



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00481**

(22) Data de depozit: **29.06.2012**

(41) Data publicării cererii:
30.04.2014 BOPI nr. 4/2014

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **ION RODICA MARIANA, STR.VOILA NR.3,
BL.59, ET.1, SC.3, AP.36, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **JECU LUIZA MARIA,
STR. PICTOR OCTAV BĂNCILĂ NR. 8,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **CONSTANTIN MARIANA,
STR. SCHITULUI NR. 9, BL. 40, AP. 122,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **RĂUȚ IULIANA,
ALEEĂ BARAJUL BISTRIȚEI, NR. 12, BL. 4,
ET. 4, AP. 54, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **PISCUREANU AURELIA ALEXANDRINA,
STR. DR. LEONIDA VARNALI NR.15, AP.1,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **COMPOZIȚIE DE ȘĂPUN SOLID EXTRAFIN CU ACȚIUNE
ANTIMICROBIANĂ**

(57) Rezumat:

Prezenta invenție se referă la o compoziție de săpun solid extrafin, cu acțiune antimicrobiană, cu utilizare pentru dezinfectarea pielii în industria alimentară, farmaceutică, cosmetică și în domeniul medical, constituită din 1...3% amestec de alcooli inferiori C6-C7, obținuți prin fotooxidarea și, ulterior, reducerea hidrocarburilor nesaturate corespunzătoare, 15...18% ulei de palmier; 30...33% ulei de măsline, 30...32% ulei de

cocos, introduse în reacția de saponificare cu 18...20% agent de saponificare, la 40...50°C, și finalizarea reacției timp de circa 48 h, la temperatura camerei, până la solidificare.

Revendicări: 4

Figuri: 2

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



COMPOZITIE DE SAPUN SOLID EXTRAFIN CU ACTIUNE ANTIMICROBIANA

Săpunul este unul dintre cele mai importante produse din viața noastră de zi cu zi, și este creat prin reacția de saponificare dintre o sursă de grăsime (fie animală, fie vegetală) cu o bază. Săpunurile comerciale, sub forma în care le întâlnim astăzi, pot conține o varietate de compuși chimici care nu sunt neutralizați în totalitate în procesul de fabricație și pe care le aplicăm zilnic pe piele. Industria cosmetică asigură o vastă gamă de săpunuri și alte produse igienice pentru a deservi igienei zilnice.

Pe lângă efectul de curățire, un săpun trebuie să îndeplinească multiple calități cosmetice, cum ar fi: perfecta compatibilitate cu pielea, să nu producă degresarea pielii, să nu producă asprirea și crăparea pielii, să păstreze elasticitatea și suplețea pielii, să producă un tușeu catifelat al pielii.

Săpunurile au fost utilizate de mulți ani ca agenți de curățare pentru piele. Îmbunătățirea calității olfactive, cosmetice și sanitare a săpunurilor a fost realizată permanent prin încorporarea a diverși aditivi. De exemplu, uleiul din nuci de cocos sau uleiul din miez de palmier au fost adăugați pentru îmbunătățirea cantitativă a spumei.

De la substanțele spumante introduse în rețeta de săpun (pentru o spumă abundentă) până la conservanții necesari pentru ca săpunul să fie păstrat timp îndelungat fără a se altera, compușii chimici conținuți în săpunurile comerciale usucă pielea, o agrează, o irită și pot declanșa în organism diverse forme alergice. De exemplu, lauril sulfatul de sodiu (SLS), un ingredient frecvent întâlnit în săpunurile comerciale, rămâne pe piele câteva ore după utilizarea săpunului, permițând absorbția sa prin piele.

În plus, aroma îmbietoare a săpunurilor și aspectul lor placut se datorează parfumurilor sintetice și coloranților artificiali pe care îi au în compoziție și care pot determina diverse reacții alergice ca înroșirea pielii, mâncărimi, usturime, lăcrimarea ochilor etc.

