

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 395 676**

51 Int. Cl.:

C07C 67/03 (2006.01)

C07C 69/68 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.07.2007 E 07812688 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2012 EP 2041064**

54 Título: **Procedimientos de preparación de lactil lactatos de alquilo**

30 Prioridad:

06.07.2006 US 819145 P

06.09.2006 US 842476 P

21.03.2007 US 896205 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

14.02.2013

73 Titular/es:

**STEPAN COMPANY (100.0%)
22 WEST FRONTAGE ROAD
NORTHFIELD, ILLINOIS 60093, US**

72 Inventor/es:

**ALLEN, DAVID, R.;
DAMESHEK, ANATOLIY, A.;
SAJIC, BRANKO;
SHAPIRO, IRENE;
DONG, XUE, MIN;
HUTCHISON, JOHN, C.;
SMITH, CHRISTOPHER, D.;
PYTEL, JACQUELINE, M. y
WEITGENANT, JEREMY**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 395 676 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

Procedimientos de preparación de lactil lactatos de alquilo.

5 **Antecedentes de la invención**

La tecnología que se describe en la presente memoria se refiere de forma general a procedimientos mejorados de preparación de compuestos de lactil lactato de alquilo, tales como el lactil lactato de laurilo.

10 En el sector del cuidado personal, existe el deseo de disponer de tensioactivos que sean suaves, desprovistos de sal y 100% activos. Otras características deseables incluyen ser líquidos a temperatura ambiente, presentar una estructura que no contenga nitrógeno, poderse formular en aplicaciones de mezcla en frío y ser capaces de actuar igual de bien o mejor que los tensioactivos existentes.

15 En los productos de limpieza del hogar, limpieza industrial y limpieza de equipamientos, los tensioactivos y los disolventes son ingredientes importantes. Entre las características deseables de estos productos se incluyen su capacidad de emulsionar la suciedad grasienta o aceitosa, formar suspensiones de la misma o penetrar en la misma, y su capacidad de formar suspensiones de las partículas y dispersarlas, con el fin de limpiar superficies; y, además, su capacidad de prevención de que la suciedad, la grasa o las partículas se vuelvan a depositar sobre las superficies recién limpiadas. Por ejemplo, es de desear que un detergente para ropa elimine la suciedad de la misma y a continuación mantenga dicha suciedad en solución, de tal modo que la misma se elimine con el agua de lavado en lugar de volverse a depositar sobre la ropa lavada.

25 Asimismo, resulta deseable tener la capacidad de controlar la formación de espuma de diferentes productos para el hogar, productos industriales y para equipamientos en función de las aplicaciones finales. Por ejemplo, un detergente líquido para lavar los platos a mano debe tener preferentemente la capacidad de formar espuma en presencia de la suciedad que se está eliminando de la vajilla. En cambio, en un detergente para la ropa o la vajilla que se pretenda utilizar en una máquina de lavado de alta eficiencia, resulta deseable que se produzca poca espuma a fin de obtener una mejor limpieza y evitar el exceso de espuma. Otras propiedades deseables de dichos productos de consumo incluyen la capacidad de aclarar la formulación y de mejorar la estabilidad. En el caso de productos de lavado de superficies duras, resulta deseable que presenten la capacidad de humedecer diversos tipos de superficie y de capturar o formar suspensiones con la suciedad a fin de no dejar en la superficie residuos en forma de rayas y/o películas.

35 Se ha descubierto inesperadamente que los lactil lactatos de alquilo descritos en la presente memoria pueden satisfacer una o más de las características deseables mencionadas anteriormente, entre otras. Los lactil lactatos de alquilo se pueden incorporar, por ejemplo, en diversas composiciones y utilizarse como tensioactivos, emulsionantes, agentes de mejora de la sensación en la piel, formadores de película, modificadores reológicos, disolventes, agentes de desmoldeo, agentes de lubricación, acondicionadores, agentes dispersantes, etc. Dichas composiciones se pueden utilizar en aplicaciones finales entre las que se incluyen, aunque sin limitarse a las mismas, productos de cuidado personal, así como productos de limpieza del hogar, limpieza industrial y limpieza de equipamientos. También se pueden utilizar en aplicaciones de campo petrolífero, espumantes de yeso, pinturas y recubrimientos, adhesivos u otras aplicaciones que requieran tolerancia al frío o a condiciones de acondicionamiento para el invierno (por ejemplo, aplicaciones que requieran rendimiento en clima frío sin la inclusión de componentes volátiles adicionales).

