

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 377 045**

51 Int. Cl.:
C08F 228/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09709192 .0**
- 96 Fecha de presentación: **05.02.2009**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **2242783**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.10.2010**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de polímeros mediante intercambio de iones**

30 Prioridad:
08.02.2008 DE 102008008179

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.03.2012

73 Titular/es:
**Clariant Finance (BVI) Limited
Citco Building Wickhams Cay P.O. Box 662
Road Town, Tortola, VG**

72 Inventor/es:
**MORCHHAEUSER, Roman;
LINDNER, Thomas;
DUECKER, Barbara;
BACK, Ute y
LOEFFLER, Matthias**

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

ES 2 377 045 T3

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

Procedimiento para la preparación de polímeros mediante intercambio de iones

5 El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de sales solubles en agua o hinchables por agua de metales alcalinos, de metales alcalino-térreos o de Zn de unos polímeros constituidos sobre la base de ácidos acrilamido-alquil-sulfónicos o de sus derivados, por ejemplo, de unos homopolímeros reticulados de los ácidos acrilamido-alquil-sulfónicos o unos de copolímeros que contienen, junto a unas unidades estructurales que proceden de ácidos acrilamido-alquil-sulfónicos, unas unidades estructurales adicionales que proceden de amidas cíclicas y/o lineales de ácidos N-vinil-carboxílicos, o que proceden de ésteres del ácido (met)acrílico con poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos. Las sales de metales alcalinos, de metales alcalino-térreos o de Zn de estos polímeros se obtienen por intercambio de iones a partir de las sales de amonio más fácilmente accesibles, con bases de los correspondientes metales. El invento se refiere además a los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento, a la utilización de estos polímeros como un agente espesante o estabilizador así como en calidad de agentes autobronceadores, que contienen uno o varios de estos polímeros y dihidroxiacetona.

Unos sistemas de múltiples componentes que contienen agua o disolventes, tales como soluciones, emulsiones o suspensiones, con frecuencia son ajustados o respectivamente espesados a viscosidades más altas, por motivos económicos o técnicos de aplicaciones o por motivos de estabilidad.

20 Así, p.ej. mediante un aumento de la viscosidad de la fase externa o interna de emulsiones o suspensiones se puede conseguir que el período de tiempo hasta llegar a la disgregación de los componentes de un tal sistema se pueda prolongar manifiestamente, lo que se hace apreciable en una prolongación del período de tiempo de almacenamiento. Mediante un aumento de la viscosidad se mejora también, en el caso de muchos productos, su distribuibilidad uniforme, en particular sobre superficies desiguales e irregulares. Esto es válido en particular para agentes para el cuidado de la piel y para pomadas farmacéuticas sobre la piel. En el caso de muchos productos técnicos tales como agentes desprendedores de papeles pintados, agentes de decapado o agentes descongeladores para aviones, la viscosidad aumentada impide una derrame prematuro desde la superficie que debe de ser tratada. Por medio de la distribución más uniforme y la duración prolongada de la acción, se aumenta de esta manera la eficacia. Junto a las mencionadas ventajas técnicas de aplicaciones, la alta viscosidad de tales preparados ofrece también otras ventajas en el caso de la producción, el envasado, la carga y el almacenamiento así como en el caso del transporte.

35 Por lo general, las propiedades reológicas al realizar la producción y/o formulación de preparados cosméticos, farmacéuticos o técnicos, constituyen un criterio decisivo para el empleo de estos productos en la práctica. En este caso, los agentes espesantes empleados deben de conducir a un suficiente espesamiento ya en unas cantidades empleadas los más pequeñas que sean posibles.

40 Con el fin de ajustar las propiedades reológicas de sistemas, emulsiones o suspensiones acuosos/as o que contienen disolventes, en la bibliografía especializada se indica un gran número de sistemas diferentes. Se conocen, por ejemplo, éteres de celulosa y otros derivados de celulosa (p.ej. una carboximetil-celulosa y una hidroxietil-celulosa), gelatinas, almidones y derivados de almidones, alginatos de sodio, ésteres de poli(etilenglicoles) con ácidos grasos, agar-agar, tragacanto o dextrinas. Como polímeros sintéticos pasan a emplearse diversos materiales, tales como p.ej. poli(alcoholes vinílicos), poli(acrilamidas), un poli(ácido acrílico) y diversas sales del poli(ácido acrílico), una poli(vinilpirrolidona), un poli(vinil-metil-éter), poli(óxidos de etileno), copolímeros de anhídrido de ácido maleico y vinil-metil-éteres, así como diferentes mezclas y copolímeros a base de los compuestos arriba indicados.

50 Los compuestos mencionados muestran, sin embargo, en el caso de su uso, múltiples y diversas desventajas. Así, p.ej. los derivados de celulosa o respectivamente, de un modo general, los materiales que se basan en materias primas naturales, y las formulaciones resultantes a partir de ellos, son muy susceptibles frente a bacterias. Desde el punto de vista de la técnica de aplicaciones, ellos llaman la atención en la mayoría de los casos por la formación de unos desagradables geles "filamentosos". Los ésteres de poli(etilenglicoles) con ácidos grasos tienden a la hidrólisis en presencia de agua, los ácidos grasos insolubles que resultan en este caso, provocan enturbiamientos indeseados. Los agentes espesantes de origen natural (p.ej. agar-agar o tragacanto) tienen, según sea su procedencia, una composición que fluctúa grandemente.

60 En el documento de patente europea EP 1 116 733 se describe una alta capacidad de espesamiento de unos copolímeros, que se obtienen mediante polimerización de unos monómeros, escogidos entre el ácido acrilamido-propil-metilen-sulfónico, sales del ácido acrilamido-propil-metilen-sulfónico, la acrilamida, la N-vinil-formamida, la N-vinil-metil-acetamida y el metalil-sulfonato de sodio.

65 En el documento EP 1 069 142 se divulgan unos copolímeros, que se obtienen mediante una copolimerización por radicales de uno o varios macromonómeros, que se escogen entre el conjunto que se compone de los ésteres de ácido (met)acrílico con compuestos etoxilados de alquilo, que comprenden de 5 a 80 unidades de óxido de etileno y radicales alquilo de C₁₀-C₂₂, y de uno o varios comonómeros insaturados olefínicamente, que se escogen entre el conjunto que se compone del ácido acrilamido-propil-metilen-sulfónico, de las sales de sodio y amonio del ácido

acrilamido-propil-metilen-sulfónico, de la acrilamida, de N-vinil-formamida, de la N-vinil-metil-acetamida y del metalil-sulfonato de sodio.

5 Representantes de los copolímeros mencionados en los documentos EP 1 116 733 y EP 1 069 142 son adquiribles comercialmente en forma de sales de amonio bajo los nombres comerciales Aristoflex[®] AVC y Aristoflex[®] HMB (de Clariant). Además, también se puede adquirir comercialmente la sal de amonio del ácido acrilamido-propil-metilen-sulfónico reticulado.

10 Las sales de amonio de estos polímeros tienen la desventaja de que ellas son inestables y liberan amoníaco en composiciones de carácter alcalino con un valor del pH de > 8,5.

