. Camino de experimentación "Secuencial"

El segundo camino de evaluación fue la preparación de la composición adicionando cada una de las materias que lo componen por etapas, simulando el proceso de desarrollo de la composición propuesta. En este camino se decidió tomar el ejemplo Fórmula 3.

A continuación se muestra la matriz de formulaciones propuesta para este camino:

COMPOSICIÓN PATENTE		%P/P				
COMPOSICIÓN		ANIONICOS	ANIONICOS 2	CON L3	CON AQUAXYL	COMPLETA
Agua		q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Rhodapex ESB70Nat (Solvay)		7,0%	7,0%	7,0%	7,0%	7,0%
Stepanol Wa Extra HP (Stepan)		27,0%	27,0%	27,0%	27,0%	27,0%
Amisoft CS 22 (Ajinomoto)		X	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%
Stepan mild L3 (Stepan)		X	X	1,0%	1,0%	1,0%
Aquaxyl (Seppic)		X	X	X	1,0%	1,0%
Liposoma Quala-4 HPVCC (Exel)		X	X	X	X	0,2%

Tabla 4. Ruta de experimentación "Secuencial" en la composición patente

De igual manera se hizo un análisis similar, pero usando la composición propuesta aplicada a una formulación de shampoo. A continuación se muestra la formulación usada para esta aplicación y la ruta de experimentos llevada a cabo.

La formulación de shampoo tomada como ejemplo es similar a la usada en el camino de fórmula descrito en el punto 4.1.

COMPOSICIÓN PATENTE	%P/P				
COMPOSICIÓN	ANIONICOS	ANIONICOS 2	CONL3	CON AQUAXYL	COMPLETA
Agua	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Rhodapex ESB70Nat (Solvay)	7,0%	7,0%	7,0%	7,0%	7,0%
Stepanol Wa Extra HP (Stepan)	27,0%	27,0%	27,0%	27,0%	27,0%
Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	X	3,0%	3,0%	3,0%	3,0%
Stepan mild L3 (Stepan)	X	X	1,0%	1,0%	1,0%
Aquaxyl (Seppic)	X	X	X	1,0%	1,0%
Liposoma Quala-4 HPVCC (Exel)	X	X	X	X	0,2%
OTROS INGREDIENTES DE SHAMPOO					
Diestearato de glicol	1,0%				
Cocamida MEA	2,0%				
Ácido cítrico	0,1%				
Cloruro de hidroxipropiltrimonio guar	0,2%				
Gluconato de sodio	0,1%				
Preservante	q.s.				
Fragancia	q.s.				
Cloruro de sodio	0,5%				

Tabla 5. Ruta de experimentación "Secuencial" en la composición shampoo

Para todos los casos la cantidad de surfactantes aniónicos descritos corresponden a su cantidad en peso considerando la concentración de la materia prima para tener el valor de ingrediente activo aniónico que parece en la solicitud de patente.

- Lauril éter sulfato de sodio: 5.0% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 70% de material activo, su peso es 7.0%
- Lauril sulfato de sodio: 7.56% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 30% de material activo, su peso es 27.0%
- Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo.: 1.00% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 33% de material activo, su peso es 3.0%

4.3. Descripción de las pruebas:

4.3.1. Prueba de probeta para espuma:

Medición de la altura de espuma (ml) usando una probeta de vidrio graduada. Se parte de una solución al 1% en agua desionizada del producto muestra, luego se adicionan 100 ml de muestra a la probeta y se agita durante 20 ciclos completos, cada ciclo de 3 segundos. Luego se mide la altura de espuma final sobre la graduación de la probeta.

4.3.2. pH

Medición de pH con un potenciómetro Metter Toledo a 25°C.

4.3.3. Viscosidad: (mPa.s)

Medición de viscosidad en viscosímetro Brookfield LV, usando la aguja SP4 a 12 rpm durante 1 minuto. La medición se hace a 20°C.

4.3.4. Índice de proteína Zein (potencial de irritación)

Medición gravimétrica de la cantidad de proteína Zein no solubilizada, luego de ser sometida a una solución que contiene surfactantes. Se prepara una solución al 1% del concentrado de surfactantes y se ajusta el pH a 7.0. Luego se adicionan 25 g de esta solución a un recipiente que contiene 1.5 g de proteína Zein. Esta solución se agita a 350 rpm y 45°C durante 1 hora. Luego se lleva a cabo un proceso de separación usando primero una centrifuga a 2500 rpm por 15 minutos, luego se hace pasar un por filtro y se deja secar el residuo sólido durante 24 horas a 55°C. Finalmente se pesa el residuo sólido y se calcula la diferencia de proteína al inicio y final para estimar el número Zein.

$$\%Zein \text{ solubilizado} = \frac{(Zein_{total} - Zein_{secado})}{Zein_{total}} \times 100$$

4.3.5. Método de fabricación de las composiciones patente

Cada una de las fórmulas asociadas a la composición de la patente se hizo bajo el mismo procedimiento experimental para eliminar la variable de proceso entre cada experimento. Se debe tener en cuenta que en el caso de que no tuviera una materia prima del siguiente procedimiento, se omitió esta etapa y se continuó con la secuencia. A continuación se hace una descripción del mismo:

1. Adicionar al agua previamente calentada a 45°C el lauril éter sulfato de sodio y mantener con agitación rotor-estator 1500 rpm durante 30 minutos, hasta obtener una solución transparente.
2. Adicionar lauril sulfato de sodio y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
3. Adicionar Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
4. Ajustar el pH con ácido cítrico hasta alcanzar un rango de 6 a 7.
5. Agregar Lactato de lauril lactilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 15 minutos.
6. Adicionar Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
7. Finalmente, agregar el liposoma y mantener la agitación durante 10 minutos.
8. Medir los parámetros definidos como variables de respuesta

4.3.6. Método de fabricación de las composiciones shampoo

Cada una de las fórmulas asociadas a la composición de shampoo se hizo bajo el mismo procedimiento experimental para eliminar la variable de proceso entre cada experimento. Se debe tener en cuenta que en el caso de que no tuviera una materia prima del siguiente procedimiento, se omitió esta etapa y se continuó con la secuencia. A continuación se hace una descripción del mismo:

1. Adicionar al agua previamente calentada a 45°C el lauril éter sulfato de sodio y mantener con agitación rotor-estator 1500 rpm durante 30 minutos, hasta obtener una solución transparente.
2. Subir la temperatura hasta 65°C y adicionar el diestearato de glicol. Mantener la agitación a 300rpm hasta que este homogéneo.
3. Subir la temperatura hasta 70°C y adicionar la Cocamida MEA. Mantener la agitación a 300rpm hasta que este homogéneo.
4. Pasar el recipiente a un baño de María inverso (usando agua a 5°C) para enfriar la mezcla, mientras se adicional el lauril sulfato de sodio, manteniendo la agitación rotor- estator a 1000 rpm hasta que la temperatura de la mezcla sea 50°C.
9. Adicionar parte del ácido cítrico y luego adicionar Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.

10. Prehidratar el cloruro de hidroxipropiltrimonio guar en agua y adicionar a la mezcla. Mantener con agitación ancla 300 rpm por 15 minutos.
11. Disolver el gluconato de sodio en agua y adicionar a la mezcla. Mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
12. Adicionar el preservante. Mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
13. Adicionar el liposoma y mantener la agitación durante 10 minutos.
14. Agregar Lactato de lauril lactilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 15 minutos.
15. Adicionar Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
16. Agregar fragancia. Mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
17. Adicionar el ácido cítrico, previamente disuelto en agua restante y medir el pH.
18. Adicionar el cloruro de sodio, previamente disuelto en agua restante y medir viscosidad.
19. Medir los parámetros definidos como variables de respuesta

5. Resultados

5.1. Resultados del camino de experimentación "sin ingredientes"

Para obtener estos resultados se fabricaron como primera medida las formulaciones expuestas en la tabla 2 y 3, usando los métodos 4.3.5 y 4.3.6 respectivamente. Así, se midieron los parámetros descritos en los puntos 4.3.1. a 4.3.4.

5.1.1. Resultados del camino "sin ingredientes" para la composición patente

Para estas formulaciones se muestran en la tabla 6 los resultados tanto de espuma como pH. Estas formulaciones no consideraron el ajuste de pH previo a la adición de del lactato de lauril lactilo.

	pH	Espuma (ml)
Completa	10.16	560
Sin LESS	11.10	535
Sin LSS	7.00	510
Sin Amisoft	10.77	530
Sin L3	10.33	705
Sin Aquaxyl	12.17	710
Sin Liposoma	10.57	720

Tabla 6. Resultados de la mezcla "sin ingredientes" patente sin ajuste de pH

Según la tabla 6 se encontró que la espuma disminuye por la inclusión de los agentes humectantes (Aquaxyl y Liposoma), ya que en las mezclas sin estos ingredientes la espuma es mucho mayor. Igualmente, se ve un efecto similar del ingrediente L3, que pese a las referencias encontradas expuestas en el examen de patente, no parece tener un efecto positivo sobre la espuma, sino todo lo contrario; su inclusión no mejora la cantidad de la espuma. Esto permite inferir que este ingrediente tiene una función diferente dentro de la composición como mejorar el potencial de irritación y/o la estabilidad de la mezcla. Esto será demostrado más adelante.

Este experimento se repitió teniendo en cuenta el ajuste de pH antes de la inclusión del lactato de lauril lactilo. En este caso se midieron 3 parámetros: pH, Espuma y número Zein. Los resultados de estas pruebas se muestran a continuación:

Formulación	pH	Espuma (ml) +/- 10	Número Zein
Completa	6.3	515	320.23
Sin LESS	7.0	565	195.20
Sin LSS	6.4	515	199.68
Sin Amisoft	5.9	625	253.44
Sin L3	7.48	785	288.32
Sin Aquaxyl	6.6	615	283.20
Sin Liposoma	6.5	605	303.36

Tabla 7. Resultados de la mezcla "sin ingredientes" patente sin ajuste de pH

Según la tabla 7, se ve que la adición de L3 tiene una influencia sobre el pH final de la fórmula así como el LESS, cuando estos se adicionan a la formulación el pH de la fórmula baja al rango de 6 a 6.5. Igualmente, se ve que la adición de L3 afecta significativamente la altura de espuma, cuando este no está presente en la fórmula la espuma se incrementa significativamente. Esto permite inferir que la adición de L3 no cumple funciones como mejorador de espuma en la formulación.