50 Las patentes US nº 2.350.388 y nº 2.371.281 (Claborn) ("patentes Claborn") describen de forma general el hecho de que un lactil lactato de alquilo se puede preparar supuestamente por calentamiento de una mezcla de un láctido seco y un alcohol anhidro a una temperatura comprendida entre 70°C y 90°C durante un periodo comprendido aproximadamente entre 6 y 8 horas en presencia de un catalizador ácido y en condiciones anhidras. Dichas patentes Claborn también describen de forma general lactil lactatos de alquilo de los que se afirma que presentan propiedades deseables para disolventes y plastificantes, así como para la producción de otros plastificantes.

55 Sin embargo, el procedimiento para preparar lactil lactatos de alquilo tal como se describe en las patentes Claborn requiere la utilización en la mezcla de reacción de un disolvente que es o bien una cantidad en exceso del alcohol o un líquido orgánico inerte, tal como el benceno. Las patentes Claborn también requieren una temperatura de reacción superior a 70°C. Sin embargo, resulta deseable eliminar la utilización de disolventes en el procedimiento de reacción para producir lactil lactatos de alquilo y/o disponer de un procedimiento que se pueda llevar a cabo a una temperatura de reacción inferior. Además, las patentes Claborn no tienen en cuenta el control y el efecto de la quiralidad sobre las propiedades del lactil lactato de alquilo resultante. Tampoco describen cómo preparar lactil lactatos de alquilo con diferente quiralidad. Además, las patentes Claborn no tienen en cuenta los efectos de la elección del alcohol (por ejemplo, entre alcoholes primarios, secundarios o terciarios; o entre alcoholes grasos o alcoholes inferiores) sobre el rendimiento, la pureza y las propiedades del producto. Además, las patentes Claborn no tienen en cuenta ni dan a conocer lactil lactatos de alquilo que se puedan utilizar como tensioactivos, emulsionantes, agentes de mejora de la sensación en la piel, formadores de película, espesantes, modificadores reológicos, etc., para el cuidado personal y otras aplicaciones. Por ello, resulta deseable disponer de un

procedimiento que pueda producir un mayor rendimiento de un producto de lactil lactato de alquilo de mayor pureza sin llevar a cabo ninguna destilación ni ningún otro proceso de purificación. También resulta deseable preparar y utilizar un lactil lactato de alquilo con una quiralidad seleccionada a fin de obtener o mejorar determinadas propiedades deseadas del producto final.

La patente US nº 3.144.341 (Thompson) ("patente Thompson") da a conocer lactil lactato de estearilo y lactil lactato de cetilo preparados mediante la reacción de alcohol de estearilo o alcohol de cetilo con ácido láctico (ácido 2-hidroxipropiónico, CH₃CHOHCOOH). El lactil lactato de estearilo y el lactil lactato de cetilo preparados de este modo se describen de forma general como agentes emulsionantes particularmente adecuados como agentes de acortamiento en mezclas para pasteles y similares. La patente Thompson establece que el producto de reacción es una mezcla de lactil lactato de estearilo y lactato de estearilo, que se denominan lactoillactato de estearilo y lactato de estearilo, respectivamente. Col. 3, líneas 29-31. La patente Thompson afirma además que el lactato de estearilo es menos eficaz que el lactil lactato de estearilo deseado. Col. 3, líneas 56-57. Esta referencia recomienda la utilización de 2,1 moles de ácido láctico por mol de alcohol de estearilo (o alcohol cetílico), col. 1, líneas 31-54, pero sugiere que la reacción de lactil lactato de estearilo con un mol adicional de ácido láctico no proporcionó ventajas apreciables. Col. 3, líneas 57-59. La patente Thompson tampoco describe ni sugiere la utilización de un catalizador para la reacción del alcohol con ácido láctico. La patente US nº 5.399.353 describe una reacción de monoalcoholes y láctido a una temperatura comprendida entre 190°C y 195°C. Dado que se cree que los lactil lactatos de alquilo son más eficientes y pueden proporcionar un mayor rendimiento y una mayor estabilidad que los lactatos de alquilo, resulta deseable disponer de un procedimiento mejorado que pueda producir un producto de lactil lactato de alquilo a través de una vía de ácido láctico que contiene una mayor proporción del componente de lactil lactato con respecto al componente de lactato.