15 Los polímeros adquiribles comercialmente, antes mencionados, tales como los que se describen en los documentos EP 1 116 733 y EP 1 069 142, se preparan en una polimerización por precipitación en terc.-butanol con un contenido de agua menor que 10 % en peso. Para este procedimiento no se puede emplear como monómero ninguna sal de metal alcalino o alcalino-térreo del ácido acrilamido-propil-metilen-sulfónico, puesto que éstas sólo están disponibles como una solución acuosa aproximadamente al 50 % en peso. El agua en la solución acuosa al 50 % en peso de la sal del ácido acrilamido-propil-metilen-sulfónico conduciría, sin embargo, en el procedimiento existente, a la formación de un gel, puesto que los polímeros resultantes espesan fuertemente a los sistemas acuosos. Por el contrario, la sal de Na del monómero al 100 % no es estable.

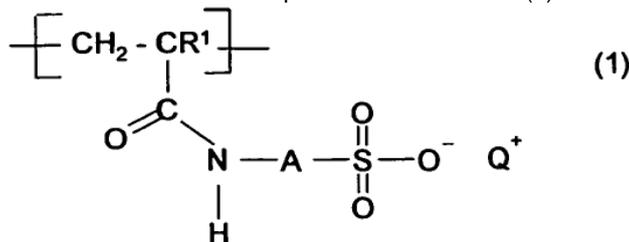
20 Por consiguiente, las sales de metales alcalinos, de metales alcalino-térreos o de Zn de los polímeros divulgados en los documentos de publicación de patentes, no son fácilmente accesibles según este procedimiento.

25 Por lo tanto, una misión fue la de poner a disposición un procedimiento, según el cual se puedan preparar de un modo sencillo sales de metales alcalinos, de metales alcalino-térreos o de Zn de polímeros constituidos sobre la base de ácidos acrilamido-alquil-sulfónicos o de sus derivados en procesos a gran escala técnica.

30 Se encontró que las sales de metales alcalinos, de metales alcalino-térreos o de Zn, de manera preferida las sales de Na⁺, K⁺, Mg⁺⁺, Ca⁺⁺ o Zn⁺⁺ de estos polímeros son accesibles de un modo sencillo, cuando se parte de las correspondientes sales de amonio de los polímeros, éstas se suspenden en un disolvente orgánico y mediante la adición de una o varias bases, que contienen iones de Na⁺, K⁺, Mg⁺⁺, Ca⁺⁺ o Zn⁺⁺, se efectúa un intercambio de iones.

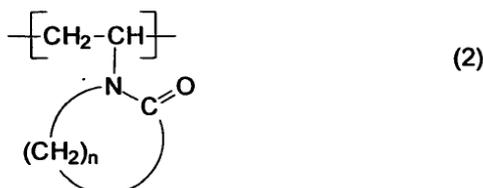
35 Por lo tanto, es un objeto del invento un procedimiento para la preparación de unos polímeros, que contienen

a) una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1)



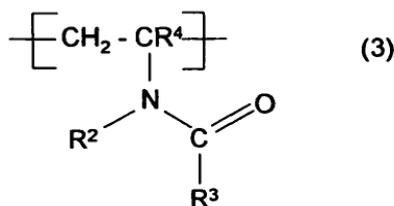
40 en la que R¹ significa hidrógeno, metilo o etilo, A significa alquileo de C₁-C₈, Q⁺ significa H⁺, N₄⁺, Na⁺, K⁺, 1/2 Mg⁺⁺, 1/2 Ca⁺⁺ o 1/2 Zn⁺⁺, y poseyendo Q⁺ en un 50 a 100 % en moles, de manera preferida en un 80 a 100 % en moles, de manera especialmente preferida en un 90 a 100 % en moles, de manera particularmente preferida en un 95 a 100 % en moles, y de manera extraordinariamente preferida en un 98 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1), un significado distinto de H⁺ o NH₄⁺,

b) opcionalmente una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (2)



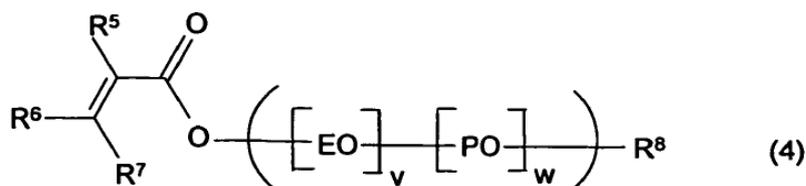
45 en la que n significa un número entero de 2 a 9,

c) opcionalmente una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (3)



en la que los R^2 , R^3 y R^4 pueden ser iguales o diferentes y significan hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado con 1 a 30, de manera preferida 1 a 20 y de manera especialmente preferida 1 a 12 átomos de C o un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces, con 2 a 30, de manera preferida 2 a 20 y de manera especialmente preferida 2 a 12 átomos de C,

d) opcionalmente una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (4)



en la que R^5 representa H o $-\text{CH}_3$, R^6 y R^7 significan, independientemente uno de otro, H o $-\text{CH}_3$, de manera preferida H, R^8 representa un grupo alquilo lineal o ramificado con 1 a 30, de manera preferida 8 a 22 y de manera especialmente preferida 12 a 18 átomos de carbono, un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces, con 2 a 30, de manera preferida 8 a 22 y de manera especialmente preferida 12 a 18 átomos de carbono, o un radical hidrocarbilo cicloalifático, aril-alifático o aromático, con 6 a 30 átomos de carbono, EO representa una unidad de óxido de etileno, PO representa una unidad de óxido de propileno, los v y los w representan, independientemente unos de otros, unos números de 0 a 500, la suma de v y w es en promedio ≥ 1 y la distribución de las unidades de EO y PO a lo largo del grupo $-(\text{EO})_v(\text{PO})_w-$ puede ser estadística, a modo de bloques, alternante o a modo de un gradiente, y

e) opcionalmente una o varias unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos,

con la condición de que los polímeros han de contener una o varias unidades estructurales escogidas entre b) hasta e),

caracterizado porque las correspondientes sales de estos polímeros, en las que, sin embargo, los cationes Q^+ en las unidades estructurales de la fórmula (1) significan NH_4^+ y eventualmente de manera adicional H^+ , se suspenden como un educto (producto de partida) en un disolvente orgánico, y mediante adición de una o varias bases, que contienen iones de Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} o Zn^{++} , se efectúa un intercambio de iones.

La distribución de las unidades estructurales dentro de los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento, puede ser estadística, a modo de bloques, alternante o a modo de un gradiente.

Los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento poseen de manera preferida un peso molecular de 10^3 a 10^9 g/mol, de manera especialmente preferida de 10^4 a 10^7 g/mol, de manera particularmente preferida de $5 \cdot 10^4$ a $5 \cdot 10^6$ g/mol.

Los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento son solubles en agua o hinchables por agua.

En el procedimiento conforme al invento se emplean como eductos unos polímeros que contienen una o varias unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ y eventualmente H^+ como ion antagonista, y una o varias unidades estructurales, escogidas entre b) hasta e), siendo el grado de neutralización del ácido, del que se deriva la unidad estructural de la fórmula (1), de manera preferida de 50 a 100 %, de manera especialmente preferida de 80 a 100 %, de manera particularmente preferida de 90 a 100 %, de manera extraordinariamente preferida de 95 a 100 % y de manera más aún preferida de 98 a 100 %.