În tabelul 1 sunt prezentate cele mai importante ingrediente cu potențial dăunător prezente în săpunurile comerciale.

Tabel 1. Ingrediente cu potențial dăunător prezente în săpunurile comerciale.

Substanța	Efecte
Apirina	Afectează sistemul imunitar
alfa-terpinolol	Iritant pentru membranele mucusului. Expunerea frecventă sau prelungită (și mai ales inhalarea repetată) poate cauza edem și dificultăți de respirație.
Benzaldehida	Narcotic și anestezic care poate cauza o depresie la nivelul sistemului nervos central. Prin inhalare, poate produce amețeli, vărsături și hipotensiune.
Acetatul de benzil	Iritant pentru ochi și plămâni; caracter cancerigen.
Linalol	Narcotic ce afectează funcția respiratorie și activitatea motorie. Atractant pentru albine, cu pericol pentru alergici la întepaturile de albină.
Lauril – sulfat de sodiu	Clasificat ca «mutagen», cu alterarea materialului genetic al celulelor.
Triclosan	Antibacterian și «mutagen» ușor absorbit prin piele. Este iritant pentru ochi și este asociat cu probleme hepatice.

Pentru evitarea efectelor nedorite cauzate de compușii chimici prezentați în Tabelul 1, s-a impus înlocuirea acestora cu diverși compuși naturali, și fabricarea săpunurilor naturale. În comparație cu săpunurile comerciale, cele naturale sunt mai fine, fiind preparate din uleiuri vegetale, cum ar fi cele de măsline, nucă de cocos și palmier, fără a conține potențialele chimicale dăunătoare pe care le conțin săpunurile obișnuite. În afara acestor uleiuri vegetale, săpunurile naturale conțin uleiuri esențiale naturale, ce sunt de fapt extracte concentrate din plante (100% naturale), și sunt obținute prin distilarea florilor, frunzelor, fructelor, a cojii sau chiar a unor rădăcini. În prezent, se cunosc peste 100 de uleiuri esențiale diferite. Uleiurile esențiale pot transforma un săpun natural simplu în săpun natural antibacterian, săpun antiacneic, săpun antifungic, săpun cu efect antiseptic, săpun care să trateze eczema sau, mai general, dermatitele, cu acțiune emolientă și protectoare pentru piele.

În prezenta invenție, se propune o nouă compoziție de săpun solid utilizat pentru dezinfectia pielii, cu aplicații în domenii în care se impun condiții severe de igienă, precum: industria alimentară, industria farmaceutică, industria cosmetică și în domeniul medical. Săpunul solid propus are la bază un amestec de uleiuri de măsline, cocos și palmier, bogate în acizi grași saturați și nesaturați, iar ca ulei esențial cu proprietăți anti-microbiene, se utilizează un amestec de alcooli nesaturați hexenici și heptenici odoranți, conform brevetului A/00931/21.09.2011.

În mod tipic, un săpun conține acizi grași cu lanț de circa 12 până la 18 atomi de carbon. Lungimea lanțului de atomi de carbon este selectată în funcție de diverse motive, inclusiv capacitatea de curățare, capacitatea de spălare. Este cunoscut că săpunurile cu lungimi de lanț mai scurte sunt mai solubile în apă (adică, mai hidrofobe) și produc mai mult săpun comparativ cu săpunurile ce conțin acizi grași cu lungimi mai mari de lanț, acestea din urmă fiind adesea selectate de fabricanți din motive de cost.

