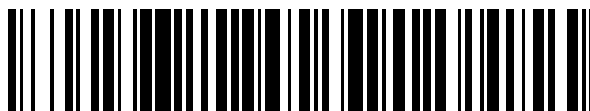


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 541**

51 Int. Cl.:
C11D 1/14 (2006.01)
C11D 3/20 (2006.01)
C11D 1/94 (2006.01)
C11D 1/65 (2006.01)
A61K 8/46 (2006.01)
A61K 8/34 (2006.01)
C11D 11/04 (2006.01)
C11D 11/00 (2006.01)
C11D 1/90 (2006.01)
C11D 1/52 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07018144 .1**
96 Fecha de presentación: **14.09.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2036972**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.03.2009**

54 Título: **Preparación altamente concentrada de sulfato de alcohol graso**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.06.2012

73 Titular/es:
COGNIS IP MANAGEMENT GMBH
HENKELSTRASSE 67
40589 DÜSSELDORF, DE

72 Inventor/es:
Spörer, Roland;
Jariyachat, Srarat;
Waworuntu, Tedy;
Jazuli, Achmad y
Taufik, Achmad

74 Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 383 541 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

Preparación altamente concentrada de sulfato de alcohol graso

La presente inscripción se refiere a preparaciones concentradas de surfactante a base de surfactantes de sulfato de alquilo, su empleo y su producción.

- 5 Los sulfatos de alcohol graso son surfactantes aniónicos conocidos, que encuentran aplicación en una multiplicidad de agentes de limpieza y detergentes, pero también en agentes cosméticos, como por ejemplo en champú, agentes para la limpieza de la piel, jabones para la piel y también pastas dentales.

- 10 Los sulfatos de alquilo son producidos a escala industrial por regla general mediante la sulfonación de alcoholes grasos adecuados con SO_3 gaseoso. El ácido alquilsulfúrico que allí surge como producto crudo es neutralizado a continuación en presencia de álcalis adecuados, preferiblemente de hidróxido de sodio acuoso hasta dar los sulfatos de alquilo. Al final de tal proceso se obtienen preparaciones acuosas que contienen surfactantes con máximo 30 % en peso de surfactante aniónico.

- 15 Para el transporte de tales preparaciones se elimina frecuentemente el agua para obtener productos secos que sean más fáciles de transportar. La eliminación del agua representa una etapa del proceso que consume mucha energía y con ello es cara. También el transporte de los agentes acuosos que surgen de modo directo es en sí mismo desventajoso si se transportan entonces sólo cantidades comparativamente pequeñas de sustancia activa (máximo 30 % en peso) pero mucha agua. Además, por el lado del productor de champú, agentes limpiadores para la piel, jabones para la piel y también pastas dentales, el procesamiento de sulfatos de alcoholes grasos secos es costoso en términos de tiempo. Por regla general el empleo de alcoholes grasos líquidos resulta en una reducción del tiempo de lote superior a 20%.

- 25 De allí que, para evitar los problemas arriba ilustrados, existe una necesidad de poner a disposición preparaciones de sulfatos de alcohol graso altamente concentradas, líquidas o bien ligeramente pastosas que puedan ser bombeadas. A partir de la WO 2006/112492 A se conocen preparaciones que contienen surfactantes aniónicos elegidos de entre el grupo de sulfatos de alquilo o sulfatos de alquiléter en combinación con por ejemplo betaínas y agua, y que a pesar de ello son aún capaces de fluir. La EP 554 991 manifiesta una preparación de agente limpiador líquida, acuosa o pastosa, que contiene sulfato de alquilo y betaínas conjuntamente. A partir de la DE 44 20 515 A1 se manifiestan cremas para afeitar que, aparte de alquilpoliglicósidos contiene aún surfactantes aniónicos y agua así como glicerina, donde la proporción de surfactantes aniónicos es por ejemplo máximo de 28 % en peso. El contenido de agua de las recetas del ejemplo está en max. 40 % en peso.

- 30 Se encontró que mediante el empleo de determinados aditivos pueden obtenerse preparaciones de alcohol graso altamente concentradas, que pueden ser bombeadas, por consiguiente de baja viscosidad.

De allí que un primer objetivo de la inscripción se refiere a un agente, que está presente como líquido o pasta de baja viscosidad, que contiene por lo menos

(a) 35 % en peso, referido al peso total del agente, de uno o varios sulfatos de alcohol graso de la fórmula general (I)

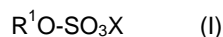
- 35
$$\text{R}^1\text{O}-\text{SO}_3\text{X} \quad (\text{I})$$

En la cual R^1 representa un radical alquilo y/o alqueno lineal o ramificado, alifático con 6 a 22, preferiblemente 12 a 18 átomos de carbono y X representa un metal alcalino y/o alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio,

(b) por lo menos un poliol elegido de entre el grupo de glicerina, etilenglicol, propilenglicol, o sorbitol

- 40 (c) agua.