Asimismo, los materiales Aquaxyl, liposoma y Amisoft tienen a bajar los niveles de espuma, ya que su no adición permite tener niveles de espuma mayores. En este análisis de espuma también es fácil evidenciar, que la espuma de la fórmula está dada básicamente por la adición de LSS. Igualmente, se ve que el número de Zein es mayor para las formulaciones que no tienen LESS ni LSS, lo que indica que son los que potencialmente presentan mayor índice de irritación.

Para profundizar sobre la influencia de los ingredientes en la espuma, también se hizo un entendimiento de la sinergia entre los surfactantes aniónicos. Para el caso se hicieron diferentes combinaciones de LESS, LSS y Amisoft (GSC). A continuación en la tabla 8 se muestran los resultados de estos experimentos:

ENSAYO	pH sin ajuste	Espuma (ml)	pH ácido	Espuma final (ml)
LESS(7%)	7,2	460	3,9	480
LSS(27%)	11,7	540	4,3	540
Amisoft (3%)	6,3	0	5,7	50
LESS + LSS	11,7	735	4,4	660
LESS + Amisoft	6,8	470	5,9	400
LSS + Amisoft	9,1	655	6,1	570
LESS + LSS + Amisoft	8,9	755	6,2	730

Tabla 8. Resultados de espuma la mezcla "surfactantes aniónicos" patente

En la tabla 8 se ve que la espuma de cada uno de los ingredientes por separado es mucho menor que cuando se hacen mezclas. Especialmente la mezcla LESS +LSS funciona muy bien para la generación de espuma, pero la adición del Amisoft la potencia.

Para este ensayo se demuestra que los tres componentes son sinérgicos entre sí y generan la mayor espuma posible para la mezcla.

5.1.2. Resultados del camino "sin ingredientes" para la composición shampoo

Para esta evaluación se aplicó el esquema de fórmulas descrito en la tabla 3 usando la mezcla aplicada a una formulación de shampoo. Para este caso se midieron los parámetros pH, espuma, viscosidad, número de Zein y estabilidad.

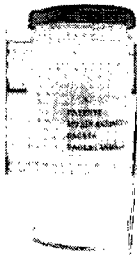
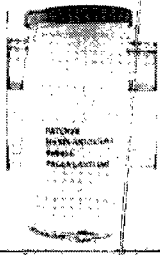
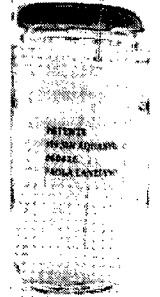
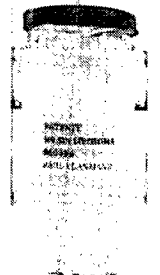
Fórmula	pH	Espuma (ml)	Viscosidad (Pa.s)	Número Zein	Estabilidad 45°C 2 semanas
Sin aniónicos	6.3	0	0	64.94	
Sin aniónicos 2	6.3	510	>50000	67.52	
Sin L3	6.5	550	1950	184.00	
Sin Aquaxyl	6.5	525	15500	155.84	
Sin Liposoma	6.5	530	21900	157.44	

Tabla 9. Resultados de espuma la mezcla "sin ingredientes" shampoo

Como puede verse en la tabla 9, los surfactantes aniónicos además de ser responsables de la espumación de la fórmula son responsables por la estabilidad de la fórmula. Cuando no se tienen surfactantes aniónicos en la formulación esta es inestable.

Es evidente que al ver el parámetro viscosidad en los resultados de la tabla 9, los diferentes ingredientes cambian las propiedades de la mezcla, generando cambio en los fisicoquímicos como la viscosidad. Por ejemplo en el valor de viscosidad para la fórmula sin Aquaxyl y sin Liposoma hace que la fórmula tenga una viscosidad mayor. Igualmente se demuestra que la fórmula sin L3 afecta la viscosidad final de la fórmula, comprobando su efecto en la formulación. De manera que el ingrediente L3 ayuda a construir viscosidad en la formulación.

De la misma manera con la espuma, las fórmulas sin Aniónicos (LSS+LESS) y Aniónico 2 (Amisoft) presentan los valores de espuma más inferiores, mostrando que estos contribuyen significativamente a la espuma. Como ya se había visto en la tabla 8, de nuevo se rectifica que el ingrediente Amisoft contribuye a la espuma de la formulación y tiene un efecto positivo. Igualmente puede verse que la función de los componentes Aquaxyl, Liposoma y L3 no es generar espuma, ya que las formulaciones sin estos componentes tienen mayor cantidad de espuma.

Al comparar los resultados de número Zein de estas formulaciones con la formulación con todos los componentes (102.08 tomado de la tabla 11) se ve que en todos los casos, a excepción de las formulaciones sin surfactantes aniónicos, todos tienen un valor mayor de Zein, lo que indica que todos los demás componentes sí tienen un efecto sobre el potencial de irritación de la formulación. Las muestras sin LESS - LSS mostraron valores menores, ya que estos son los irritantes que deben balancearse para la formulación. De manera que se demuestra que hay un efecto de las materias primas sobre el potencial de irritación. Cuando se quita algún componente este número es mayor. A través de estos resultados también se demuestra que la mezcla inicial LESS y LSS es irritante y debe balancearse con otros ingredientes.