Pentru a conferi o proprietate antimicrobiană unui săpun convențional, este în general necesar a se adăuga germicide sau agenți antimicrobieni. Utilizarea agenților antimicrobieni în diverse produse cosmetice este bine cunoscută. Astfel, de exemplu, sunt cunoscute săpunuri care conțin agenți antimicrobieni cum ar fi 2,4, 4'-tricloro 2'-hidroxi difenileter și triclocarbanilide, dar nu în proporție mai mare de 60%. Sunt utilizate produse chimice precum: hexaclorofenul, triclocarban, triclosan, diverși compuși cuaternari de amoniu (clorura de benzotoniu, clorura de metil benzotoniu), triacetina, sau 1,2,3-propantriacetat, citratul de trietil și esterii acizilor hidrocarboxilici. Însă compozițiile ce conțin agenți antimicrobieni au efect dezavantajos asupra mediului de microorganisme de la nivelul pielii. În plus, unii din compușii menționați mai sus, cum ar fi hexaclorofenul, au fost deja interziși, ca fiind nesiguri.

Se mai cunoaște de asemenea un săpun alcalin, constituit din acizi grași naturali, di și trietanolamină, alchileter sulfatați, agenți de condiționare, dezinfectant, dar care prezintă dezavantajul că efectele principale sunt cele de curățare și nu asigură o dezinfecție adecvată pe termen lung (US 5728663).

O mare varietate de creme, loțiuni, soluții și spume au fost dezvoltate ca agenți protectori pentru domeniul sanitar și pentru protecția pielii împiedicând transmisia agenților patogeni. Aceste produse conțin agenți de umectare, acizi grași, solvenți, emolienți și alți agenți ce acționează în acest sens, mulți dintre ei conținând clorhexidina (US Pat No. 5.017.617, JP 63.057.502), polioli (US 5.980 925).

Aceste brevete de invenție prezintă ca dezavantaj toxicitatea compușilor utilizați: pe de o parte clorhexidina, cunoscută ca iritantă la contactul cu pielea, și responsabilă de sensibilizarea pielii și iritații ale conjunctivei, la concentrații > 0,1%, chiar cauzând disconfort sau iritații la nivelul tractului gastro-intestinal la ingestia ei. Pe

de altă parte, polioli sunt dăunători sănătății, prezentând un potențial alergic, fiind responsabili de durere de cap și greață. Polioli induc dermatite de contact atunci când ajung accidental pe piele.

Compusul odorant antimicrobian din această invenție are marele avantaj că nu produce semne alergice dermice sau de altă natură.

În prezent sunt cunoscute diverse compoziții de îngrijire personală antibacteriană (EP 1 563 050 B1). Acestea sunt utile ca și compoziții de curățare, precum săpunul solid utilizat la curățirea pielii și la distrugerea bacteriilor și a altor microorganisme prezente pe piele, în special pe mâini, brațe și față. În această invenție, se utilizează drept agent antibacterian un amestec de 45% componente cu lanțuri alchil cu 8-10 atomi de carbon, și solvenți organici polihidrici (polipropilen glicol, dipropilen glicol, butilen glicol, etilen glicol, 1,7-heptandiol, monoetilen glicoli, polipropilen glicoli, până la 8000 masă moleculară), alchileteri C1-C4, amestecuri de glicerina, și orice alcool al zaharurilor, precum sorbitolul. În plus, această invenție utilizează un amestec foarte complex, incluzând coloranți, parfumuri, ajustori de pH, conservanți, stabilizatori, coloranți, agenți de chelare, gume, și agenți activi antibacteriali.

Spre deosebire de această compoziție, invenția noastră utilizează ca și compus odorant antimicrobian un amestec de alcooli cu lanț alchil mic (C6-C7), precum: 3,4,5,5 - tetrametil-2-hexanol - 23.61%; 2,3,4,4-tetrametil-1-hexanol - 5.48%; 3,5,5-trimetil-2-heptanol - 11.67%; 3,4,4,5-tetrametil-2-hexanol - 44,12%, obținuți prin fotooxidarea și reducerea ulterioară a hidrocarburilor nesaturate aferente, conform brevetului A/00931/21.09.2011. Compusul odorant antimicrobian în proporție de 1-3% (procente de volum) se amestecă cu 15-18% ulei palmier, 30-33% ulei măsline, 30-32% ulei cocos, și se introduce în reacția de saponificare cu 18-20% agent saponificare (NaOH). Reacția are loc la temperatură de până la 40-50 °C, cu amestecare, finalizarea reacției având loc în timp de circa 48 ore, la temperatura camerei, până la solidificare.

