



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 357 538**

51 Int. Cl.:

C11D 1/02 (2006.01)

C11D 1/72 (2006.01)

C11D 3/28 (2006.01)

C11D 7/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05747950 .3**

96 Fecha de presentación : **12.05.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1751262**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.02.2007**

54 Título: **Concentrado humectante estable.**

30 Prioridad: **20.05.2004 US 850297**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.04.2011

73 Titular/es: **ISP INVESTMENTS Inc.**
300 Delaware Avenue
Wilmington, Delaware 19801, US

72 Inventor/es: **Narayanan, Kolazi, S. y**
Patel, Jayanti

74 Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Concentrado humectante estable.

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

- 5 **[0001]** Esta invención se refiere a agentes humectantes, y más particularmente, a concentrados humectantes estables, y sus composiciones humectantes acuosas, que presentan unas propiedades superiores de humectación y difusión.

2. Descripción de la técnica anterior

- 10 **[0002]** Kolazi S. Narayanan, en las patentes de EE.UU. 5.424.072; 5.508.249; 5.470.508; y 5.409.639; ha descrito el uso de N-octil pirrolidona (Surfadone® LP 100) (International Specialty Products) en varias aplicaciones, particularmente para productos químicos agrícolas. Sin embargo, la N-octil pirrolidona (NOP) es cara comparada con otros tensioactivos.

[0003] Por consiguiente, un objeto de esta invención es proporcionar un agente humectante estable y superior a la NOP a un coste reducido.

15 Resumen de la invención

[0004] Lo que se describe en el presente documento es un concentrado humectante que comprende, en peso,

(a) el 10-30% de una octil o dodecil pirrolidona,

(b) el 50-90% de un alcohol etoxilado que contiene 2 ó 3 unidades EO, por ejemplo, noninol etoxilado,

(c) el 0,5-5% de lauril sulfato sódico o lauriléter sulfato sódico, y

- 20 (d) el 0-10% de agua.

[0005] En las formas de realización preferidas de la invención, la relación ponderal de (a):(b) es de 20:80 aproximadamente, (c) es el 2,5% aproximadamente, y (d) es el 1,5% aproximadamente.

[0006] Una composición humectante estable incluye el concentrado humectante y agua de dilución, en la que el agua de dilución es, en partes de concentrado a agua, de 1:50 a 1:5000, preferentemente de 1:1000 a 1:2000.

- 25 **[0007]** Una formulación humectante de uso habitual del presente documento incluye el concentrado de humectación y agua de dilución, que es útil, por ejemplo, como disolución para pulverización agrícola, como limpiador de superficie, productos para el lavado de coches o productos para el lavado de fuentes.

Descripción detallada de la invención

- 30 **[0008]** La N-octil pirrolidona (Agsol® Ex 8 o Surfadone® LP 100) se usa comercialmente en diversas aplicaciones, ya sea sola o junto con otras composiciones formuladas. La ventaja principal de la N-octil pirrolidona es su elevada solvencia para moléculas hidrófobas. También puede formar micelas mixtas con algunos otros tensioactivos, especialmente con emulsionantes aniónicos tales como lauril sulfato sódico (SLS) y lauriléter sulfato sódico. La N-octil pirrolidona también es única al ser un disolvente de superficie activa y así, puede funcionar como disolvente interfacial. Esta propiedad es una ventaja en muchas formulaciones de consumo, por ejemplo, para controlar la liberación de fragancias orgánicas y proporcionar una humectación adicional sobre superficies en disoluciones para pulverización.

[0009] El concentrado humectante de la invención incluye (a) octil o dodecil pirrolidona, (b) un alcohol etoxilado que contiene 2 ó 3 unidades de EO, (c) es lauril sulfato sódico o lauriléter sulfato sódico y, opcionalmente (d) es agua.

- 40 **[0010]** Preferentemente, en el concentrado humectante, la relación ponderal de (a):(b) es de 20:80 aproximadamente.