5.2. Resultados del camino de experimentación "secuencia"

Para obtener estos resultados se fabricaron como primera medida las formulaciones expuestas en la tabla 4 y 5, usando los métodos 4.3.5 y 4.3.6 respectivamente. Así, se midieron los parámetros descritos en los puntos 4.3.1. a 4.3.4.

5.2.1. Resultados del camino "secuencia" para la composición patente

Para estas formulaciones se muestran en la tabla 10 los resultados tanto de espuma de la mezcla. El pH se ajustó sobre 6.0 para todas las formulaciones. Para estas formulaciones se hicieron las composiciones considerando la adición de cada materia prima por etapa, con el fin de demostrar que la adición de cada una de ellas tiene una influencia en los parámetros de la composición.

Fórmula	Espuma
Aniónico	730
Aniónico 2	720
L3	620
Aquaxyl	520
Liposoma	520

Tabla 10. Resultados de espuma la mezcla "secuencia" para la composición patente

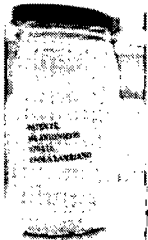
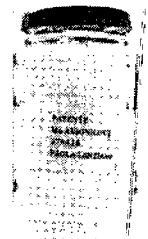
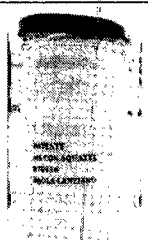
Según los resultados de la tabla 10, la espuma disminuye con la adición de L3, Aquaxyl y Liposoma. Al igual que en el análisis del camino de experimentación "sin ingrediente" estos tres ingredientes no mejoran las propiedades de espumación de la composición, por lo que con los demás experimentos se demostrará su funcionalidad en otros parámetros para la mezcla.

La mezcla de surfactante aniónico se mantiene en niveles superiores, concluyendo que estos ingredientes son los responsables de la espumación.

5.2.2. Resultados del camino "secuencia" para la composición shampoo

Para estos resultados se hicieron los experimentos expuestos en la tabla 5 en la formulación de shampoo seleccionada. Para estas formulaciones se midieron parámetros de pH, estabilidad, viscosidad y número Zein.

A continuación, se muestran los resultados de estos experimentos:

Fórmula	pH	Viscosidad	Número Zein	Estabilidad
Mezcla aniónicos 1	6.1	13800 (36150)	185.92	
Mezcla aniónicos 2	6.1	12550 (32150)	160.96	
Mezcla con L3	6.1	18200 (25000)	140.6	
Mezcla con Aquaxyl	5.5	36300 (40000)	107.84	

Fórmula	pH	Viscosidad	Número Zein	Estabilidad
Mezcla con Liposoma	6.2	14250 (38000)	102.08	

Tabla 11. Resultados de la mezcla "secuencia" para la composición shampoo

Según los resultados de la tabla 11, se encuentra que la adición de L3 ayuda a la construcción de viscosidad así como a la estabilidad de la misma fórmula. Cuando se comparan los resultados de viscosidad de la adición de L3 (recién fabricado), no se percibe una caída de viscosidad significativa como en la formulación previa a su adición. De manera que la adición de L3 ayuda a construir viscosidad y a mantener la estabilidad de la mezcla.

Asimismo, se ve una influencia en la estabilidad lograda cuando se adiciona el liposoma a la formulación. Este se adiciona con fines de acondicionamiento y suavidad, sin embargo, también interfiere en las propiedades fisicoquímicas de la mezcla.

En cuanto al análisis del número Zein, puede verse que al adicionar cada una de las materias primas en secuencia disminuye el número Zein. De manera que cada uno de estos ingredientes si contribuye a reducir el potencial de irritación en la composición propuesta.

6. Análisis y conclusiones

Como se vio en los resultados de los dos caminos de experimentación, cada una de las materias primas que componen la composición expuesta en la solicitud de patente, si tienen un efecto en los parámetros definidos en la misma como pH, viscosidad, espuma y número Zein.

Para el caso de las fórmulas "sin ingredientes" se pudo demostrar que la adición de la materia prima glutamato de sodio cocoilo y sus derivados, si tiene una influencia positiva en la espumación de la fórmula como según se ve en los resultados de la tabla 8. Además con estos resultados se demuestra que el valor de este parámetro se logra gracias a la acción sinérgica de los tres surfactantes aniónicos: lauril éter sulfato de sodio, lauril sulfato de sodio y glutamato de sodio cocoilo.

En estas mismas fórmulas se pudo demostrar que el ingrediente lactato de lauril lactilo no interfiere en las propiedades de espumación como se sugiere en el examen de la patente, según los resultados de la tabla 6 y 7, cuando este ingrediente no está presente en la mezcla, se genera una mayor espumación. De manera que en los experimentos "secuencia" (Tabla 11) puede verse que realmente la función de este ingrediente en la composición está relacionada con la construcción de viscosidad, estabilidad y reducción del potencial de irritación. No es posible asociarle todas las bondades de la composición a solo este ingrediente.