Esto significa en particular, que el educto contiene de manera preferida de 50 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 50 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista, de manera especialmente preferida de 80 a 100 % en moles de las

- unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 20 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista, de manera especialmente preferida de 90 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 10 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista, de manera extraordinariamente preferida de 95 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 5 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista, y de manera más aún preferida de 98 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 2 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista.
- Una forma de realización extremadamente preferida del invento es un procedimiento, que está caracterizado porque el educto contiene 100 % en moles de unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista.
- El disolvente orgánico utilizado en el procedimiento conforme al invento, es de manera preferida un disolvente prótico, de manera especialmente preferida terc.-butanol.
- Las bases utilizadas en el procedimiento conforme al invento se escogen de manera preferida entre el conjunto que se compone de hidróxidos y compuestos alcoxilados, de manera especialmente preferida entre hidróxidos y compuestos alcoxilados de Na^+ , K^+ y/o Zn^{++} . Se prefiere especialmente la base NaOH .
- El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de manera preferida a una temperatura de 25 a 100 °C, de manera especialmente preferida de 40 a 100 °C y de manera particularmente preferida de 60 a 100 °C. Siempre y cuando que el disolvente utilizado en el procedimiento conforme al invento posea un punto de ebullición menor que 100 °C, tal como p.ej. terc.-butanol, el procedimiento se lleva a cabo de manera preferida a una temperatura de 25 °C hasta la del punto de ebullición del disolvente utilizado, de manera especialmente preferida de 40 °C hasta la del punto de ebullición del disolvente utilizado, de manera particularmente preferida de 60 °C hasta la del punto de ebullición del disolvente utilizado y de manera extraordinariamente preferida a la del punto de ebullición del disolvente utilizado.
- El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de manera preferida a la presión atmosférica.
- El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de manera preferida conduciendo a su través un gas inerte, de manera preferida nitrógeno, de manera especialmente preferida con un caudal de paso de 40 a 80 l/h del gas inerte.
- El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de manera preferida a un valor del pH de 7,5 a 8,5.
- El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo preferiblemente de tal manera, que el educto se suspende en un disolvente prótico orgánico, de manera preferida en terc.-butanol, de manera preferida mediando agitación enérgica, de manera preferida a 40 hasta 60 °C, de manera preferida se conduce a su través un gas inerte, de manera especialmente preferida nitrógeno, y se añaden dosificadamente una o varias bases, que contienen iones de Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} o Zn^{++} , de manera preferida NaOH , de manera especialmente preferida un NaOH concentrado (al 50 % en peso en agua). Con el aumento del valor del pH a 7,5 hasta 8,5 se forma amoníaco, que se elimina de manera preferida ininterrumpidamente con la corriente del gas inerte, hasta que ya no sea medible ninguna salida de amoníaco y se haya efectuado cuantitativamente el intercambio de iones de amonio por iones de Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} o Zn^{++} .
- El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de una manera especialmente preferida de tal manera que el educto se suspende en un disolvente prótico orgánico, de manera preferida en terc.-butanol, de manera preferida mediando agitación, se añaden dosificadamente una o varias bases que se escogen entre hidróxidos y compuestos alcoxilados de Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} o Zn^{++} , de manera preferida una o varias bases que se escogen entre hidróxidos y compuestos alcoxilados de Na^+ , K^+ o Zn^{++} , de manera especialmente preferida NaOH , y el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura de 25 a 100 °C y, en el caso de la utilización de un disolvente que posee un punto de ebullición de menos que 100 °C, a una temperatura de 25 °C hasta la del punto de ebullición del disolvente utilizado, de manera especialmente preferida a una temperatura de 40 °C hasta 100 °C, y en el caso de la utilización de un disolvente, que tiene un punto de ebullición de menos que 100 °C, a una temperatura de 40 °C hasta 100 °C, y en el caso de la utilización de un disolvente que posee un punto de ebullición de menos que 100 °C, a una temperatura de 40 °C hasta la del punto de ebullición del disolvente utilizado, y de manera preferida conduciendo a su través un gas inerte, de manera especialmente preferida nitrógeno, de manera particularmente preferida con un caudal de paso de 40 a 80 l/h del gas inerte y a un valor del pH de 7,5 a 8,5.
- El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de manera particularmente preferida de tal modo que
- las correspondientes sales de amonio predominantemente sólidas de los polímeros, es decir el educto, se suspenden en un disolvente prótico mediando agitación y se calientan de manera preferida a 40 hasta 60 °C,
 - de manera preferida a través de un tubo para la introducción se conduce un gas inerte, de manera especialmente preferida nitrógeno, de manera particularmente preferida con un caudal de paso de 60 l/h,

- c) se añaden dosificadamente al reactor unas bases que contienen iones de Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} o Zn^{++} , de manera preferida con una velocidad de goteo de 3 a 9 g/minuto,
- d) la temperatura interna en el reactor se aumenta hasta la temperatura de ebullición,
- e) el valor del pH se mantiene en 7,5 hasta 8,5 por medio de la tasa de dosificación,
- 5 f) de manera preferida el amoníaco resultante se captura con un ácido, de manera especialmente preferida con ácido sulfúrico, de manera particularmente preferida con un ácido sulfúrico al 25 % en peso en agua,
- g) de manera preferida después de haberse terminado la adición dosificada, se agita posteriormente bajo reflujo, de manera especialmente preferida se agita posteriormente durante 1,5 horas bajo reflujo,
- h) la suspensión se enfría, y
- 10 i) la tanda se seca, de manera preferida en una estufa de vacío, a 30 hasta 50 °C y a 10 hasta 100, de manera preferida a 80 hasta 100 mbar.

El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de manera extraordinariamente preferida de tal modo que,

- 15 j) las correspondientes sales de amonio predominantemente sólidas de los polímeros, es decir el educto, se suspenden mediando agitación en un disolvente prótico, de manera preferida en terc.-butanol, y de manera preferida se calientan a 40 hasta 60 °C,
- k) a través de un tubo para la introducción se conduce un gas inerte, de manera especialmente preferida nitrógeno, de manera particularmente preferida con un caudal de paso de 60 l/h,
- 20 l) se añaden dosificadamente al reactor unas bases que contienen iones de Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} o Zn^{++} , de manera preferida con una velocidad de goteo de 3 a 9 g/minuto,
- m) la temperatura interna en el reactor se aumenta hasta la temperatura de ebullición,
- n) el valor del pH se mantiene en 7,5 hasta 8,5 por medio de la tasa de dosificación,
- o) el amoníaco preferiblemente resultante se captura de manera preferida con un ácido, de manera especialmente preferida con ácido sulfúrico, de manera particularmente preferida con un ácido sulfúrico al 25 % en peso en agua,
- 25 p) de manera preferida después de haberse terminado la adición dosificada, se agita posteriormente bajo reflujo, de manera especialmente preferida se agita posteriormente durante 1,5 horas bajo reflujo,
- q) la suspensión se enfría, y
- 30 r) la tanda se seca, de manera preferida en una estufa de vacío, a 30 hasta 50 °C, y a 10 hasta 100, de manera preferida a 80 hasta 100 mbar.

En el procedimiento conforme al invento pasan a emplearse de manera especialmente preferida unas bases de los metales alcalinos y alcalino-térreos que se escogen entre NaOH, KOH, compuestos alcoxilados de sodio y potasio, de manera preferida terc.-butanolato de sodio o potasio, así como compuestos de zinc, que se escogen entre el conjunto que se compone de $\text{Zn}(\text{OH})_2$ y compuestos alcoxilados de zinc.

Una forma de realización particularmente preferida del invento es un procedimiento para la preparación de sales de sodio de los polímeros.