[0011] Una composición humectante estable de la invención comprende el concentrado humectante y agua de dilución, en la que en el agua de dilución, la relación del concentrado a agua es de 1:50 a 1:5000 aproximadamente; preferentemente de 1:1000 a 1:2000 aproximadamente.

- 45 **[0012]** Las formulaciones para uso habitual de la invención incluyen el concentrado humectante en una disolución para pulverización agrícola, un limpiador de superficie, productos para el lavado de coches o productos para el lavado de fuentes.

[0013] Las formulaciones para uso en la invención pueden tener tiempos de humectación <30 segundos y un área de difusión sobre superficies de Parafilm® (superficie hidrófoba) de 6,25 veces la del agua (20 µl).

Ejemplos

Materiales usados

- 5 **[0014]** Lauriléter sulfato sódico, 2 EO, Pureza 25,6%, Rhodapex® ES-2 [Rhodia Chemicals, NJ].
- [0015]** Lauriléter sulfato sódico, 3 EO, Pureza 30%, Standapol® ES-3 [Stepan Chemicals, NJ].
- [0016]** Lauril sulfato sódico, 29% en disolución acuosa, [Rhodia].
- [0017]** N-(n-Octil)-2-pirrolidona, Agua, Pureza > 99,0%, Agsol® Ex 8 [International Specialty Products, Wayne, NJ].
- 10 **[0018]** Poli-(oxi-1,2-etanodiol)-alfa-undecil-omega-1-undecanol, 1-undecanol, (nonil alcohol etoxilado). Pureza 84%. Tomadol® 1-3 [Tomah Reserve, Inc., Reserve, LA].
- A) Preparación de concentrados humectantes y sus disoluciones acuosas diluidas de Disoluciones y diluciones seriadas
- [0019]** Los concentrados humectantes se prepararon pesando de manera precisa las cantidades apropiadas de cada uno de los principios hasta producir 100 g de disoluciones madre.
- 15 **[0020]** La Tabla 1 a continuación muestra las composiciones ternarias de la invención que contienen Agsol® Ex 8, Tomadol® 1-3, lauriléter sulfato sódico acuoso 2 EO, y/o lauriléter sulfato sódico acuoso 3 EO. Estas composiciones se prepararon añadiendo cantidades crecientes (del 0-25%) de lauriléter sulfato sódico acuoso disponible comercialmente a la mezcla base de Agsol® Ex 8 y Tomadol® 1-3 (20:80).

Tabla 1

Principio	Concentrados humectantes			
	1 [SW 1]	2 [SW 2]	3 (SW 3)	4 (SW 4)
Agsol Ex 8	20	19	18,83	19,0
Tomadol 1-3	80	76	75,31	76,0
SLS (29%)	0	5	0	0
Rhodapex ES-2, 25,6%	0	0	5,86	
Standapol ES-3, 30%	- 0	0	0	5,0
Total	100	100	100	100
Agsol Ex 8	20	19	18,73	19,0
Tomadol 1-3	80	76	75,31	76,0
SLS (Sólido)	0	1,5	0	0
Rhodapex ES- 2	0	0	1,50	0
Standapol ES-3	0	0	0	1,50
Agua	0	3,5	4,46	3,50
Total	100	100	100	100

- 20 **[0021]** Estas disoluciones madre se usaron para preparar diluciones seriadas de la manera siguiente.

[0022] SW1 se diluyó con agua destilada

- 1) 1/100, 10 g de Agsol EX 8 se diluyó hasta 1000 g.

2) 1/500, 100 g de Disolución 1) se diluyeron hasta 500 g.

3) 1/1000, de 50 g de la Disolución 1) se diluyeron hasta 500 g.

4) 1/2000, 25 g de la Disolución 1) se diluyeron hasta 500 g.

5) 1/5000, de 50 g de la Disolución 2) se diluyeron hasta 500 g.