Nevoia descoperirii de noi compuși antimicrobieni originali și cu o toxicitate scăzută este determinată de apariția continuă de noi agenți etiologici, dar și de fenomenul rezistenței microbiene.

În prepararea săpunului, s-au utilizat următoarele uleiuri, cu următoarele caracteristici:

Ulei de cocos	Indice iod: 8-10 g I ₂ / 100 g produs; Indice saponificare: 250-265 mg/KOH/g Densitate: 0,925-0,938 g/cm ³ Punct topire: 20-28 °C Punct congelare: -14+-25 °C
Ulei de măsline	Indice iod: 79-88 g I ₂ / 100 g produs Indice saponificare: 112,24 mg KOH/g Densitate: 0,9153 g/cm ³ Punct topire: -6 °C Punct congelare: -12 °C
Ulei de palmier	Indice iod: 34-58 g I ₂ / 100 g produs Indice saponificare: 96-210 mg KOH/g Densitate: 0,921-0.948 g/cm ³ Punct topire: 32-42 °C Punct congelare: 24,1 °C

Invenția prezintă următoarele **avantaje**:

- permite obținerea unui săpun antimicrobian cu odoranți alcoolici hexenici și heptenici în amestec pentru prima dată în literatura de specialitate;
- compușii odoranți obținuți se pot utiliza în industria cosmetică și farmaceutică ca dezinfectanți (acțiune antibacteriană și anti-fungică).
- permite obținerea unui săpun extrafin, moale la atingere,
- săpunul obținut este puternic spumant, lăsând un aspect moale și fin al pielii, ușor parfumat;
- are un puternic caracter antimicrobian,

Se prezintă în continuare un exemplu de realizare a invenției:

Exemplul 1.

Intr-un balon cu trei găuri se adaugă 100 ml ulei de palmier, 210 ml ulei măsline, 200 ml ulei cocos și 10 ml compus odorant antimicrobian nou, și se agită 20 minute pentru omogenizare. Balonul este prevăzut cu agitator, o gură de aerisire și o pâlnie de picurare prin care se picură o soluție conținând 50 grame NaOH în 120 ml apă distilată. Picurarea se realizează la o temperatură de 50 °C. După încetarea picurării, amestecul de reacție se răstoarnă într-un vas cu fund plat și se menține circa 48 ore la temperatura camerei până la solidificare.

Pentru săpunul obținut s-au efectuat următoarele teste fizico-chimice:

Indice saponificare

Indicele de saponificare reprezintă miligramele de NaOH necesari pentru saponificarea unui gram de grăsime.

În acest caz se calculează după formula:

$$V_{\text{ulei măsline}} \times \text{indice saponificare ulei măsline}/1000 + V_{\text{ulei cocos}} \times \text{indice saponificare ulei cocos}/1000 + V_{\text{ulei palmier}} \times \text{indice saponificare ulei palmier}/1000 = 50 \text{ g NaOH}$$

Densitatea

Densitatea acestui amestec este 0,759 g/ml.

Determinarea conținutului de substanțe nesaponificabile (inerte din grăsimea supusă saponificării) și nesaponificate (trigliceridele care nu s-au saponificat în procesul de fabricație al săpunului).

Substanțele nesaponificate și nesaponificabile din săpun se extrag din soluția alcoolică de săpun, cu eter de petrol. Extractul eteric se usucă pe sulfat de sodiu, se distilă pe baie de apă și se usucă. Conținutul de substanțe nesaponificate și nesaponificabile, exprimate în procente de masă, se calculează după formula:

$$(m_1/m) \times 100$$

unde:

m_1 este masa rezidului uscat,

m este masa luată în lucru.

Rezultatul analizei 2,50 % nesaponificabile și nesaponificate.