Igualmente para los ingredientes liposoma y Aquaxyl, se pudo demostrar que su función en la composición tiene que ver con la disminución del potencial de irritación de la mezcla, a través de los resultados d expuestos en la tabla 11. Así como en el caso del ingrediente L3, según los resultados de la tabla 6 y 7, estos

dos ingredientes no contribuyen a la espumación de la formulación sino que están relacionados con el potencial de irritación, razón por la cual se incorporan en la composición.

Como se demostró que los ingredientes surfactantes son los que son responsables de tener un número de Zein mayor, dado a su potencial de irritación es importante considerar que los demás ingredientes propuestos en la composición (lactato de lauril lactilo, Xilitol y sus mezclas y liposoma) ayudan a reducir el potencial de irritación, evidente en la reducción del número Zein. También puede verse tanto en los resultados de la tabla 11 como 9, que para lograr este potencial de irritación bajo también es necesario que la formulación sea estable, con la viscosidad y pH adecuado y un nivel de espumación aceptable. Todo esto se cumple a través de los experimentos aquí propuestos para la composición presentada.

7. Firmas



Paola Andrea Lanziano Alonso

8. Referencias

1. I. Pezron, L. G. (1996). Surface Interaction between a Protein Monolayer and Surfactants and Its Correlation with Skin Irritation by Surfactants. Journal of Colloid and interface science (180), 285-289.
2. Solicitud Patente de Invención 14-1757-42. Composición de limpieza que contiene materias primas naturales, no derivadas de fuentes petroquímicas y método de preparación de la misma.
3. Resultado del examen de fondo. Exp 14-1757-42-5. Fecha 2015-12-17.

INFORME DE LABORATORIO No. 3

SUSTITUCIONES PROPUESTAS POR EL EVALUADOR D4, D5 **RESPUESTA EXAMEN DE PATENTABILIDAD 2**

1. Nombre de los ejecutores:

- **Paola Andrea Lanziano Alonso:**

Ingeniera Química (Universidad Nacional de Colombia), especialista en Ciencia, tecnología cosmética (Universidad Nacional de Colombia). Miembro de SCS (Society in Cosmetic Science) y estudios en diplomado en ciencia cosmética (De Montford University – SCS Distance Learning). Con 7 años de experiencia en desarrollo de productos de cuidado personal con aplicación en la industria.

2. Fecha de los ensayos

25 de febrero de 2016 a 26 de febrero de 2016
Laboratorio Cuidado Personal – Quala Colombia

3. Objetivos:

o Evaluar las composiciones sugeridas por el examinador en el examen de patentabilidad (Punto 5) con el fin de demostrar que los resultados obtenidos difieren de la solución propuesta con la composición presentada en la solicitud de patente.

4. Metodología

Para definir los ensayos a partir de las composiciones sugeridas por el examinador se extrajeron del examen de fondo las sugerencias del examinador descritas a continuación:

- Reemplazo del liposoma propuesto por alcohol cetílico sugerido en D4.
- Reemplazo del humectante propuesto por glicerina propuesto en D4.
- Reemplazo del liposoma y el humectante por alcohol cetílico y glicerina respectivamente según lo propuesto en D4.

No se hizo una propuesta sobre la sugerencia de D5, debido a que en la composición se encuentra el ingrediente Cocamidopropil Betaína que como se menciona en el documento de la referencia 1, no es un detergente derivado de fuentes no petroquímicas, lo cual se aleja de la propuesta de composición.

4.1. Descripción de las pruebas:

4.1.1. Prueba de probeta para espuma:

Medición de la altura de espuma (ml) usando una probeta de vidrio graduada. Se parte de una solución al 1% en agua desionizada del producto muestra, luego se adicionan 100 ml de muestra a la probeta y se agita durante 20 ciclos completos, cada ciclo de 3 segundos. Luego se mide la altura de espuma final sobre la graduación de la probeta.

4.1.2. Viscosidad: (mPa.s)

Medición de viscosidad en viscosímetro Brookfield LV, usando la aguja SP4 a 12 rpm durante 1 minuto. La medición se hace a 20°C.

5. Resultados

5.1. Composición propuesta con reemplazo de liposoma por D4

Se hizo un ensayo con la composición propuesta en la solicitud de patente (ejemplo 3) pero reemplazando el componente de liposoma por alcohol cetílico como se menciona en la patente D4:

Ingrediente	Nombre comercial	%(proporción en peso)
Agua	Planta Quala	61,6%
(A1) Lauril éter sulfato de sodio	Rhodapex ESB 70 Nat (Solvay)	7,0%
(A2) Lauril sulfato de sodio	Stepanol WA Extra pH 11 (Stepan)	27,0%
(A3) Glutamato de sodio cocoilo y glutamato disódico cocoilo	Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	3,0%
(B) Lactato de lauril lactilo	Stepan Mild L3 (Stepan)	1,0%
(C)Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol	Aquaxyl (Seppic)	1,0%
Alcohol cetílico	Alcohol cetílico	3,0%

Tabla 1. Ingredientes usados en la composición con reemplazo a D4

El proceso llevado a cabo para esta preparación fue:

1. Adicionar agua y calentar a 45 °C
2. Dispersar el Lauril éter sulfato de sodio usando un rotor estator (1000 rpm) por 30 minutos.
3. Calentar a 70°C
4. Adicionar el alcohol cetílico y esperar a su fundición.
5. Adicionar Lauril sulfato de sodio a temperatura ambiente y aumentar las revoluciones a 400 rpm con un agitador tipo ancla.
6. Agregar Glutamato de sodio cocoilo y glutamato disódico cocoilo.
7. Incorporar el Lactato de lauril lactilo
8. Agregar Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol.