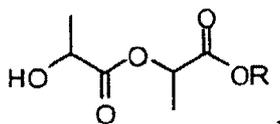
Breve resumen de la invención

La presente invención da a conocer un procedimiento para preparar un lactil lactato de alquilo que comprende las siguientes etapas:

obtención de una mezcla que comprende láctido, por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo y, por lo menos, un catalizador ácido, en el que el láctido y el por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo están presentes en cantidades molares equivalentes; y

reacción del láctido y el por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo en ausencia de disolvente a una temperatura comprendida entre 15°C y 100°C.

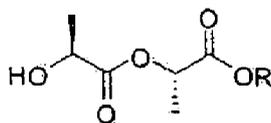
El lactil lactato de alquilo puede presentar la siguiente estructura general:



en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquilo alcoxilado. R puede derivar de un compuesto que contiene hidroxilo, tal como un alcohol, preferentemente, un alcohol primario.

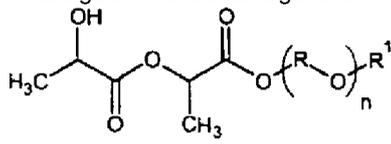
Preferentemente, los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología presentan una quiralidad específica, que puede ser, por ejemplo, L-lactil lactato, D-lactil lactato, un lactil lactato racémico L,D/D,L preparado, por ejemplo, a partir de meso-láctido, o un lactil lactato racémico L,L/D,D preparado, por ejemplo, a partir de láctido racémico, o una mezcla de los mismos. Un alcohol preferente es un alcohol graso, tal como los que contienen de aproximadamente 6 a aproximadamente 18 átomos de carbono.

Según algunas formas de realización, preferentemente, por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología es un L-lactil lactato de alquilo que presenta la siguiente estructura general:



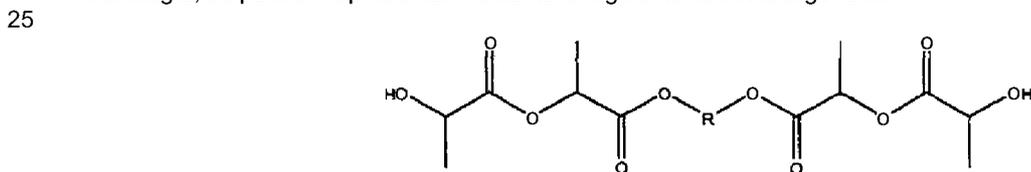
Según otras formas de realización, preferentemente uno o más de los lactil lactatos de alquilo es un lactil lactato racémico L,D/D,L preparado a partir de un meso-láctido, o una mezcla de lactil lactatos preparados a partir de una mezcla de L-láctido y meso-láctido.

Según algunas formas de realización, por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología se puede representar mediante la siguiente estructura general:



5 en la que R contiene de aproximadamente dos a aproximadamente seis, alternativamente, de aproximadamente dos a aproximadamente cuatro, preferentemente, de aproximadamente dos a aproximadamente tres, átomos de carbono, R¹ contiene de aproximadamente uno a aproximadamente veintidós, alternativamente, de aproximadamente uno a aproximadamente dieciocho, alternativamente, de aproximadamente seis a aproximadamente dieciocho, alternativamente, de aproximadamente doce a aproximadamente catorce, alternativamente, de aproximadamente uno a aproximadamente seis, átomos de carbono (por ejemplo, cuatro átomos de carbono), y el número de unidades de repetición (n) puede variar de aproximadamente 0 a aproximadamente 100. Cuando n es 0, el grupo alquilo del lactil lactato no está alcoxilado. Cuando n no es 0, los lactil lactatos de alquilo contienen, por lo menos, un grupo alcoxilado. Para los productos de cuidado personal, cuidado del hogar u otras aplicaciones de limpieza, n está comprendido preferentemente entre aproximadamente uno y aproximadamente doce, alternativamente, entre aproximadamente uno y aproximadamente nueve, alternativamente, entre aproximadamente uno y aproximadamente seis, alternativamente, entre aproximadamente dos y aproximadamente cuatro.