Conținutul mic de nesaponificabile și nesaponificate indică un săpun de calitate bună.

Testarea activității antimicrobiene a unei probe de săpun

Scopul experimentului a fost evidențierea activității antimicrobiene a unei probe de săpun.

Materiale si metode

Produsul de testat: S-au folosit două concentrații de săpun: 1g săpun în 10 ml apă distilată sterilă; 0.5g săpun în 10 ml apă distilată sterilă.

Microorganisme: *Candida albicans*, *Candida parapsilosis*, *Staphylococcus aureus*. Tulpinile au fost selectate pentru că sunt agenți microbieni implicați în diverse afecțiuni umane, fiind frecvent izolați de pe tegumente.

Medii de cultura: mediu Sabouraud solid (peptonă, glucoză, agar) și geloza simplă.

Mod de lucru

Pentru a dovedi eficiența antimicrobiană, rata de supraviețuire a organismelor expuse la formularea de săpun este testată în funcție de timp. Se calculează % sau, alternativ, reducerea din populația microbiană inițială. Suspensia microbiană, sau inoculul testat, se prepară prin creștere unei culturi în orice mediu solid corespunzătoare (de exemplu, agar). Apoi populația microbiană este spălată de agar cu ser fiziologic steril și populația suspensiei microbiene este ajustată la 10^8 unități formatoare de colonii pe ml (cfu/ml).

1ml suspensie microbiană obținută de la microorganismele menționate a fost pus în contact cu 9 ml soluție de săpun (1g la 10 ml apă distilată; 0,5g la 10 ml apă distilată). Au fost testate mai multe durate de contact între săpun și microorganism, și anume: 1, 3 și 5 minute. La sfârșitul perioadei de contact s-a prelevat câte 1 ml (în duplicat) și s-a însămânțat în plăci Petri prin încorporare. Plăcile au fost incubate la temperatura de 28°C pentru tulpinile levurice (*Candida*) și respectiv de 37°C pentru *Staphylococcus aureus*, timp de 48 ore. În vederea determinării activității antimicrobiene s-au făcut numărători de colonii înainte și după contactul cu soluția de săpun.

Pentru soluțiile martor s-au determinat următoarele concentrații: *Candida albicans*: concentrație inițială $1,18 \times 10^5$ UFC/ml (unități formatoare de colonii); *Staphylococcus aureus*: concentrație inițială $2,11 \times 10^5$ UFC/ml. Evoluția încărcăturii microbiene pentru cele trei tulpini la diferite concentrații de săpun și diferiți timpi de contact, este prezentată în Tabelul 2.

S-a observat o reducere a încărcăturii microbiene mai accentuate în cazul tulpinii *Staphylococcus aureus* comparativ cu cele două tulpini levurice. Săpunul antimicrobian a avut o activitate mai pronunțată față de tulpina bacteriană *Staphylococcus aureus*. Se cunoaște faptul ca săpunurile în general au o activitate antibacteriană.

Tabel 2. Evoluția încărcăturii microbiene pentru cele trei tulpini la diferite concentrații de săpun și diferiți timpi de contact