Se entiende por sulfatos de alquilo y/o alqueno, aquellos que definidos frecuentemente también como "sulfatos de alcohol graso", son los productos de sulfatación de alcoholes primarios, que siguen la fórmula (I),



- 45 en la cual R^1 representa un radical alquilo y/o alqueno lineal o ramificado, alifático con 6 a 22, preferiblemente 12 a 18 átomos de carbono y X representa un metal alcalino y/o alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio. Ejemplos típicos de sulfatos de alquilo que en el sentido de la invención pueden encontrar aplicación son aquellos productos de sulfatación de capronalcohol, caprilalcohol, caprinalcohol, 2-etilhexilalcohol, laurilalcohol,

miristilalcohol, cetilalcohol, palmoleilalcohol, estearilalcohol, isostearilalcohol, oleilalcohol, elaidilalcohol, petroselinilalcohol, araquilalcohol, gadoleilalcohol, behenilalcohol y erucilalcohol así como sus mezclas técnicas, que son obtenidos mediante la hidrogenación a alta presión de fracciones técnicas de metilésteres o aldehídos de la oxosíntesis de Roelen'schen. Los productos de sulfatación pueden ser empleados preferiblemente en forma de su sal alcalina y en particular de su sal de sodio.

Se prefieren particularmente los sulfatos de alquilo a base de alcoholes grasos de sebo $C_{16/18}$ o bien alcoholes grasos vegetales de distribuciones de cadena de C comparativas, en forma de su sal de sodio. Pueden ser de particular importancia los sulfatos de alquilo a base de dodecilalcohol, puesto que estos sulfatos encuentran aplicación en el cuidado dental y agentes de limpieza dental. Además se prefieren también cortes de alcoholes grasos de alcoholes grasos con 12 a 14 átomos de C, donde para ello puede preferirse particularmente emplear aquellos cortes que contienen sólo muy bajas proporciones de alcoholes grasos C_{16} , por ejemplo inferior a 10 % en peso, preferiblemente inferior a 5 % en peso y en particular inferior a la 3 % en peso, referido a la cantidad de alcoholes grasos. Además se prefieren particularmente los alcoholes grasos saturados y aquí nuevamente los cortes arriba definidos.

Los agentes acordes con la invención se distinguen porque ellos son altamente concentrados, es decir que en relación con esta inscripción ellos contienen por lo menos 35 % en peso de sulfatos de alcohol graso, referido a la mezcla total. Los agentes de acuerdo a la literatura técnica reivindicada pueden contener preferiblemente sulfatos de alcohol graso en cantidades, referidas al peso total del agente, superiores a 35 % en peso, preferiblemente de 36 % en peso a 70 % en peso, en particular 40 a 60 % en peso y particularmente preferido de 40 a 50 % en peso.

Para la invención es esencial la presencia de polioles, o de betaínas o bien de alquilamidas de ácidos grasos, donde los polioles representan la elección preferida de este grupo de tres.

Los polioles, que entran aquí en consideración poseen preferiblemente 2 a 15 átomos de carbono y por lo menos dos grupos hidroxilo. Los polioles pueden contener aún otros grupos funcionales, en particular grupos amino o bien estar modificados con nitrógeno. Son ejemplos típicos glicerina; alquilenglicoles, como por ejemplo etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, hexilenglicol así como polietilenglicoles con un peso molecular promedio de 100 a 1.000 Dalton; las mezclas técnicas de oligoglicerina con un grado de condensación propia de 1,5 a 10 como acaso mezclas técnicas de diglicerina con un contenido de diglicerina de 40 a 50 % en peso; compuestos de metilol, como por ejemplo trimetiloletano, trimetilopropano, trimetilobutano, pentaeritritol y dipentaeritritol; alquilglucósidos pequeños, en particular aquellos con 1 a 8 átomos de carbono en el radical alquilo, como por ejemplo metil y butilglucósido; alcoholes de azúcar con 5 a 12 átomos de carbono, como por ejemplo sorbitol o manitol, azúcares con 5 a 12 átomos de carbono, como por ejemplo glucosa o sacarosa; aminoazúcares, como por ejemplo glucamina; dialcoholaminas, como dietanolamina o 2-amino-1,3-propanodiol. Los polioles preferidos son elegidos de entre el grupo de glicerina, etilenglicol, propilenglicol, o sorbitol, donde se prefieren particularmente glicerina y sorbitol.