5.1.1. Resultados del ensayo

Como resultado se obtuvo una mezcla homogénea blanca, opaca, de baja viscosidad.

Dentro de los análisis realizados a dicho ensayo se encontró:

Prueba fisicoquímica	Método	Resultado
Altura de Espuma	Prueba de probeta (ml)	535 +/- 20
Viscosidad	LV SP 4 12 rpm	0 mPa.s
pH	Potenciométrico	8

Tabla 2. Resultados propiedades fisicoquímicas de la composición con reemplazo de liposoma por D4.

5.2. Composición propuesta con reemplazo de humectante por D4

Se hizo un ensayo con la composición propuesta en la solicitud de patente (ejemplo 3) pero reemplazando el componente de humectante por glicerina en el documento D4:

Ingrediente	Nombre comercial	%(proporción en peso)
Agua	Planta Quala	61,6%
(A1) Lauril éter sulfato de sodio	Rhodapex ESB 70 Nat (Solvay)	7,0%
(A2) Lauril sulfato de sodio	Stepanol WA Extra pH 11 (Stepan)	27,0%
(A3) Glutamato de sodio cocoilo y glutamato disódico cocoilo	Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	3,0%
(B) Lactato de lauril lactilo	Stepan Mild L3 (Stepan)	1,0%
Glicerina	Glicerina	1,0%
(D) Liposoma	Liposoma HPVCC (Exel)	0,2%

Tabla 3. Ingredientes usados en la composición con reemplazo a D4

El proceso llevado a cabo para esta preparación fue:

1. Adicionar agua y calentar a 45 °C
2. Dispersar el Lauril éter sulfato de sodio usando un rotor estator (1000 rpm) por 30 minutos.
3. Adicionar Lauril sulfato de sodio a temperatura ambiente y aumentar las revoluciones a 400 rpm con un agitador tipo ancla.
4. Agregar Glutamato de sodio cocoilo y glutamato disódico cocoilo.
5. Incorporar el Lactato de lauril lactilo
6. Agregar Glicerina
7. Agregar el liposoma.

Se obtuvo una mezcla homogénea y translúcida.

Dentro de los análisis realizados a dicho ensayo se encontró:

Prueba fisicoquímica	Método	Resultado
Altura de Espuma	Prueba de probeta (ml)	640 +/- 20
Viscosidad	LV SP 4 12 rpm	0 mPa.s
pH	Potenciométrico	10,18

Tabla 4. Resultados propiedades fisicoquímicas de la composición con reemplazo de liposoma por D4.

5.3. Composición propuesta con reemplazo de liposoma y humectante por D4

Se hizo un ensayo con la composición propuesta en la solicitud de patente (ejemplo 3) pero reemplazando el componente de humectante por glicerina y liposoma por alcohol cetílico en el documento D4:

Ingrediente	Nombre comercial	%(proporción en peso)
Agua	Planta Quala	61,6%
(A1) Lauril éter sulfato de sodio	Rhodapex ESB 70 Nat (Solvay)	7,0%
(A2) Lauril sulfato de sodio	Stepanol WA Extra pH 11 (Stepan)	27,0%
(A3) Glutamato de sodio cocoilo y glutamato disódico cocoilo	Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	3,0%
(B) Lactato de lauril lactilo	Stepan Mild L3 (Stepan)	1,0%
Glicerina	Glicerina	1,0%
Alcohol cetílico	Alcohol cetílico	3,0%

Tabla 5. Ingredientes usados en la composición con reemplazo a D4

El proceso llevado a cabo para esta preparación fue:

1. Adicionar agua y calentar a 45 °C
2. Dispersar el Lauril éter sulfato de sodio usando un rotor estator (1000 rpm) por 30 minutos.
3. Calentar a 70°C
4. Adicionar alcohol cetílico y agitar hasta su fundición.
5. Adicionar Lauril sulfato de sodio a temperatura ambiente y aumentar las revoluciones a 400 rpm con un agitador tipo ancla.
6. Agregar Glutamato de sodio cocoilo y glutamato disódico cocoilo.
7. Incorporar el Lactato de lauril lactilo
8. Agregar Glicerina

Se obtuvo una mezcla homogénea, opaca y de baja viscosidad.

Dentro de los análisis realizados a dicho ensayo se encontró:

Prueba fisicoquímica	Método	Resultado
Altura de Espuma	Prueba de probeta (ml)	520 +/- 20
Viscosidad	LV SP 4 12 rpm	0 mPa.s
pH	Potenciométrico	9,78

Tabla 6. Resultados propiedades fisicoquímicas de la composición con reemplazo de liposoma por D4.

6. Análisis y conclusiones

Al hacer las sustituciones se encuentra que la sustitución con alcohol cetílico afecta negativamente la espuma y la apariencia de la composición propuesta. Según los resultados presentados en la tabla 2 y 6, la cantidad de espuma producida es mucho menor a la que presenta la formulación expuesta. Esto puede compararse contra los resultados presentados en el ejemplo tres de la solicitud de patente, donde la cantidad de espuma producida es de 600 ml.