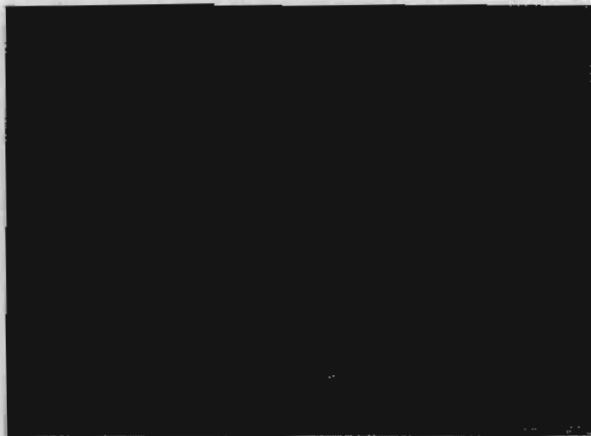
Concentrație săpun	Timp de contact	Reducere a încărcăturii microbiene (diminuarea cu)
<i>Candida parapsilosis</i>		
1g/10ml	1	0
1g/10ml	3	0
1g/10ml	5	0
0,5g/10ml	1	0
0,5g/10ml	3	0
0,5g/10ml	5	0
<i>Candida albicans</i> (1, 18 x10 ⁵ UFC/ml)		
1g/10ml	1	10 ³
1g/10ml	3	10 ³
1g/10ml	5	0
0,5g/10ml	1	10 ²
0,5g/10ml	3	10 ²
0,5g/10ml	5	0
<i>Staphylococcus aureus</i> (2,11x10 ⁵)		
1g/10ml	1	10 ⁴ .
1g/10ml	3	10 ⁴ .
1g/10ml	5	10 ³ .
0,5g/10ml	1	10 ³ .
0,5g/10ml	3	10 ³ .
0,5g/10ml	5	10 ³ .

In Figurile 1,2,3 sunt prezentate imagini ale culturilor microbiene în plăci Petri, pe mediu solid.

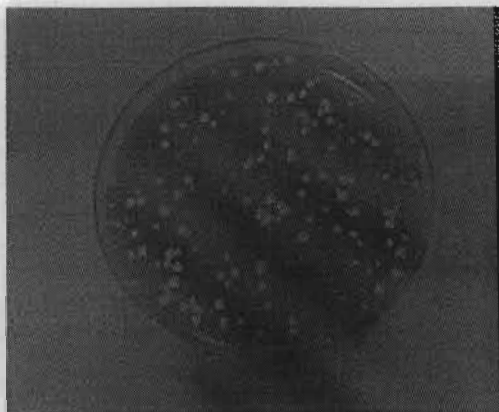
Revendicări

1. Compoziție de săpun natural extrafin cu acțiune antimicrobiană, caracterizat prin aceea că utilizează ca și compus odorant antimicrobian un amestec de alcooli cu lanț alchil mic (C6-C7), precum: 3,4,5,5-tetrametil-2-hexanol - 23.61%; 2,3,4,4-tetrametil-1-hexanol - 5.48%; 3,5,5-trimetil-2-heptanol - 11.67%; 3,4,4,5-tetrametil-2-hexanol - 44,12% obținuți prin fotooxidarea și reducerea ulterioară a hidrocarburilor nesaturate aferente; acest compus odorant antimicrobian în proporție de 1-3% (procente de volum) se amestecă cu 15-18% ulei palmier, 30-33% ulei măsline, 30-32% ulei cocos, și se introduce în reacția de saponificare cu 18-20% agent saponificare (NaOH) reacția are loc la temperatură de 40-50 °C, cu amestecare, finalizarea reacției având loc în timp de circa 48 ore, la temperatura camerei, până la solidificare.
2. Compoziție de săpun natural extrafin antimicrobian, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că se utilizează 100 ml ulei palmier, 210 ml ulei măsline, 200 ml ulei cocos și 10 ml compus odorant antimicrobian.
3. Săpun natural extrafin cu acțiune antimicrobiană, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că are acțiune antimicrobiană asupra agenți microbieni implicați în diverse afecțiuni umane, fiind frecvent izolați de pe tegumente *Candida albicans*, *Candida parapsilosis*, *Staphylococcus aureus*.
4. Săpun natural extrafin cu acțiune antimicrobiană, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că reduce a încărcăturii microbiene mai accentuat în cazul tulpinii *Staphylococcus aureus* comparativ cu cele două tulpini levurice