20 Preferentemente, el compuesto que contiene hidroxilo utilizado para preparar el lactil lactato de alquilo contiene, por lo menos, un grupo hidroxilo primario (OH). Cuando el compuesto que contiene hidroxilo contiene dos o más grupos hidroxilo primarios (OH), se puede formar un compuesto que contiene dos o más grupos lactil lactato. Por ejemplo, cuando se utiliza un compuesto que contiene dos grupos hidroxilo primarios (por ejemplo, glicerina o glicerina etoxilada) como molécula puente, el lactil lactato de alquilo, según algunas formas de realización de la presente tecnología, se pueden representar mediante la siguiente estructura general:



30 Según algunas formas de realización, el grupo R de la fórmula anterior contiene preferentemente entre aproximadamente dos y aproximadamente veinticuatro, más preferentemente entre aproximadamente dos y aproximadamente ocho, átomos de carbono. Por ejemplo, el grupo R se puede derivar de glicerina o glicerina alcoxilada.

35 La temperatura de reacción puede estar comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 100°C, más preferentemente entre aproximadamente 30°C y aproximadamente 70°C, y más preferentemente entre aproximadamente 40°C y aproximadamente 60°C. El catalizador ácido puede ser, por ejemplo, H₂SO₄, HCl, ácido p-toluenosulfónico (pTSA) o un ionómero NAFION® (disponible a través de E. I. Du Pont de Nemours and Company), o una mezcla de los mismos. El láctido utilizado se puede presentar en forma de sólido o líquido y puede ser L-láctido, D-láctido, meso-láctido o un láctido racémico, o una mezcla de los mismos. Preferentemente, el láctido utilizado es L-láctido o meso-láctido, o una mezcla de los mismos. Preferentemente, el láctido se prepara a través de un proceso de fermentación. Por lo menos para algunas aplicaciones, resulta preferente el L-láctido. El compuesto que contiene hidroxilo puede ser un alcohol graso, tal como los que contienen de aproximadamente 6 a aproximadamente 18 átomos de carbono. Preferentemente, el compuesto que contiene hidroxilo es un alcohol primario. Un ejemplo de un alcohol graso preferente es el alcohol láurico. También preferentemente, el lactil lactato de alquilo preparado es un líquido nítido y homogéneo.

45 Una composición que comprende, por lo menos, un lactil lactato de alquilo puede estar presente en un sistema acuoso o en otras formas. Además, la composición puede comprender uno o más tensioactivos. Además, la composición puede comprender un tampón. Dicho tampón, por ejemplo, puede comprender una cantidad suficiente (por ejemplo, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 0,75% en peso) de ácido cítrico/citrato de sodio, ácido láctico/lactato de amonio, o una mezcla de los mismos. Preferentemente, el sistema tampón se debe proporcionar en una cantidad suficiente para estabilizar el pH de la formulación resultante durante, por lo menos, cuatro semanas en un ensayo de estabilidad a 50°C. La cantidad adecuada de tampón necesario se puede determinar mediante etapas/ensayos de rutina conocidos y apreciados por los expertos en la materia, y depende de la cantidad de lactil lactato o lactil lactatos de alquilo y/u otros principios activos utilizados en la formulación de aplicación final. Preferentemente, el grupo alquilo del lactil lactato de alquilo comprende de aproximadamente 6 a aproximadamente 18 átomos de carbono, más preferentemente de aproximadamente 12 a aproximadamente 14 átomos de carbono, como por ejemplo un grupo laurilo. Más preferentemente, el lactil lactato de alquilo es un L-lactil

lactato de alquilo. De la forma más preferente, la composición no presenta sustancialmente lactil lactatos de alquilo de otros estereoisómeros.