40 En el caso de que se utilicen unas bases con cationes monovalentes para el procedimiento conforme al invento, la relación molar entre los cationes Q^+ que deben de ser intercambiados, del polímero o respectivamente del educto, y los cationes monovalentes de la base utilizada para el intercambio de iones, es de manera preferida de 1,0 : 0,5 hasta 2,0, de manera especialmente preferida de 1,0 : 0,80 hasta 1,0, de manera particularmente preferida de 1,0 : 0,90 hasta 1,0, de manera extraordinariamente preferida de 1,0 : 0,95 hasta 1,0, y de manera más aún preferida de 45 1,0 : 0,98 hasta 1,0. En el caso de que se utilicen bases con cationes divalentes para el procedimiento conforme al invento, la correspondiente relación molar es de manera preferida de 1,0 : 0,25 hasta 1,0, de manera especialmente preferida de 1,0 : 0,4 hasta 0,5, de manera particularmente preferida de 1,0 : 0,45 hasta 0,5, de manera extraordinariamente preferida de 1,0 : 0,475 hasta 0,5 y de manera más aún preferida de 1,0 : 0,49 hasta 0,5.

50 La cantidad del educto polímero en el disolvente en el caso del procedimiento conforme al invento es de manera preferida de 5,0 a 80,0 % en peso, de manera especialmente preferida de 7,0 a 50,0 % en peso y de manera particularmente preferida de 10,0 a 30,0 % en peso.

55 Además, se prefieren unos procedimientos conformes al invento, en los que las unidades estructurales de la fórmula (1) se derivan del ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfónico.

Además, se prefieren unos procedimientos conformes al invento, en los que las unidades estructurales de la fórmula (2) se derivan de la N-vinil-pirrolidona.

60 Además, se prefieren unos procedimientos conformes al invento, en los que los R^2 , R^3 y R^4 en las unidades estructurales de la fórmula (3) significan, independientemente unos de otros, hidrógeno o metilo.

65 Además, se prefieren unos procedimientos conformes al invento, en los que los R^8 en las unidades estructurales derivadas de monómeros de la fórmula (4), representan un grupo alquilo lineal o ramificado con 8 hasta 22 y de manera preferida 12 hasta 18 átomos de carbono, o representan un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces, con 8 hasta 22 y de manera preferida 12 hasta 18 átomos de carbono. Dentro de éstos se

prefieren, a su vez, aquellos procedimientos conformes al invento, en los que R^8 , en las unidades estructurales derivadas de los monómeros de la fórmula (4), es un grupo alquilo.

5 En otra preferida forma adicional de realización del procedimiento conforme al invento, la suma de v y w en las unidades estructurales derivadas de los monómeros de la fórmula (4), es en promedio de 1 a 40, de manera preferida de 3 a 40, de manera especialmente preferida de 5 a 30, de manera particularmente preferida de 8 a 25, y de manera extraordinariamente preferida de 10 a 25. En estas unidades estructurales derivadas de los monómeros de la fórmula (4), v y w representan, independientemente uno de otro, de manera preferida unos números de 0 a 40, de manera especialmente preferida de 0 a 30 y de manera particularmente preferida de 0 a 25. Dentro de éstos se
10 prefieren a su vez aquellos procedimientos conformes al invento, en los que w , en las unidades estructurales derivadas de los monómeros de la fórmula (4), es 0.

En una forma de realización especialmente preferida del procedimiento conforme al invento, las unidades
15 estructurales derivadas de los monómeros de la fórmula (4) se derivan de
poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{10} - C_{18} con 8 unidades de EO (Genapol[®] C-080)
poli(glicol-éteres) de oxoalcoholes de C_{11} con 8 unidades de EO (Genapol[®] UD-080)
poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{12} - C_{14} con 7 unidades de EO (Genapol[®] LA-070)
poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{12} - C_{14} con 11 unidades de EO (Genapol[®] LA-110)
20 poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{16} - C_{18} con 8 unidades de EO (Genapol[®] T-080)
poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{16} - C_{18} con 11 unidades de EO (Genapol[®] T-110)
poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{16} - C_{18} con 15 unidades de EO (Genapol[®] T-150)
poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{16} - C_{18} con 20 unidades de EO (Genapol[®] T-200)
poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{16} - C_{18} con 25 unidades de EO (Genapol[®] T-250)
25 poli(glicol-éteres) de alcoholes grasos de C_{18} - C_{22} con 25 unidades de EO y/o poli(glicol-éteres) de iso-alcoholes grasos de C_{16} - C_{18} con 25 unidades de EO,

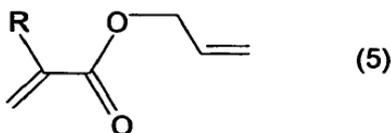
constituyendo estas estructuras indicadas unas estructuras preferidas para la estructura parcial $-O-([EO]_v-[PO]_w)R^8$ de la fórmula (4), y los alcoholes $HO-([EO]_v-[PO]_w)R^8$, que constituyen el fundamento de estas estructuras parciales, están esterificados de manera especialmente preferida con ácido acrílico o ácido metacrílico. En el caso de los tipos
30 Genapol[®] se trata de productos de la entidad Clariant.

En otra preferida forma adicional de realización del procedimiento conforme al invento, en las unidades estructurales derivadas de los monómeros de la fórmula (4), v es un número de 1 a 30, de manera preferida de 3 a 25, y w es un número de 1 a 30, de manera preferida de 3 a 15.

35 La una o las varias unidad(es) estructural(es) reticulable(s) del componente e) se diferencia(n) de las unidades estructurales de los componentes a) hasta d).

Además, se prefieren unos procedimientos conformes al invento, en los que las unidades estructurales reticulables del componente e) se derivan de ésteres alílicos de ácido acrílico o metacrílico, ésteres dialílicos de ácido maleico, di(propilenglicol)-dialil-éter, poliglicol-dialil-éteres, tri(etilenglicol)-divinil-éter, hidroquinona-dialil-éter, tetraaliloxietano u otros alil- o vinil-éteres de alcoholes multifuncionales, diacrilato de tetra(etilenglicol), un dimetacrilato de poli(etilenglicol) con en promedio 9 unidades de óxido de etileno en la unidad de poli(etilenglicol), trialil-amina, cianurato de trialilo, trimetilolpropano-dialil-éter, metilen-bis-acrilamida, metilen-bis-metacrilamida, triacrilato de
45 trimetilolpropano (TMPTA), trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA) o divinilbenceno.

De manera especialmente preferida, las unidades estructurales reticulables del componente e) se derivan de monómeros de la fórmula (5),



50 en la que R significa hidrógeno, metilo o etilo, del triacrilato de trimetilolpropano, del trimetacrilato de trimetilolpropano o de un dimetacrilato de poli(etilenglicol) con en promedio 9 unidades de óxido de etileno en la unidad de poli(etilenglicol). De manera particularmente preferida, las unidades estructurales reticulables del componente e) se derivan del triacrilato de trimetilolpropano, del trimetacrilato de trimetilolpropano o de un dimetacrilato de poli(etilenglicol) con en promedio 9 unidades de óxido de etileno en la unidad de poli(etilenglicol).

55 De manera preferida, los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento se componen de unas unidades estructurales, que se escogen entre las unidades estructurales de los componentes a) hasta e).

60 En una forma preferida de realización del invento, los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento no contienen ninguna unidad estructural reticulable del componente e).

En otra preferida forma adicional de realización del invento, los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento contienen hasta 8, de manera preferida de 0,01 a 8, de manera especialmente preferida de 0,01 a 5, y de manera particularmente preferida de 0,02 a 3 % en peso de una o varias unidades estructurales reticulables del componente e).