La opción con glicerina mejora la cantidad de espuma producida por la composición propuesta, sin embargo, como se demostró en el informe 2 (Ver referencia 2), la función del humectante dentro de la formulación propuesta no es mejorar la espuma, sino mejorar el potencial de irritación de la misma, a través de la disminución del número de Zein. De manera que la glicerina no cumple la misma función que el humectante propuesto en la composición expuesta en la solicitud de patente.

De igual forma, en el experimento donde se sustituyen las sugerencias de D4, no se logran los volúmenes de espuma esperados en la formulación. Asimismo, los componentes sugeridos para lograr los parámetros de la formulación no corresponden a los componentes que contiene la formulación sugerida. El alcohol cetílico según la referencia (Ash), es un alcohol graso que promueve la lubricidad debido a sus cadenas derivadas de grasas de origen vegetal. No obstante, el mayor uso de estos alcoholes grasos es construir viscosidad en formulaciones tipo emulsión y dar un aspecto más cremoso a la misma. De manera que, este ingrediente no es comparable con un liposoma que es un mecanismo de liberación de activos compuesto por una capa de fosfolípidos con carga que permiten la deposición del mismo para lograr la liberación. Aunque es cierto que el liposoma expuesto tiene un contenido de alcoholes grasos, también contiene aceites y esteres grasos que proporcionan mayor acondicionamiento y disminuyen (como fue demostrado en el informe 2) el potencial de irritación de las formulaciones con alto contenido de surfactante aniónico. (Kulkami)

La glicerina sugerida si es un humectante conocido en las formulaciones cosméticas, aunque según la referencia (Schueller, 1999), estos humectantes pueden hacer sentir la piel más suave y rellenar orificios en el estrato córneo haciendo que se hinche. Esto sin embargo, bajo condiciones de humedad relativa baja (ciudades como Bogotá) estos humectantes pueden tomar humedad de la piel, generando una pérdida de agua transepidermal mayor lo que genera un efecto contrario de humectación. Para el caso del humectante elegido para la composición propuesta, se seleccionó un humectante diferente: Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol. Se ha demostrado por medio de pruebas comparativas que este humectante además de tener la capacidad de absorber agua como la glicerina (efecto higroscópico), funciona como un reparador de la barrera córnea, mejorando la producción de ceramidas. Este segundo efecto reparador no es posible a través de la glicerina, por lo que este humectante derivado xilitol es considerado un humectante más completo. (Liquid, 2014)

De manera que las dos sustituciones propuestas no tienen como resultados los mismos parámetros que la composición propuesta, así como difieren químicamente de los ingredientes propuestos, siendo estos de características diferentes.

7. Firmas



Paola Andrea Lanziano Alonso

8. Referencias

1. (s.f.). En M. a. Ash, Handbook of green chemical (pág. 664). Synapse information resource.
2. Gunstone, F. (2000). Olive oil composition. En F. Gunstone, Vegetables oils in food technology composition, properties and uses. Canada: Blackwell Publishing - CRC Press.
3. Kulkami, V. (s.f.). Liposomes in personal care products.
4. Liquid, S. A. (2014). Aquaxyl Hydraconcept moisturizing and restructuring technology. Seppic.

5. Riggio, V. L. (2011). Patente nº US2011 0165205 A1. USA.
6. (1999). En R. a. Schueller, Conditioning agents for hair and skin. New York: Marcel Dekker.
7. Solicitud Patente de Invención 14-1757-42. Composición de limpieza que contiene materias primas naturales, no derivadas de fuentes petroquímicas y método de preparación de la misma.
8. Resultado del examen de fondo. Exp 14-1757-42-5. Fecha 2016-12-17.

INFORME DE LABORATORIO No. 4
DEMOSTRACIÓN DEL NIVEL INVENTIVO DEL PROCESO

1. Nombre de los ejecutores:

- **Paola Andrea Lanziano Alonso:**

Ingeniera Química (Universidad Nacional de Colombia), especialista en Ciencia, tecnología cosmética (Universidad Nacional de Colombia). Miembro de SCS (Society in Cosmetic Science) y estudios en Diplomado en ciencia cosmética (De Montford University – SCS Distance Learning). Con 7 años de experiencia en desarrollo de productos de cuidado personal con aplicación en la industria.

2. Fecha de los ensayos

25 de febrero de 2016 a 07 de abril de 2016

Laboratorio Cuidado Personal – Quala Colombia

3. Objetivos:

Demostrar el nivel inventivo de la reivindicación del proceso de fabricación de la composición a través de la influencia del cambio de pH en la composición.

4. Metodología

Para probar el nivel inventivo se preparó la composición tomando como ejemplo la fórmula 3 de la solicitud de patente, ajustándola a diferentes pH, para ver el efecto de este ajuste en las propiedades de la composición.

Para efectos de facilitar la lectura de las tablas, se describen a continuación los nombres químicos de las sustancias utilizadas, junto a su nombre comercial. Para los resultados se presentaran con estos nombres para que sea más fácil su interpretación y análisis.