Breve descripción de diversas vistas de los dibujos

5 Las figuras 1 y 2 muestran curvas de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal de composiciones de ejemplo con o sin lactil lactatos de alquilo.

10 Las figuras 3 y 4 muestran los resultados del ensayo de comportamiento de la espuma (sin aceite) para composiciones de ejemplo con o sin lactil lactatos de alquilo.

Las figuras 5 y 6 muestran la comparación del rendimiento de jabón corporal para composiciones de ejemplo con o sin lactil lactatos de alquilo.

15 La figura 7 muestra los resultados del estudio comparativo de la estabilidad de una composición con tampón y una composición sin tampón.

20 La figura 8 muestra los resultados del ensayo de lavado de manos de composiciones de ejemplo con lactil lactato de laurilo a diferentes concentraciones totales de principios activos en comparación con una composición de control sin lactil lactato de laurilo ("LLL" o "L3").

25 La figura 9 muestra las curvas de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal de cuatro composiciones que contienen un tensioactivo primario y un tensioactivo secundario en una relación 4:1 o 14:1. La cantidad activa total de tensioactivos es del 15% en cada composición. El tensioactivo primario utilizado es el lauriléter sulfato de sodio 2 moles (SLES-2 o CS-230). El tensioactivo secundario utilizado es cocamidopropilbetaína (CAPB o HCG) o L3.

La figura 10 muestra los resultados del estudio de lavado de manos con tres muestras de jabón por evaluación de grupo de expertos.

30 Las figuras 11 y 12 muestran los resultados del ensayo de formación de espuma en manos para tres muestras de jabón.

Las figuras 13 y 14 muestran los resultados del ensayo de sensación en la piel para tres muestras de jabón.

35 La figura 15 muestra los resultados del ensayo de formación de espuma en manos para tres composiciones que comprenden tres tensioactivos primarios diferentes y L3 en comparación con una composición de control que comprende CS-230 y HCG.

40 La figura 16 muestra los resultados del ensayo de formación de espuma en manos para tres composiciones que comprenden tres tensioactivos primarios diferentes y L3 en comparación con tres composiciones que comprenden los tres tensioactivos primarios diferentes y HCG.

45 La figura 17 muestra las curvas de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal para tres composiciones que comprenden tres tensioactivos primarios diferentes y L3 en comparación con tres composiciones que comprenden los tres tensioactivos primarios diferentes y HCG.

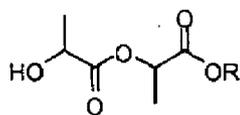
50 Las figuras 18 a 20 muestran los resultados de formación de espuma en lavado de manos para tres series de composiciones que comprenden SLES-2 (CS-230) como tensioactivo primario y HCG, L3, cocamida monoetanolamida, anfoacetato, sulfosuccinato o una combinación de los mismos como tensioactivo secundario.

La figura 21 muestra los resultados del ensayo de comportamiento de la espuma (sin aceite) para tres composiciones que comprenden lactil lactato de laurilo preparado a partir de (1) L-láctido, (2) una mezcla al 15:85 de L-láctido y meso-láctido, o (3) láctido racémico.

55 La figura 22 muestra las curvas de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal para tres composiciones que comprenden lactil lactato de laurilo preparado a partir de (1) L-láctido, (2) una mezcla al 15:85 de L-láctido y meso-láctido, o (3) láctido racémico.

Descripción detallada de la invención

60 Según algunas formas de realización, los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología pueden presentar la siguiente estructura general (I):



(I)

En la estructura general (I), R comprende un grupo alquilo o un grupo alquilo alcoxilado. R se puede derivar, por lo menos, de un compuesto que contiene hidroxilo, tal como un alcohol. Tal como se utiliza en el presente documento, la expresión "compuesto que contiene hidroxilo" se refiere de forma general a un compuesto que contiene, por lo menos, un grupo hidroxilo ("OH").