Una forma de realización especialmente preferida del invento es un procedimiento para la preparación de unos polímeros que contienen, y de manera preferida se componen

- 10 a) de 49,99 a 98,99 % en peso de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1),
- b) de 1 a 50 % en peso de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (2), y
- 15 e) de 0 a 8, de manera preferida de 0,01 a 5 % en peso, de una o varias unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos.

Dentro de ésta se prefieren, a su vez, unos procedimientos conformes al invento para la preparación de unos polímeros que contienen, y de manera preferida se componen

- 20 a) de 69,5 a 97,5, de manera preferida de 84,5 a 96,5 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1), derivadas de manera preferida del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-sulfónico
- b) de 2 a 30, de manera preferida de 3 a 15 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (2), derivadas de manera preferida de la N-vinil-pirrolidona, y
- 25 e) de 0,2 a 3, de manera preferida de 0,5 a 2 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos.

Una forma adicional de realización especialmente preferida del invento es un procedimiento para la preparación de polímeros que contienen, y de manera preferida se componen

- 35 a) de 49,99 a 98,99 % en peso de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1),
- d) de 1 a 50 % en peso de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (4), y
- e) de 0 a 8, de manera preferida de 0,01 a 5 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos.

Dentro de esta forma de realización especialmente preferida, se prefiere a su vez un procedimiento para la preparación de unos polímeros que contienen, y de manera preferida se componen

- 45 a) de 69,5 a 97,5, de manera preferida de 80 a 96,5 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1), derivadas de manera preferida del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-sulfónico, y
- d) de 2,5 a 30,5, de manera preferida de 3,5 a 20 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas que se derivan de unos monómeros de la fórmula (4), en la que R^5 significa H o $-CH_3$, R^6 y R^7 significan, independientemente uno de otro, H o $-CH_3$, de manera preferida H, R^8 representa un grupo alquilo lineal o ramificado con 8 hasta 22, de manera preferida 12 hasta 22 átomos de carbono, o representa un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces, con 8 hasta 22, de manera preferida 12 hasta 22 átomos de carbono, v representa un número de 1 a 30, de manera preferida de 3 a 25, y w representa 0.

Dentro de la mencionada forma de realización especialmente preferida del invento, se prefiere además un procedimiento para la preparación de polímeros que contienen, y de manera preferida se componen

- 60 a) de 69,5 a 97,5, de manera preferida de 79,5 a 96,5 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1), derivadas de manera preferida del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-sulfónico, y
- d) de 2 a 30, de manera preferida de 3 a 20 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas derivadas de unos monómeros de la fórmula (4), en la que R^5 significa H o $-CH_3$, R^6 y R^7 significan, independientemente uno de otro, H o $-CH_3$, de manera preferida H, R^8 representa un grupo alquilo lineal o ramificado con 8 hasta 22, de manera preferida 12 hasta 22 átomos de carbono, o

representa un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces con 8 hasta 22, de manera preferida 12 hasta 22 átomos de carbono, *v* representa un número de 1 a 30, de manera preferida de 3 a 25, y *w* representa 0, y

- 5 e) de 0,2 a 3, de manera preferida de 0,5 a 2 % en peso, de una o varias unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos.

Una forma adicional de realización especialmente preferida del invento es un procedimiento para la preparación de polímeros que contienen, y de manera preferida se componen

- 10 a) de 92 a 99,99, de manera preferida de 95 a 99,99 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1), y

- 15 e) de 0,01 a 8, de manera preferida de 0,01 a 5 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos.

Los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento constituyen también otro objeto adicional del invento.

- 20 En otra preferida forma adicional de realización del invento, los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento contienen una o varias de las unidades estructurales de la fórmula (1) y una o varias de las unidades estructurales que se escogen entre las unidades estructurales de la fórmula (2), las unidades estructurales que se derivan de los monómeros de la fórmula (4) y las unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos, y en una forma de
25 realización especialmente preferida del invento, los polímeros preparados o respectivamente obtenibles según el procedimiento conforme al invento se componen de las unidades estructurales que se acaban de mencionar.

- 30 Los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento se distinguen por su efecto fuertemente espesante, en particular en composiciones cosméticas o farmacéuticas, de manera preferida con unas concentraciones de un polímero de 0,1 a 5 % en peso, de manera especialmente preferida de 0,5 a 2 % en peso y de manera particularmente preferida de 0,7 a 1 % en peso, referidas a las composiciones acabadas. A la temperatura ambiente, en agua desionizada, se pueden alcanzar a un valor del pH de 6 a 7 unas viscosidades de más que 60.000 mPa's.

- 35 Los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento se distinguen, junto al efecto espesante, simultáneamente también por un efecto estabilizador, en particular en composiciones cosméticas o farmacéuticas.

- 40 Los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento muestran en un amplio intervalo del pH, de manera preferida en un intervalo del pH de 2,5 a 12 y de manera especialmente preferida de 2,5 a 11, unas modificaciones relativamente pequeñas de la viscosidad. Además, ellos conservan su buena solubilidad en agua en las formulaciones, en particular en las composiciones cosméticas o farmacéuticas, y se pueden separar de la piel fácilmente por lavado. Sus propiedades espesantes y estabilizadoras se manifiestan también en soluciones acuosas, acuosas-alcohólicas, alcohólicas y/o que contienen glicoles. Ellos son estables frente a los rayos UV (ultravioletas) y son estables dentro de un amplio intervalo de temperaturas.

- 45 También es ventajosa la muy buena estabilidad de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento en unas composiciones de carácter alcalino, de manera preferida a unos valores del pH de 8 a 12, de manera especialmente preferida a unos valores del pH de 9 a 12 y de manera especialmente preferida a unos valores del pH de 9 a 11.

- 50 Mediante variación de los monómeros así como de la porción de un agente reticulante se obtienen unos polímeros, que se pueden emplear como agentes espesantes tanto en emulsiones del tipo de aceite en agua, como también en emulsiones del tipo de agua en aceite, a un valor del pH de 2,5 a 12, de manera preferida de 2,5 a 11.

- 55 Por consiguiente, constituye otro objeto adicional del presente invento también la utilización de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento como un agente espesante o estabilizador, de manera preferida en composiciones cosméticas o farmacéuticas. Se prefiere la utilización como un agente espesante.

- 60 En una forma preferida de realización del invento, las composiciones espesadas y estabilizadas, de manera preferida las espesadas, se presentan en forma de sistemas, emulsiones o dispersiones acuosos/as.

- 65 Dependiendo de si se deben de preparar unas lociones con unas viscosidades comparativamente bajas, o unas cremas y pomadas con altas viscosidades, las emulsiones contienen un cuerpo oleoso, que se compone en lo esencial de uno o varios agentes emulsionantes, y de una fase oleosa en unas proporciones de 5 a 95 % en peso, de manera preferida de 25 a 85 % en peso, y de la cantidad de agua que falta para llegar a 100 % en peso.