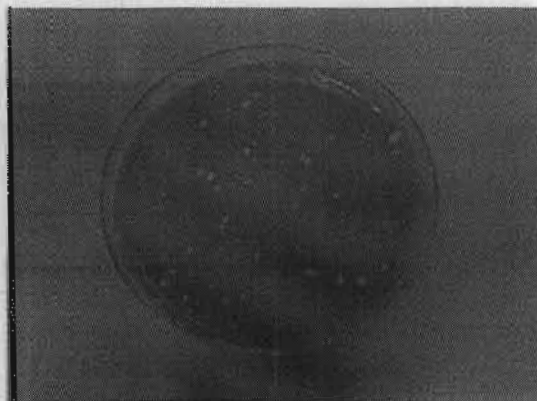
24



Martor *Candida albicans*



Imagini *Candida albicans* 1g/10ml
dupa 1 minut de contact



Imagini *Candida albicans* 1g/10ml
dupa 3 minute de contact



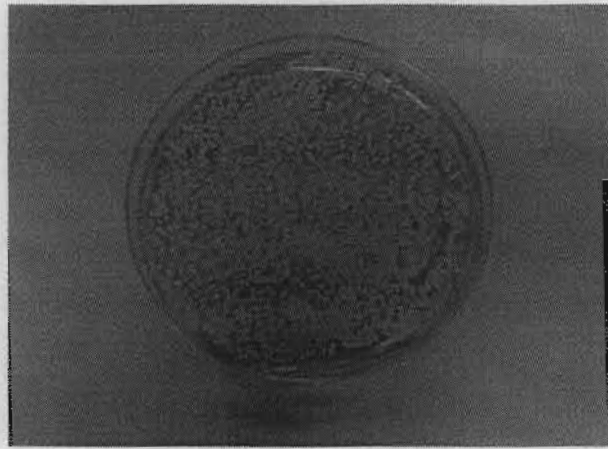
Imagini *Candida albicans* 0,5g/10ml
dupa 1 minut de contact



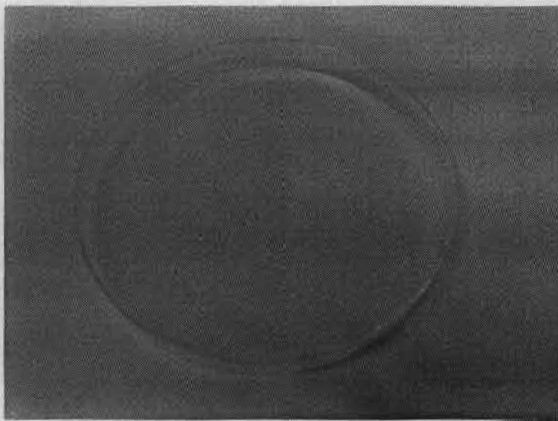
Imagini *Candida albicans* 0,5g/10ml
dupa 3 minute de contact

Figura 1. Imagini *Candida albicans* în plăci Petri, pe mediu solid, la diferiți timpi de contact