Preferentemente, los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología presentan una quiralidad específica, que puede ser, por ejemplo, un L-lactil lactato, un D-lactil lactato, un lactil lactato racémico L,D/D,L preparado, por ejemplo, a partir de meso-láctido, o un lactil lactato racémico L,L/D,D preparado, por ejemplo, a partir de láctido racémico, o una mezcla de los mismos. Según, por lo menos, algunas aplicaciones, el lactil lactato más preferente es el L-lactil lactato. Los lactil lactatos de alquilo se pueden preparar a partir de un láctido y un compuesto que contiene hidroxilo, tal como un alcohol graso, o un alcohol alcoxilado (un "proceso de láctido"). Preferentemente, el ácido láctico utilizado para preparar el láctido se prepara a través de un proceso de fermentación, tal como se conoce en la técnica.

El compuesto que contiene hidroxilo utilizado para preparar los lactil lactatos de alquilo según la presente tecnología puede ser lineal, ramificado, saturado o insaturado, y se puede derivar de materias primas naturales o sintéticas. El grupo alquilo del compuesto que contiene hidroxilo puede incluir preferentemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 22, alternativamente de aproximadamente 6 a aproximadamente 18, alternativamente de aproximadamente 12 a aproximadamente 18, alternativamente de aproximadamente 12 a aproximadamente 14, átomos de carbono. El compuesto que contiene hidroxilo contiene preferentemente, por lo menos, un grupo hidroxilo primario. Preferentemente, según por lo menos una forma de realización de la presente tecnología, el láctido puede reaccionar selectivamente con los grupos hidroxilo primarios de los compuestos que contienen hidroxilo. Preferentemente, los compuestos que contienen hidroxilo no contienen sustancialmente ningún grupo hidroxilo secundario o terciario. Sin pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se ha descubierto sorprendentemente que un alcohol con un hidroxilo secundario o terciario puede dar lugar a un problema de polimerización cuando el láctido reacciona con el compuesto que contiene hidroxilo, por ejemplo, en una relación molar idéntica. Más preferentemente, según algunas formas de realización, los compuestos que contienen hidroxilo son alcoholes grasos primarios, y todavía más preferentemente, alcoholes grasos C12-C14, a fin de evitar dicho problema de polimerización en la preparación de uno o más de los lactil lactatos de alquilo.

También se ha descubierto que los alcoholes grasos, particularmente los alcoholes C12 o C14 o C12/C14, pueden proporcionar lactil lactatos de alquilo que muestran una formación de espuma, una detergencia, una sensación en la piel y/o propiedades físicas (por ejemplo, formación de viscosidad, solubilidad y formulabilidad) mejoradas y deseables para su aplicación, por ejemplo, en productos de cuidado personal, cuidado del hogar y otras aplicaciones de limpieza. Sin pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se cree que los lactil lactatos C12/C14 pueden proporcionar el mejor rendimiento global, por lo menos, para algunas aplicaciones finales (por ejemplo, jabones corporales, champús, etc.). También se cree que un lactil lactato de alquilo preparado a partir de C16 o C16/C18 puede dar lugar a una mejor sensación, pero a menos espuma, por ejemplo. Además, los lactil lactatos C12/C14 son líquidos a temperatura ambiente, mientras que los lactil lactatos C16/C18 son sólidos a esta misma temperatura. Cuando se utilizan alcoholes inferiores, los lactil lactatos de alquilo resultantes todavía pueden proporcionar un buen rendimiento de espumación, pero sus propiedades de formación de viscosidad pueden ser peores que las de los lactil lactatos C12/C14. Entre los ejemplos de alcoholes grasos adecuados se incluyen el alcohol láurico y el alcohol de estearilo.

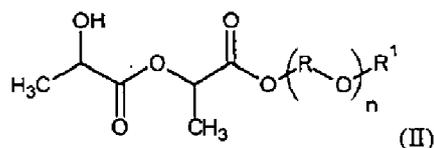
Un objetivo de la presente tecnología consiste en eliminar la utilización de un disolvente en el procedimiento de reacción para preparar lactil lactatos de alquilo para aplicaciones tales como de cuidado personal. Sin embargo, habitualmente, un procedimiento sin disolventes puede resultar difícil de llevar a cabo debido a problemas con la viscosidad o la distribución del producto. En la tecnología descrita en la presente memoria, se ha descubierto sorprendentemente que se puede obtener un producto de reacción con la distribución polimérica de lactil lactato con respecto a lactato deseada o mayor mediante la utilización de un sistema de reacción sin disolvente. El producto de lactil lactato de alquilo preparado mediante el procedimiento a través de láctido según la presente tecnología contiene preferentemente más de aproximadamente el 90%, por lo menos, de un lactil lactato de alquilo y menos de aproximadamente el 10% de lactato o lactatos de alquilo, polímero o polímeros superiores y otras impurezas, con respecto al peso total del producto de reacción.