Las betaínas representan surfactantes conocidos que son producidos predominantemente mediante introducción de grupos carboxialquilo, preferiblemente grupos carboximetilo en compuestos amínicos. Preferiblemente se condensan las sustancias de partida con ácidos halogenocarboxílicos o sus sales, en particular con cloroacetato de sodio, donde por mol de betaína se forma un mol de sal. Además es posible también la aplicación de ácidos carboxílicos insaturados, como por ejemplo ácido acrílico. Se prefieren particularmente las betaínas, que son obtenidas mediante reacción de aceites, por consiguiente triglicéridos. Como ejemplo se mencionan la N,N-dimetil-N(cocosamidopropil)amonioacetobetaína (Dehyton PK 45 -compañía Cognis). Se prefieren las betaínas solubles en aceite.

Las alquilamidas de ácidos grasos son asimismo compuestos de por sí conocidos. Éstas incluyen también alcanolamidas de ácidos grasos en sentido ajustado, donde se prefieren las di- o monoetanolamidas de ácidos grasos. En ello se prefieren también compuestos de este tipo que contienen ácidos grasos saturados o insaturados, ramificados o no ramificados longitudes de cadena de C de 7 a 21. Por ejemplo estos son comercializados por quien inscribe bajo la marca "Comperlan". Se prefieren particularmente las alquilamidas de ácidos grasos a base de monoetanolamidas de ácidos grasos de coco. Aplica que son preferidas particularmente las alquilamidas de ácidos grasos solubles en aceite.

Los polioles y también las betaínas o bien las alquilamidas de ácidos grasos están presentes en los agentes en cantidades, referidas al peso total del agente, de 10 a 45 % en peso, preferiblemente 15 a 40 y en particular 25 a 35 % en peso. Puede preferirse emplear mezclas de polioles, betaínas y/o alquilamidas de ácidos grasos.

Los agentes acordes con la invención contienen de modo obligatorio los sulfatos de alcoholes grasos, polioles o betaínas o las alquilamidas de ácidos grasos y agua, pueden contener además aún otros ingredientes como por ejemplo sales inorgánicas o surfactantes no iónicos. Se prefieren particularmente los agentes que consisten sólo en los tres componentes mencionados.

Los agentes acuosos exhiben preferiblemente un valor de pH mayor a 8, preferiblemente el valor de pH está en el rango de 9 a 12, de modo particularmente preferido en el rango de 10 a 12. Los agentes pueden estar presentes como líquido o como pasta, preferiblemente como pastas de baja viscosidad con capacidad para ser bombeadas. Las dispersiones típicas, medidas según Brookfield a 25 °C (aguja 3 o 4, 10 rpm) están en 500 a 10000 mPas y preferiblemente en 1000 a 8000 mPas.

En el sentido de la presente invención, un agente preferido contiene, referido al peso total del agente (a) 36 a 45 % en peso de sulfatos de alquilo de la fórmula (I), (b) 28 a 45 % en peso de polioles, donde se prefieren glicerina y/o sorbitol, o betainas y/o alquilamidas de ácidos grasos y (c) 10 a 34 % en peso de agua.

La producción de las preparaciones concentradas de alcoholes grasos ocurre preferiblemente mediante neutralización de los ésteres de alcoholes grasos con ácido sulfúrico en presencia de la mezcla de agua/poliol o bien betaína. De allí que otro objetivo se refiere al método para la producción de una preparación que contiene por lo menos 35 % en peso de sulfatos de alquilo de la fórmula (I) según la descripción de arriba, donde se añade continuamente a una mezcla de (A) agua y (B) un polioliol o betaína - donde se ajusta la relación de volumen de (A) a (B) a los valores de 3 : 1 a 1 : 3 - un sulfato de alquilo no neutralizado de la fórmula general R^1-OSO_3H junto con una cantidad de álcali, donde la cantidad de álcali es adecuada para neutralizar completamente el sulfato de alquilo y se continúa el mezclado de la combinación de (A) y (B) con el sulfato de alquilo no neutralizado y los álcalis hasta que se ha alcanzado una concentración de sulfatos de alquilo neutralizados de la fórmula (I) de por lo menos 35 % en peso.