- 5 Como cuerpos oleosos pasan a emplearse aceites vegetales, animales, minerales y sintéticos, por ejemplo alcoholes de Guerbet con 6 hasta 18, de manera preferida 8 hasta 10 átomos de carbono, ésteres de ácidos grasos lineales de C₆-C₁₃ con alcoholes grasos lineales de C₆-C₂₀, ésteres de ácidos carboxílicos ramificados de C₆-C₁₃ con alcoholes grasos lineales de C₆-C₂₀, ésteres de ácidos grasos lineales de C₆-C₁₈ con alcoholes ramificados, en particular 2-etil-hexanol, ésteres de ácidos grasos lineales y/o ramificados con alcoholes plurivalentes (tales como p.ej. un diol dímero o un diol trímero) y/o alcoholes de Guerbet, triglicéridos constituidos sobre la base de ácidos grasos de C₆-C₁₀, aceites vegetales, alcoholes primarios ramificados, ciclohexanos sustituidos, carbonatos de Guerbet, dialquil-éteres y/o hidrocarburos alifáticos o aromáticos.
- 10 Las emulsiones se pueden presentar como agentes para el cuidado de la piel, tales como, por ejemplo, cremas de día, cremas de noche, cremas para cuidados (aseo), cremas nutritivas, lociones corporales, pomadas y similares, y, como otras sustancias coadyuvantes y aditivas, ellas contienen agentes emulsionantes concomitantes, agentes sobreengrasantes, grasas, ceras, agentes estabilizadores, sustancias activas biogénicas, glicerol, agentes conservantes, agentes nacarantes, colorantes y sustancias odoríferas.
- 15 Como agentes sobreengrasantes se pueden utilizar unas sustancias tales como, por ejemplo, derivados polietoxilados de lanolina, derivados de lecitina, ésteres de polioles con ácidos grasos, monoglicéridos y alcanolamidas de ácidos grasos, sirviendo las citadas en último lugar simultáneamente como agentes estabilizadores de la espuma. Típicos ejemplos de grasas son los glicéridos, como ceras entran en cuestión, entre otras, cera de abejas, cera de parafina o microceras, eventualmente en combinación con ceras hidrófilas, p.ej. alcohol cetil-estearílico.
- 20 Como agentes estabilizadores se pueden emplear sales metálicas de ácidos grasos, tales como p.ej. estearato de magnesio, aluminio y/o zinc.
- 25 Por el concepto de sustancias activas biogénicas se han de entender, por ejemplo, extractos vegetales y complejos vitamínicos.
- 30 Como agentes conservantes se adecuan, por ejemplo, fenoxietanol, una solución de formaldehído, los parabenos, pentanodiol o ácido sórbico.
- 35 Como agentes nacarantes entran en cuestión por ejemplo ésteres glicólicos de ácido diesteárico, tales como el diestearato de etilenglicol, pero también ésteres monoglicólicos de ácidos grasos.
- 40 Como colorantes se pueden utilizar las sustancias adecuadas y permitidas para finalidades cosméticas, tales como las que se recopilan en la publicación "Kosmetische Färbemittel" (Colorantes cosméticos) de la Comisión de colorantes de la Deutsche Forschungsgemeinschaft, editorial Verlag Chemie, Weinheim, 1984, p. 81 - 106.
- 45 La proporción total de las sustancias coadyuvantes y aditivas puede ser de 1 a 10, de manera preferida de 2 a 5 % en peso, referida a los agentes, de manera preferida a las composiciones cosméticas o farmacéuticas.
- 50 La preparación de los agentes, de manera preferida de las composiciones cosméticas o farmacéuticas, se puede efectuar de un modo en sí conocido, es decir, por ejemplo, mediante un emulsionamiento en caliente, en frío/caliente o a la PIT (del inglés "Phase Inversion Temperature" = temperatura de inversión de fase).
- 55 Se prefiere la utilización de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento como un agente espesante o estabilizador, de manera preferida como un agente espesante, en unas composiciones, de manera preferida en unas composiciones cosméticas o farmacéuticas, cuyos valores del pH se ajustan a un valor situado por encima de 7, de manera preferida de 8 a 12, de manera especialmente preferida de 9 a 12 y de manera particularmente preferida de 9 a 11.
- 60 Unas composiciones preferidas son agentes para el alisamiento del cabello con unos valores del pH de 8 a 10, de manera preferida de 9 a 9,5, agentes de depilación, agentes de limpieza corporal líquidos, de manera preferida unos agentes de limpieza corporal que contienen sales de ácidos grasos, en particular las de los ácidos esteárico, palmítico y oleico, pudiendo los valores del pH de estos agentes de limpieza corporal ser de 9 a 11, de manera preferida de 9,5 a 10,5.
- 65 Además, se prefiere la utilización de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento como un agente espesante o estabilizador, de manera preferida como agente espesante, en lociones o cremas para alisar la piel, ajustadas a carácter alcalino, o en agentes colorantes para el cabello de carácter alcalino, en particular en soluciones reveladoras o de acoplamiento de carácter alcalino.
- Los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento son adecuados no sólo para el espesamiento de unas composiciones ajustadas a carácter alcalino, sino asimismo de manera ventajosa para el espesamiento de unas composiciones, de manera preferida de composiciones cosméticas o farmacéuticas, con unos valores del pH situados por debajo de 7, de manera preferida de 3 a 6,5, de manera especialmente preferida de 3,5 a 5,5 y de

manera particularmente preferida de 4 a 5. Una descoloración de las composiciones, tal como se observa en el caso de la utilización de las sales de amonio de estos polímeros, no aparece en presencia de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento.

5 Además, se prefiere la utilización de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento como un agente espesante o estabilizador, de manera preferida como un agente espesante, en agentes autobronceadores, que contienen de 0,1 a 10 % en peso de dihidroxiacetona, referido a los agentes acabados, siendo ajustados estos agentes autobronceadores de manera preferida a un valor del pH de 3,5 a 5,5, de manera especialmente preferida de 4 a 5.

10 Otro objeto adicional del invento se refiere también a unos agentes autobronceadores, que contienen uno o varios de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento y de 0,1 a 10 % en peso de dihidroxiacetona, referido a los agentes acabados, siendo ajustados estos agentes autobronceadores de manera preferida a un valor del pH de 3,5 a 5,5, de manera especialmente preferida de 4 a 5. En estos agentes autobronceadores, el polímero o los múltiples polímeros obtenible(s) según el procedimiento conforme al invento está(n) contenido(s) en 0,1 a 5 % en peso y de manera especialmente preferida en 0,5 a 2 % en peso, referido a los agentes acabados.

20 Los siguientes Ejemplos deben de ilustrar más detalladamente las posibilidades de utilización de los polímeros obtenibles según el procedimiento conforme al invento, sin restringir éstas a ellos. Los datos en tantos por ciento son en todos los casos tantos por ciento en peso (% en peso).

Ejemplo 1:

25 Aristoflex® AVC, intercambio de iones de NH_4^+ por Na^+

4.432 g de Aristoflex® AVC (un copolímero a base de acrilóil-dimetil-taurato de amonio y VP, reticulado, de Clariant: VP: vinil-pirrolidona) se disponen previamente en un reactor, que está equipado con un agitador de hélice impulsora, un electrodo para la medición del valor del pH, un perceptor de temperatura, un refrigerante de reflujo, un tubo para la introducción de N_2 , y una posibilidad de dosificación para lejía de sosa, y se suspenden mediando agitación a 330 revoluciones/minuto en 16.450 g de terc.-butanol y se calientan (caudal de la corriente de N_2 : 60 l/h). A partir de una temperatura interna de 50 °C, por medio de una bomba exprimidora peristáltica se añaden dosificadamente al reactor 1.329 g de NaOH (al 50 % en peso en agua, es decir 664,5 g de NaOH en 664,5 g de agua) con una velocidad de goteo de 4,9 g/minuto. La temperatura interna se aumenta en este caso hasta la temperatura de ebullición.

El valor del pH aumenta desde inicialmente 4,5 y, a través de la tasa de dosificación, se mantiene entre 7,5 y 8,5.