5 **[0023]** De manera similar, se preparó como anteriormente el resto de las disoluciones madre a diluciones: 1/100, 1/1000, 1/2000, y 1/5000. Todas las disoluciones diluidas se usaron para las siguientes pruebas.

B) Estabilidad/separación en reposo

C) Tiempo de humectación de Drave

D) Difusión/área de las gotas/relaciones de área

10 E) Propiedades de la espuma

B) Estabilidad/separación en reposo

[0024] Se transfirieron 50 ml de cada disolución diluida a un tubo de comparación del color Nessler y cada disolución se observó desde tiempo cero a 10 días. Los resultados se muestran en la Tabla 2 a continuación.

C) Tiempo de humectación (método de Drave)

15 **[0025]** Se transfirieron 300 ml aproximadamente de cada dilución (dilución más alta primero) a una probeta volumétrica de 250 ml. El peso se fijó sobre un algodón, y a continuación se transfirió lentamente a la probeta con el peso en el extremo inferior. Una vez colocado el peso en el fondo de la probeta, se inició inmediatamente un cronómetro, y se observó la posición del algodón. Se registró el tiempo en el que el algodón cae al fondo de la probeta. Este procedimiento se repitió varias veces y se registró un promedio del tiempo de humectación para cada disolución. Normalmente la reproducibilidad se encuentra dentro del 10% de los valores presentados, como se muestra en la Tabla 3. Las disoluciones acuosas de Agsol Ex 8 se acidificaron con HCl concentrado hasta pH ~1,2 para solubilizar el Agsol Ex 8. En todas las otras composiciones que usan Agsol Ex 8, no se añadió ácido.

D) Eficacia de la difusión

25 **[0026]** Se insertó papel milimetrado entre dos placas de vidrio de 12" x 12". Se transfirieron 20 µl de cada disolución sobre un papel de cera Parafilm montado sobre la placa de vidrio. Se registró inmediatamente el tiempo y el diámetro de cada gota observándolas a través de una lupa con una magnificación de ~20x. El diámetro de la misma gota se volvió a medir después de tres minutos. De manera similar, se registró el diámetro medio de una gota de agua destilada después de tres minutos. Se calculó la relación de los cuadrados del radio de cada grupo de gotas y el radio de una gota de agua como una medida de la eficacia de difusión, como se muestra en la Tabla 4.

30 E) Espuma

35 **[0027]** Se transfirió de manera precisa una disolución de 50 ml en una probeta de 100 ml, se tapó, y la disolución se volteó 25 veces en un ángulo 180°. Se registró la altura del volumen de la espuma durante 15 minutos desde tiempo cero en intervalos de un minuto. A continuación se repitió este procedimiento y la media de dos lecturas para cada minuto se registró en mm de alto. De manera similar, se midieron las alturas de las espumas de todas las disoluciones madre diluidas (véase Tabla 5 relativas a las alturas de las espumas para las composiciones 6 y 7 o SW 1 y SW 2).

40 **[0028]** La Tabla 2 muestra la estabilidad física de composiciones seleccionadas de la Tabla 1 tras la dilución a relaciones de 1/100, 1/500, 1/1000, y 1/2000. Todas las composiciones permanecieron claras incluso después de 10 días. No obstante, tras la dilución en agua, la composición base que no contiene tensioactivo aniónico (SW 1) se separó en dos fases en las primeras 24 h a una dilución de 1/100. No obstante, la adición de lauriléter sulfato sódico acuoso al 5% (con 2 EO o con 3 EO) fue suficiente para mejorar su estabilidad durante la dilución.

[0029] Se determinaron las propiedades de humectación, difusión y espumación de las mezclas de Agsol® Ex 8, Tomadol® 1-3 y Rhodapex® ES-2 acuoso, o/y Standapol® ES-3, a diluciones de 1/100, 1/500, 1/1000, 1/2000, y 1/5000. Los resultados se muestran en las Tablas 3 a 5.