COMPOSICIÓN		
Agua		q.s.
Rhodapex ESB70Nat (Solvay)	Lauril éter sulfato de sodio (70% activo) (LESS)	7.0%
Stepanol Wa Extra HP (Stepan)	Lauril sulfato de sodio (29% activo)	27.0%
Amisoft CS 22 (Ajinomoto)	Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo. (30% activo) (LSS)	3.0%
Stepan mild L3 (Stepan)	Lactato de lauril lactilo (L3)	1.0%
Aquaxyl (Seppic)	Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol (AQUAXYL)	1.0%
Liposoma Quala-4 HPVCC (Exel)	Agua, fosfolípidos, aceite de semilla de canola (Aceite de semilla Brassica Napus), aceite de jojoba (Aceite de semilla Simmondsia Chinensis), Isoleucinato de brasica, Isoleucinato de esilato, alcohol de brassica y acetato de tocoferilo. (LIPOSOMA)	0.2%

Tabla 1. Composición química de ingredientes de la mezcla

Para todos los casos la cantidad de surfactantes aniónicos descritos corresponden a su cantidad en peso considerando la concentración de la materia prima para tener el valor de ingrediente activo aniónico que parece en la solicitud de patente.

- Lauril éter sulfato de sodio: 5.0% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 70% de material activo, su peso es 7.0%
- Lauril sulfato de sodio: 7.56% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 30% de material activo, su peso es 27.0%
- Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo.: 1.00% en componente activo. Como esta materia prima solo tiene el 33% de material activo, su peso es 3.0%

Tomando esta formulación se hizo cada fórmula ajustando el pH en tres valores diferentes: 3.0, 6.0 y 10.0

4.1. Descripción de las pruebas:

4.1.1. Prueba de probeta para espuma:

Medición de la altura de espuma (ml) usando una probeta de vidrio graduada. Se parte de una solución al 1% en agua desionizada del producto muestra, luego se adicionan 100 ml de muestra a la probeta y se agita durante 20 ciclos completos, cada ciclo de 3 segundos. Luego se mide la altura de espuma final sobre la graduación de la probeta.

4.1.2. pH

Medición de pH con un potenciómetro Metter Toledo a 25°C.

4.1.3. Método de fabricación de las composiciones patente

Cada una de las fórmulas asociadas a la composición de la patente se hizo bajo el mismo procedimiento experimental para eliminar la variable de proceso entre cada experimento. A continuación se hace una descripción del mismo:

1. Adicionar al agua previamente calentada a 45°C el lauril éter sulfato de sodio y mantener con agitación rotor-estator 1500 rpm durante 30 minutos, hasta obtener una solución transparente.
2. Adicionar lauril sulfato de sodio y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
3. Adicionar Glutamato disódico de cocoilo y Glutamato monosódico de cocoilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
4. Ajustar el pH con ácido cítrico y/o hidróxido de sodio al 18% para alcanzar pH de 3, 6 o 10.
5. Agregar Lactato de lauril lactilo y mantener con agitación ancla 300 rpm por 15 minutos.
6. Adicionar Xilitol glucósido, xilitol anhidro y xilitol y mantener con agitación ancla 300 rpm por 5 minutos.
7. Finalmente, agregar el liposoma y mantener la agitación durante 10 minutos.
8. Medir los parámetros definidos como variables de respuesta

5. Resultados

Se hicieron las tres formulaciones indicadas en la tabla 1 usando diferentes ajustes de pH. A continuación se muestran los resultados para estas formulaciones:

Ajuste realizado	pH	Espuma (ml)
6.0	6.60	625
3.0	3.40	640
10.0	10.16	560

Tabla 2. Resultados de espuma con ajustes de pH diferentes

Igualmente, se presentó una separación de fases para la formulación con ajuste de pH3.

6. Análisis y conclusiones

Según los resultados de la tabla 2, al hacer un ajuste de pH diferente al propuesto por la reivindicación (pH de 6 a 7) se ven cambios significativos en algunos de los parámetros. Para el caso del pH 10 la espuma se ve disminuida significativamente, comparada con la formulación con pH ajustado entre el rango recomendado. Esto demuestra que la variación en este parámetro es muy importante para lograr los parámetros establecidos para la composición.

Al tener estos cambios en los pH se producen reacciones de hidrólisis que afectan de manera más significativa a componentes como lactato de lauril lactilo. De estas reacciones se generan aceites grasos libres que disminuyen considerablemente la espuma de la formulación.

Igualmente, cuando el pH de estas formulaciones es muy ácido (pH 3.0), aunque no hay un cambio significativo en la espuma, hay cambios en los parámetros de estabilidad y homogeneidad de la composición, lo cual afecta las condiciones de la composición.

En conclusión, se ha demostrado que el proceso bajo el cual se recomienda un ajuste de pH, es fundamental para garantizar los parámetros de la composición propuesta y su correcto funcionamiento.

7. Firmas



Paola Andrea Lanziano Alonso

8. Referencias

1. Solicitud Patente de Invención 14-1757-42. Composición de limpieza que contiene materias primas naturales, no derivadas de fuentes petroquímicas y método de preparación de la misma.
2. Resultado del examen de fondo. Exp 14-1757-42-5. Fecha 2015-12-17.