A título de ejemplo adicional, los compuestos que contienen hidroxilo utilizados según la presente tecnología pueden ser alcoholes alcoxilados, por ejemplo, alcoholes etoxilados, propoxilados o ambos. Los compuestos que contienen hidroxilo se pueden alcoxilar in situ al reaccionar con el láctido. Alternativamente, se pueden utilizar compuestos alcoxilados que contienen hidroxilo formados previamente. Por ejemplo, se pueden utilizar alcoholes láuricos etoxilados para obtener lactil lactatos de laurilo etoxilados (LLL(EO)), que contienen una cantidad específica,

preferentemente comprendida entre aproximadamente 1 y aproximadamente 12 (por ejemplo, 1 mol, 2 moles o 3 moles), de etoxilado (EO) por mol de lactil lactato (por ejemplo, LLL(1EO), LLL(2EO) o LLL(3EO)).

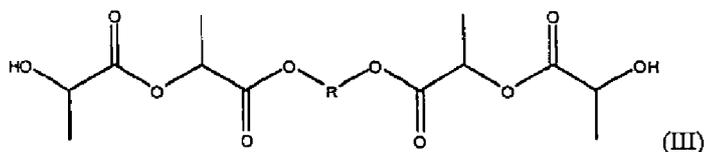
La alcoxilación puede cambiar, entre otras cosas, la polaridad de la molécula de lactil lactato de alquilo, lo que puede hacer que la molécula de lactil lactato resultante sea más soluble en agua y modificar su equilibrio hidrófilo/lipófilo (HLB). También puede afectar al empaquetamiento de un tensioactivo en una micela. Además, la alcoxilación puede afectar a la capacidad de humectación, el punto de turbidez y otras propiedades tensioactivas del lactil lactato de alquilo. Sin pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se cree que la alcoxilación puede permitir la emulsión con agentes activos tensioactivos inferiores o la microemulsión, una mayor nitidez y una mayor estabilidad. El rendimiento de limpieza de un tensioactivo de lactil lactato también se puede ver afectado, y aumenta la capacidad para modular las propiedades del tensioactivo.

Según algunas formas de realización, el lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología se puede representar mediante la siguiente estructura general (II):



Preferentemente, en la estructura general (II), R contiene de aproximadamente dos a aproximadamente seis, más preferentemente de aproximadamente dos a aproximadamente cuatro, de la forma más preferente de aproximadamente dos a aproximadamente tres átomos de carbono; R¹ contiene preferentemente de aproximadamente uno a aproximadamente veintidós, alternativamente, de aproximadamente uno a aproximadamente dieciocho, alternativamente, de aproximadamente seis a aproximadamente dieciocho, alternativamente, de aproximadamente doce a aproximadamente catorce, alternativamente, de aproximadamente uno a aproximadamente seis, átomos de carbono (por ejemplo, cuatro átomos de carbono), y el número de unidades de repetición (n) puede variar preferentemente de aproximadamente 0 a aproximadamente 100. Cuando n es 0, R¹ contiene preferentemente de aproximadamente 12 a aproximadamente 18, alternativamente, de aproximadamente 12 a aproximadamente 14, átomos de carbono. Cuando n no es 0, los lactil lactatos de alquilo contienen, por lo menos, un grupo alcoxilado y, preferentemente, n está comprendido entre aproximadamente uno y aproximadamente doce, alternativamente, entre aproximadamente uno y aproximadamente seis, alternativamente, entre aproximadamente dos y aproximadamente cuatro; preferentemente, R¹ contiene de aproximadamente uno a aproximadamente seis átomos de carbono (por ejemplo, butanol + 1EO, butanol + 2EO, etanol + 2EO, hexanol + 2EO), alternativamente, R¹ contiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 18 átomos de carbono.