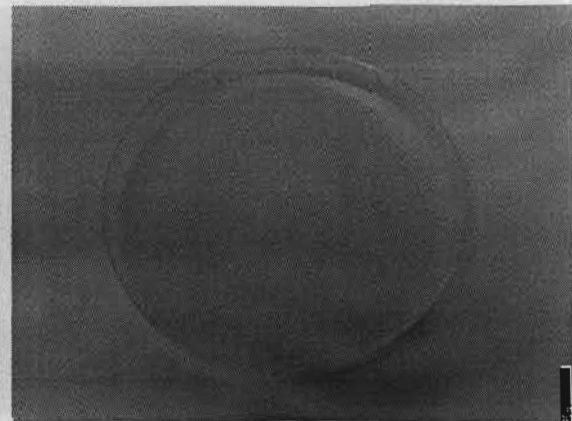
28



Martor *Candida parapsilosis*

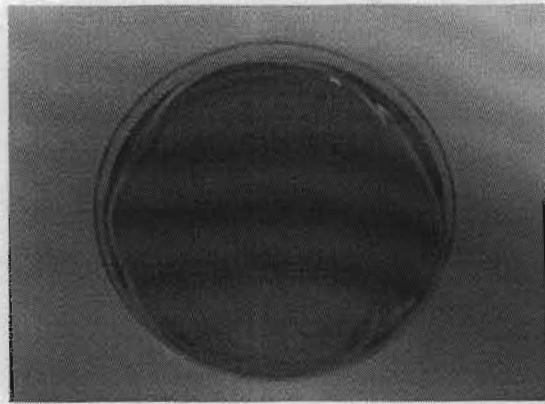


Imagini *Candida parapsilosis* 1g/10ml dupa 1 minut de contact

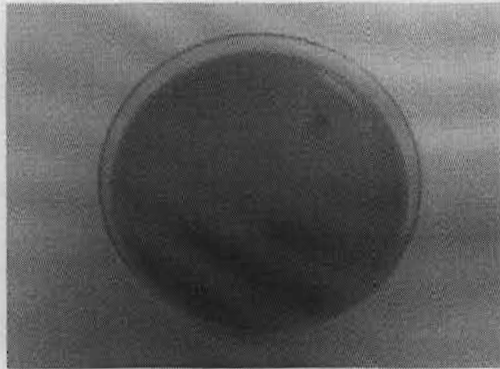


Imagini *Candida parapsilosis* 1g/10ml dupa 3 minute de contact

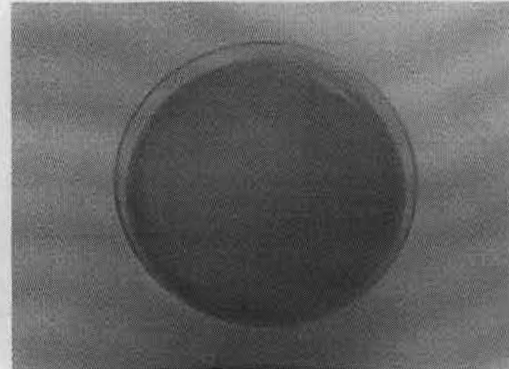
Figura 2. Imagini *Candida parapsilosis* în plăci Petri, pe mediu solid, la diferiți timpi de contact



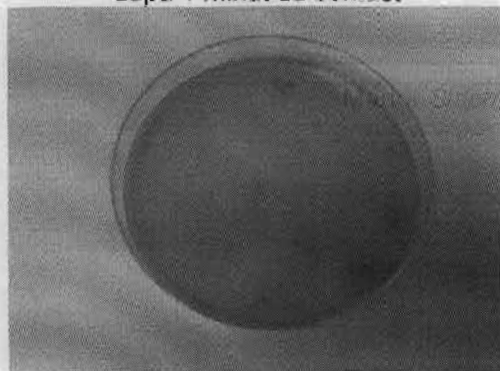
Martor *Staphylococcus aureus*



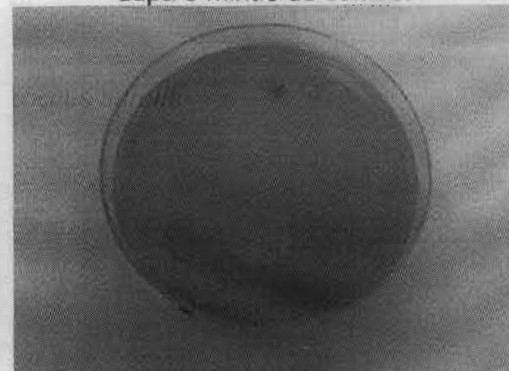
Imagini *Staphylococcus aureus* 1g/10ml
dupa 1 minut de contact



Imagini *Staphylococcus aureus* 1g/10ml
dupa 3 minue de contact



Imagini *Staphylococcus aureus* 0,5g/10ml
dupa 1 minut de contact



Imagini *Staphylococcus aureus* 0,5g/10ml
dupa 3 minut de contact

Figura 3. Imagini *Staphylococcus aureus* în plăci Petri, pe mediu solid, la diferiți timpi de contact