40 El amoníaco resultante se captura como sulfato de amonio a través de una botella de lavado cargada con ácido sulfúrico (al 25 % en peso en agua).

Después de haberse terminado la adición dosificada, la tanda se agita posteriormente bajo reflujo durante 1,5 horas. En este caso, durante 30 minutos se expulsa amoníaco gaseoso desde la tanda. La suspensión se enfría mediando agitación a 40 °C, la tanda se vierte sobre chapas y se seca durante 2 días en la estufa de vacío a 50 °C y 20 mbar.

45 Se obtuvo un producto, en el que se han intercambiado por iones de $\text{Na}^+ \geq 95$ % en moles de los iones que deben de ser intercambiados en el Aristoflex® AVC,.

Ejemplo 1a:

50 Se repitió el Ejemplo 1, empleándose, no obstante, en lugar de 1.329 g, ahora 1.371 g de NaOH (al 50 % en peso en agua, es decir 685,5 g de NaOH en 685,5 g de agua). Se obtuvo un producto, en el que han sido intercambiados por iones de $\text{Na}^+ \geq 98$ % en moles de los iones que deben de ser intercambiados en el Aristoflex® AVC.

Ejemplo 2:

Aristoflex® HMB, intercambio de iones de NH_4^+ por Na^+

60 100,0 g de Aristoflex® HMB (un copolímero a base de acrilóil-dimetil-taurato de amonio y metacrilato de Beheneth-25, reticulado, de Clariant) se disponen previamente en un reactor, que está equipado con un agitador de ancla, un electrodo para la medición del valor del pH, un perceptor de temperatura, un refrigerante de reflujo, un tubo para la introducción de N_2 , y una posibilidad de dosificación para lejía de sosa, y se suspenden mediando agitación a 330 revoluciones/minuto en 400 g de terc.-butanol y se calientan (caudal de la corriente de N_2 : 60 l/h). A partir de una temperatura interna de 50 °C, por medio de una bomba exprimidora peristáltica se añaden dosificadamente al reactor 30,3 g de NaOH (al 50 % en peso en agua, es decir 15,15 g de NaOH en 15,15 g de agua) con una

65

velocidad de goteo de 0,50 g/minuto. La temperatura interna se aumenta en este caso hasta la temperatura de ebullición.

El valor del pH aumenta desde inicialmente 3,3 y, a través de la tasa de dosificación, se mantiene entre 7,5 y 8,5.

El amoníaco resultante se captura como sulfato de amonio a través de una botella de lavado cargada con ácido sulfúrico (al 25 % en peso en agua).

Después de haberse terminado la adición dosificada, la tanda se agita posteriormente bajo reflujo durante 1,5 horas. En este caso, durante 15 minutos se expulsa amoníaco gaseoso desde la tanda. La suspensión se enfría mediando agitación a 30 °C, la tanda se vierte sobre chapas y se seca durante una noche en la estufa de vacío a 50 °C y a 20 mbar.

Se obtuvo un producto, en el que se han intercambiado por iones de $\text{Na}^+ \geq 95$ % en moles de los iones, que deben de ser intercambiados, en el Aristoflex® HMB

El concepto de "metacrilato de Beheneth-25" en Aristoflex® HMB significa que este copolímero contiene unidades estructurales de la fórmula (4), en la que R^6 y R^7 son H, R^5 es CH_3 , v es 25, w es 0 y R^8 es behenilo.

Ejemplos de formulación

Ejemplo de formulación 1: Crema autobronceadora O/W

25	A	Hostaphat® CC 100 fosfato de cetilo estearato de glicerilo alcohol cetearílico isohexadecano	(de Clariant)	1,0 % 0,5 % 0,5 % 8,0 %
30		palmitato de isopropilo SilCare® Silicone 41M15 caprilil meticona	(de Clariant)	7,0 % 1,0 %
	B	un copolímero de acrilóil-dimetil-taurato de sodio y VP (reticulado)		1,5 %
35	C	agua Hostapon® CGN cocoíl-glutamato de sodio glicerol hidróxido de sodio (al 10 % en peso en agua)	(de Clariant)	hasta 100 % 0,5 % 0,4 %
40	D	acetato de tocoferilo sustancia odorífera agente conservante		1,0 % 0,2 % lo suficiente
45	E	dihidroxiacetona agua		5,0 % 8,0 %

Preparación:

- I Fusión del componente A a aproximadamente 80 °C
- 50 II Introducción con agitación de B en A.
- III Adición de C y enfriamiento mediando agitación.
- IV A aproximadamente 30 °C, introducción con agitación de D en III.
- V Disolución de dihidroxiacetona en agua y adición de E a IV.
- 55 VI Eventualmente ajuste del valor del pH a aproximadamente 4.

Viscosidad (Brookfield, 20 °C, 20 revoluciones/minuto): 29.000 mPa·s

Ejemplo de formulación 2: gel autobronceador

60	A	dihidroxiacetona 1,2-propanodiol sorbitol F líquido 4-hidroxibenzoato de metilo agua, desmineralizada		5,0 % 2,5 % 2,5 % 0,2 % 28,3 %
65	B	copolímero de acrilóil-dimetil-taurato de sodio y VP (reticulado)		1,5 %

ES 2 377 045 T3

agua, desmineralizada

hasta 100 %

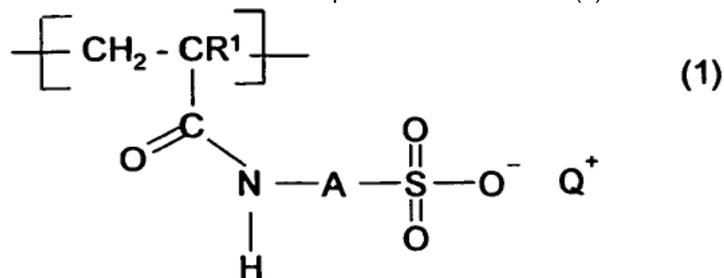
Preparación:

- I Adición del copolímero de acrilóil-dimetil-taurato de sodio y VP a agua mediando agitación enérgica.
- 5 II Disolución de dihidroxiacetona en agua y adición consecutiva de los componentes A mediando agitación.
- III Reunión de I y II y homogeneización.

REIVINDICACIONES

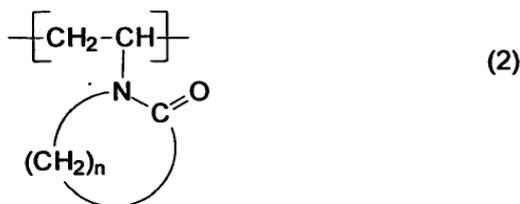
1. Procedimiento para la preparación de polímeros, que contienen

- 5 a) una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1)



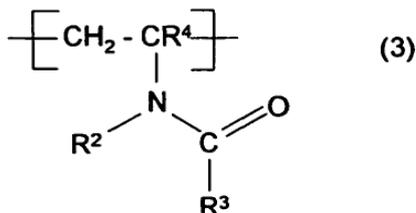
10 en la que R^1 significa hidrógeno, metilo o etilo, A significa alqueno de $\text{C}_1\text{-C}_8$, Q^+ significa H^+ , NH_4^+ , Na^+ , K^+ , $\frac{1}{2} \text{Mg}^{++}$, $\frac{1}{2} \text{Ca}^{++}$ o $\frac{1}{2} \text{Zn}^{++}$, y poseyendo Q^+ en un 50 a 100 % en moles, de manera preferida en un 80 a 100 % en moles, de manera especialmente preferida en un 90 a 100 % en moles, y de manera extraordinariamente preferida en un 98 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) un significado distinto de H^+ o NH_4^+ .