Tabla 2

Estabilidad de las composiciones diluidas de la invención a temperatura ambiente				
Tiempo, Cero	1 (SW1)	2 (SW2)	3 (SW3)	4 (SW4)
Dilución	Nebuloso, separación de fases con el tiempo	Nebuloso, sin separación después de 7 días	Fase nebulosa	Fase nebulosa
1/100				
1/500	Emulsión fina, separación con el tiempo	Nebuloso, 2 mm de crema después de una semana	Emulsión fina	Emulsión fina
1/1000	Emulsión fina, separación con el tiempo	Emulsión fina. Sin separación en 20 días	Claro	Emulsión fina
1/2000	Emulsión fina, separación con el tiempo	Claro	Claro	Claro
1/5000	Claro	Claro	Claro	Claro
24 hrs				
1/100				
	Dos fases. 150 mm superiores se aclaran en 10 inversiones. Reaparece en 3-4 hrs	Nebuloso, sin separación en 7 días	Fase nebulosa	Fase nebulosa
1/500	Emulsión fina, separación con el tiempo	Nebuloso. 2 mm de crema después de una semana	Emulsión fina	Emulsión fina
1/1000	Emulsión fina, separación con el tiempo	Emulsión fina, sin separación en 20 días	Claro	Claro
1/2000	Emulsión fina, separación con el tiempo	Claro	Claro	Claro
1/5000	Claro	Claro	Claro	Claro
10 días	1[SW1]	2[SW 2]	3(SW 3)	4(SW4)
1/100	Dos fases. 100 mm de crema se aclaran en 10 inversiones. Reaparece en 3-4 hrs	30 mm de crema en la parte superior, reversible, se aclara en 10 inversiones. Reaparece después de 24 hrs	Fase nebulosa, Emulsión fina	Fase nebulosa, Emulsión fina
1/500	Dos fases, 10 mm de crema en la parte superior	5 mm de crema en la parte superior después de una semana	Claro	Emulsión fina
1/1000	Dos fases, 5 mm de crema en la parte superior	Claro a nebuloso, 2 mm de crema después de 20 días	Claro	Claro
1/2000	Dos fases, 2 mm de crema en la parte superior	2 mm de crema después de 20 días	Claro	Claro
1/5000	Claro	Claro	Claro	Claro

Tabla 3

Propiedades humectantes de las composiciones de la invención				
	1[SW 1]	2[SW 2]	3(SW 3)	4 (SW 4)
Concentrado				
% de la composición				
Agsol Ex 8	20	19	18,83	19,0
Tomadol 1-3	80	76	75,31	76,0
SLS (29%)	0	5	0	0
Rhodapex ES-2 ac., 25,6%	0	0	5,86	0
Standapol ES-3 ac., 30%	0	0	0	5,0
	Uso de la formulación acuosa			
Relación de dilución	Tiempo de humectación, segundos			
1/100	1	1	1-3	1-3
1/500	3	2	3	3
1/1000	9	6	10	10
1/2000	22	24	20	23

Tabla 4

Propiedades de difusión*				
Relación de dilución	1 (SW1)	2(SW 2)	3(SW 3)	8(SW 4)
1/100	5,49	5,49	5,49	5,88
1/500	5,49	5,49	5,88	5,88
1/1000	5,49	5,13	4,42	4,67
1/2000	4,67	5,13	4,42	5,13
1/5000	4,67	5,13	4,09	4,09
* relación de los datos de difusión del sistema acuoso:área de difusión de la gota sobre la relación del área de parafina de una gota de 20 µl sobre Parafilm comparado con el agua				

Tabla 5

Altura de la espuma, mm tras la dilución de los concentrados				
Formulación	1(SW1)	2(SW2)	3(SW3)	8(SW4)
Agsol Ex 8	20	19	18,83	19
Tomadol 1-3	80	76	75,31	76
SLS (29%)	0	5	0	0
Rhodapex ES-2, 25,6%	0	0	5,86	0