La sulfonación de los alcoholes grasos ocurre de modo y forma de por sí conocidos con SO_3 . El producto sulfonado crudo es entonces dosificado a la mezcla de (A) y (B) y se dosifica simultáneamente preferiblemente en forma separada una lejía acuosa alcalina, preferiblemente hidróxido de sodio alcalino, de modo que tiene lugar simultáneamente un mezclado y neutralización. Este procedimiento es ejecutado por el tiempo necesario hasta que se alcanza el rango deseado de concentración de la preparación de sulfato de alcohol graso. Después de eso pueden añadirse, en tanto se desee, otros aditivos o ingredientes. Entonces el producto del método puede ser por ejemplo blanqueado y/o provisto con sustancias aromatizantes. Puede ser ventajoso variar mutuamente la relación de cantidades de (A) y (B), donde puede preferirse particularmente una relación de volumen en el rango de 3 : 1 a 1 : 1 y en particular de 2 : 1 a 1,5 : 1.

Ejemplos

Se sulfonó una mezcla de alcoholes grasos con la composición cualitativa C12: 65-71 % en peso; C14: 22-28 % en peso; C16: 3-6 % en peso en una planta de SO_3 . El producto sulfonado crudo fue dosificado entonces de manera continua a una mezcla de polioles con agua en la relación del peso de 3 : 1 junto con una solución acuosa de NaOH al 30 % en un recipiente de neutralización de acero inoxidable. Después de que se terminó la neutralización se retiró el producto final. Exhibió un contenido de alcoholes grasos sulfonados de 42 % en peso. El valor de pH era de 11. El color medido (APHA, en solución al 20 % en peso) fue de 50.

Se produjeron productos por esta vía (sulfatos de alcohol graso según la composición cualitativa arriba descrita de mezcla de alcohol graso) con las siguientes composiciones (todos los casos en % en peso):

Nr.	Sulfato de alcohol graso	Glicerina	Sorbitol	Betaína ¹⁾	Alquilamida de ácido graso ²⁾	Agua
1	30	40				60
2	40	26	19			85
3	35	26		10		29
4	35	26			10	29
¹⁾ Dehyton PK 45						
²⁾ Comperlan CMEA						

Los ejemplos 1, 3 y 4 son ejemplos de comparación, mientras que el ejemplo 2 es acorde con la invención.

REIVINDICACIONES

1. Agente que está presente como líquido o pasta de baja viscosidad que tiene la capacidad para ser bombeada, que contiene por lo menos

(a) 35 % en peso, referido al peso total de agente, de uno o varios sulfatos de alcohol graso de la fórmula general (I)



en la cual R^1 representa un radical alquilo y/o alqueno lineal o ramificado, alifático con 6 a 22, preferiblemente 12 a 18 átomos de carbono y X representa un metal alcalino y/o alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio,

(b) por lo menos un poliol elegido de entre el grupo de glicerina, etilenglicol, propilenglicol, o sorbitol y

10 (c) agua.

2. Agente según la reivindicación 1, **caracterizado porque** contiene sulfatos de alcohol graso en cantidades, referidas al peso total de agente, mayores a 35 % en peso, preferiblemente de 36 % en peso a 70 % en peso, en particular 40 a 60 % en peso y particularmente preferido de 40 a 50 % en peso.

15 3. Agente según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** como polioles se prefieren particularmente glicerina y/o sorbitol.

4. Agente según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** contiene componente b) en cantidades, referidas al peso total del agente, de 10 a 45 % en peso, preferiblemente 15 a 40 y en particular 25 a 35 % en peso.

20 5. Agente según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** contiene agua en cantidades, referidas al peso total del agente, de 5 a 40, preferiblemente 10 a 30 y en particular de 15 a 25 % en peso.

6. Agente según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** contiene, referido al peso de la totalidad del agente

(a) 36 a 45 % en peso de sulfatos de alquilo de la fórmula (I)

25 (b) 28 a 45 % en peso de polioles, betaínas y/o alquilamidas de ácidos grasos

(c) 10 a 34 % en peso de agua

30 7. Método para la producción de una preparación que contiene por lo menos 35 % en peso de sulfatos de alquilo de la fórmula (I) según lo descrito en la reivindicación 1, **caracterizado porque** se añade continuamente a una mezcla de (A) agua y (B) un poliol o betaína soluble de aceite -donde la relación de volumen de (A) a (B) es ajustada a los valores de 3 : 1 a 1 : 3 - un sulfato de alquilo no neutralizado de la fórmula general R^1-OSO_3H junto con una cantidad de álcali, donde la cantidad de álcali es adecuada para neutralizar completamente el sulfato de alquilo y se continúa el mezclado de la combinación de (A) y (B) con el sulfato de alquilo no neutralizado y los álcalis por el tiempo necesario hasta que se alcanza por lo menos una concentración de sulfatos de alquilo neutralizados de la fórmula (I), de 35 % en peso.

35