- b) opcionalmente una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (2)



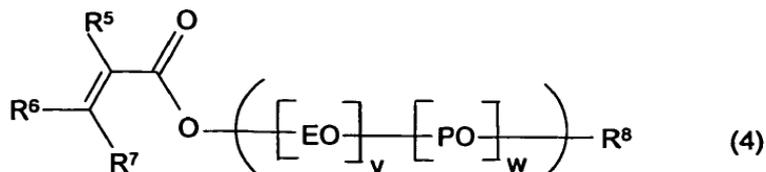
15 en la que n significa un número entero de 2 a 9,

- c) opcionalmente una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (3)



20 en la que R^2 , R^3 y R^4 pueden ser iguales o diferentes y significan hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado con 1 a 30, de manera preferida 1 a 20 y de manera especialmente preferida 1 a 12 átomos de C, o un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces, con 2 a 30, de manera preferida 2 a 20 y de manera especialmente preferida 2 a 12 átomos de C,

- 25 d) opcionalmente una o varias de las unidades estructurales repetitivas derivadas de monómeros de la fórmula (4)



30 en la que R^5 representa H o $-\text{CH}_3$, R^6 y R^7 significan, independientemente uno de otro, H o $-\text{CH}_3$, de manera preferida H, R^8 representa un grupo alquilo lineal o ramificado con 1 a 30, de manera preferida 8 a 22 y de manera especialmente preferida 12 a 18 átomos de carbono, un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces, con 2 a 30, de manera preferida 8 a 22 y de manera especialmente preferida 12 a 18 átomos de carbono, o un radical hidrocarbilo cicloalifático, aril-alifático o aromático, con 6 a 30 átomos de carbono, EO representa una unidad de óxido de etileno, PO representa una unidad de óxido de propileno, los v y los w representan, independientemente unos de otros, unos números de 0 a

500, la suma de **v** y **w** es en promedio ≥ 1 y la distribución de las unidades de EO y PO a lo largo del grupo $-(\text{EO})_v(\text{PO})_w-$ puede ser estadística, a modo de bloques, alternante o a modo de un gradiente, y

- 5 e) opcionalmente una o varias de las unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos,

con la condición de que los polímeros han de contener una o varias de las unidades estructurales escogidas entre b) hasta e),

10 caracterizado porque las correspondientes sales de estos polímeros, en las que, sin embargo, los cationes \mathbf{Q}^+ en las unidades estructurales de la fórmula (1) significan NH_4^+ y eventualmente de manera adicional H^+ , se suspenden como un educto en un disolvente orgánico, y mediante adición de una o varias bases que contienen iones de Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} o Zn^{++} se efectúa un intercambio de iones.

15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el educto contiene de 50 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 50 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista, de manera especialmente preferida de 80 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 20 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista, de manera especialmente preferida de 90 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 10 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista, y de manera particularmente preferida de 98 a 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista y de 0 a 2 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con H^+ como ion antagonista.

25 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el educto contiene 100 % en moles de las unidades estructurales de la fórmula (1) con NH_4^+ como ion antagonista.

30 4. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque el disolvente orgánico es un disolvente prótico.

5. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque el disolvente orgánico es terc.-butanol.

35 6. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado porque las bases se escogen entre hidróxidos y compuestos alcoxilados.

7. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque las bases se escogen entre hidróxidos y compuestos alcoxilados de Na^+ , K^+ y/o Zn^{++} .

40 8. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado porque la base es NaOH.

45 9. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 8, caracterizado porque se lleva a cabo a una temperatura de 25 a 100 °C.

10. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 9, caracterizado porque se lleva a cabo conduciendo a su través un gas inerte, de manera preferida nitrógeno, de manera especialmente preferida con un caudal de paso de 40 a 80 l/h.

50 11. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 10, caracterizado porque se lleva a cabo a un valor del pH de 7,5 a 8,5.

55 12. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 11, caracterizado porque las unidades estructurales de la fórmula (1) se derivan del ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfónico.

13. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizado porque las unidades estructurales de la fórmula (2) se derivan de la N-vinil-pirrolidona.

60 14. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 13, caracterizado porque los \mathbf{R}^2 , \mathbf{R}^3 y \mathbf{R}^4 en las unidades estructurales de la fórmula (3) significan, independientemente unos de otros, hidrógeno o metilo.

65 15. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 14, caracterizado porque \mathbf{R}^8 en las unidades estructurales se deriva de los monómeros de la fórmula (4) para un grupo alquilo lineal o ramificado con 8 hasta 22 y de manera preferida 12 hasta 18 átomos de carbono, o para un grupo alqueno lineal o ramificado, insaturado una vez o múltiples veces con 8 hasta 22 y de manera preferida 12 hasta 18 átomos de carbono.

- 5 16. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 15, caracterizado porque la suma de **v** y **w** en las unidades estructurales derivadas de los monómeros de la fórmula (4) es en promedio de 1 a 40, de manera preferida de 3 a 40, de manera especialmente preferida de 5 a 30, de manera particularmente preferida de 8 a 25 y de manera extraordinariamente preferida de 10 a 25.
- 10 17. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 16, caracterizado porque los polímeros no contienen ninguna unidad estructural reticulable del componente e).
- 10 18. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 16, caracterizado porque los polímeros contienen hasta 8, de manera preferida de 0,01 a 8, de manera especialmente preferida de 0,01 a 5 y de manera particularmente preferida de 0,02 a 3 % en peso de una o varias unidades estructurales reticulables del componente e).
- 15 19. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 16 y 18, caracterizado porque se prepara un polímero, que contiene
- 20 a) de 69,5 a 97,5, de manera preferida de 84,5 a 96,5 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1), derivadas de manera preferida del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-sulfónico,
- b) de 2 a 30, de manera preferida de 3 a 15 % en peso, de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (2), derivadas de manera preferida de la N-vinil-pirrolidona, y
- 25 e) de 0,2 a 3, de manera preferida de 0,5 a 2 % en peso, de una o varias unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos.
- 30 20. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 18, caracterizado porque se prepara un polímero que contiene
- a) de 49,99 a 98,99 % en peso de una o varias de las unidades estructurales repetitivas de la fórmula (1),
- b) de 1 a 50 % en peso de una o varias de las unidades estructurales repetitivas derivadas de los monómeros de la fórmula (4), y
- 35 e) de 0 a 8, de manera preferida de 0,01 a 5 % en peso, de una o varias unidades estructurales reticulables, que han procedido de unos monómeros con por lo menos dos enlaces dobles olefínicos.
- 40 21. Utilización de un polímero, que es obtenible según un procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 20, como un agente espesante o estabilizador en agentes autobronceadores, que contienen de 0,1 a 10 % en peso de dihidroxiacetona, referido al agente acabado, siendo ajustados estos agentes autobronceadores de manera preferida a un valor del pH de 3,5 a 5,5, y de manera especialmente preferida de 4 a 5.
- 45 22. Agentes autobronceadores, que contienen uno o varios polímeros, obtenibles según un procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 20, y de 0,1 a 10 % en peso de dihidroxiacetona, referido a los agentes acabados, siendo ajustados estos agentes autobronceadores de manera preferida a un valor del pH de 3,5 a 5,5, y de manera especialmente preferida de 4 a 5.