Standapol ES-3, 30%	0	0	0	5
Total	100	100	100	100
SW 1 - Dilución				
en agua desionizada	después de 1 min	2 min	3 min	5 min
1/100	67	57	38	19
1/500	44	29	19	13
1/1000	48	46	46	46
1/2000	42	36	29	23
1/5000	27	27	23	19
SW 2 - Dilución				
en agua desionizada	después de 1 min	2 min	3 min	5 min
1/100	67	67	65	61
1/500	67	65	65	61
1/1000	57	51	51	49
1/2000	57	49	38	38
1/5000	48	34	32	28
SW 3 - Dilución				
en agua desionizada	después de 1 min	2 min	3 min	5 min
1/100	66	66	65	65
1/500	66	66	65	65
1/1000	66	66	63	61
1/2000	47	47	45	45
1/5000	42	42	40	40
SW 4 - Dilución				
en agua desionizada	después de 1 min	2 min	3 min	5 min
1/100	61	61	61	61
1/500	32	32	61	59
1/1000	28	28	53	51
1/2000	47	47	47	45
1/5000	40	40	40	40

[0030] Las mezclas ternarias de N-octil o N-dodecil pirrolidona, noninol etoxilado con 2 EO y 3 EO y lauril sulfato sódico o lauriléter sulfato sódico acuoso presentan propiedades excelentes de claridad, humectación, difusión, y espumación tras su dilución con agua. Se observó una humectación (algodón) y una difusión superiores sobre superficies de Parafilm® con las mezclas. La claridad más favorable se observó para mezclas ternarias, es decir, en presencia de un emulsionante aniónico, por ejemplo, lauriléter sulfato sódico o lauril sulfato sódico. Las composiciones de la invención tienen aplicación cuando sea necesaria la humectación y difusión sobre superficies hidrófobas, por ejemplo, aditivos para tanques de mezcla en formulaciones agrícolas, y aditivos en composiciones

para limpieza. Las mezclas ternarias con lauriléter sulfato sódico mostraron propiedades comparables a mezclas ternarias con lauril sulfato sódico acuoso; no obstante, el lauriléter sulfato sódico es particularmente ventajoso en productos para el cuidado personal debido a la menor irritación de la piel del lauriléter sulfato sódico comparado con el lauril sulfato sódico.

- 5 **[0031]** Aunque la invención se ha descrito con referencia particular a ciertas formas de realización de la misma, se entiende que se pueden introducir cambios y modificaciones dentro de la materia que se encuentren dentro del alcance de las reivindicaciones. Por consiguiente, está previsto que únicamente esté limitada por las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un concentrado humectante estable que comprende, en peso,
 (a) el 10-30% de una octil o dodecil pirrolidona;
 (b) el 50-90% de un alcohol etoxilado que contiene 2 ó 3 unidades de EO;
 5 (c) el 0,5-5% de lauril sulfato sódico o lauriléter sulfato sódico; y
 (d) el 0-10% de agua.
2. Un concentrado humectante estable según la reivindicación 1, en el que (b) es un nonil alcohol etoxilado.
3. El concentrado humectante de la reivindicación 1, en el que la relación ponderal de (a):(b) es de 20:80
 10 aproximadamente.
4. El concentrado humectante de la reivindicación 1 en el que
 (a) es el 19%,
 (b) es el 76%,
 (c) es el 1,5%; y
 15 (d) es el 3,5%.
5. Una composición humectante estable que comprende el concentrado humectante de la reivindicación 1 y agua para dilución.
6. Una composición humectante estable de la reivindicación 5 en la que el agua para dilución es del 1:50 al 1:5000.
7. Una composición humectante estable de la reivindicación 6 en la que dicha relación de dilución es de
 20 1:1000 a 1:2000.
8. Formulación de uso que incluye el concentrado humectante de la reivindicación 1.
9. Formulación de uso según la reivindicación 8 que es una disolución para pulverización agrícola, un limpiador de superficie, productos para el lavado de coches o productos para el lavado de fuentes.