En algunas formas de realización, el grupo R de la estructura general (I) o el grupo R¹ de la estructura general (II) anterior se puede derivar de un diol con dos grupos hidroxilo primarios (OH) o un poliol que contiene dos o más OH primarios. En otras formas de realización, el grupo R se puede derivar de dioles o polioles que contienen, por lo menos, un OH primario. Por ejemplo, cuando se utiliza un compuesto que contiene dos grupos hidroxilo primarios (por ejemplo, glicerina o glicerina etoxilada) como molécula puente, el lactil lactato de alquilo, según algunas formas de realización de la presente tecnología, se puede representar mediante la siguiente estructura general (III):



Según algunas formas de realización, el grupo R de la fórmula (III) anterior puede contener preferentemente entre aproximadamente dos y aproximadamente veinticuatro, más preferentemente entre aproximadamente dos y aproximadamente ocho, átomos de carbono, y R puede ser un grupo alquilo o un grupo alquilo alcoxilado. Por ejemplo, el grupo R se puede derivar de glicerina o glicerina etoxilada.

Se pueden utilizar diferentes formas de láctido, tales como L-láctido, D-láctido, meso-láctido, láctido racémico o una mezcla de los mismos para obtener los lactil lactatos de alquilo según la presente tecnología. Son preferentes un L-láctido, un meso-láctido o una mezcla de los mismos. Más preferentemente, el láctido utilizado en la presente tecnología se prepara a partir de ácido láctico o un derivado del mismo obtenido en un proceso de fermentación, tal como un proceso de fermentación de carbohidratos o biofermentación, conocidos en la técnica. Entre los derivados de ácido láctico que se pueden utilizar para obtener láctidos se incluyen, por ejemplo, ésteres de lactato y lactato de amonio obtenidos por fermentación láctica.

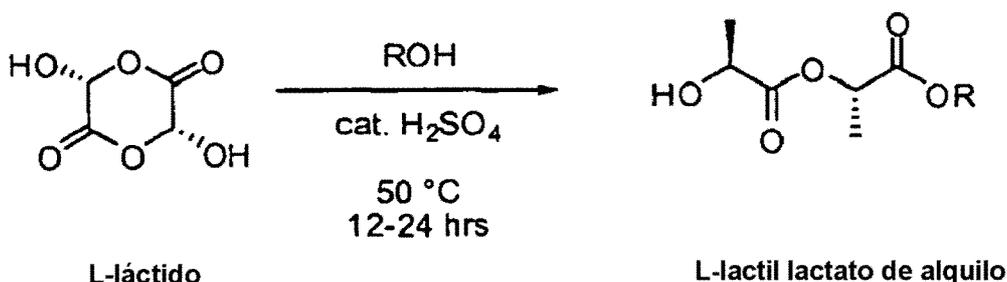
En por lo menos una forma de realización de la presente tecnología, resultan preferentes un L-láctido o una mezcla de L-láctido y meso-láctido para preparar lactil lactatos de alquilo con, por ejemplo, mejores propiedades de

espumación y/o formación de viscosidad. Así, para algunas aplicaciones de cuidado personal, resultan preferentes lactil lactatos preparados a partir de L-láctido o una mezcla de L-láctido y meso-láctido. En otras formas de realización, pueden ser preferentes lactil lactatos de alquilo preparados a partir de meso-láctido. Por ejemplo, para un detergente para ropa de potencia ligera, un detergente para ropa de gran potencia, algunas aplicaciones de pastillas de jabón o algunas aplicaciones de disolventes, se pueden utilizar preferentemente lactil lactatos de alquilo preparados a partir de meso-láctido. El meso-láctido y las mezclas de L-láctido y meso-láctido se presentan normalmente en fase líquida a temperatura ambiente, mientras que el L-láctido, los láctidos racémicos y el D-láctido son sólidos a temperatura ambiente. Sin pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se ha observado que una mezcla de meso-láctido y L-láctido reacciona más rápido que un L-láctido puro en condiciones de reacción idénticas.

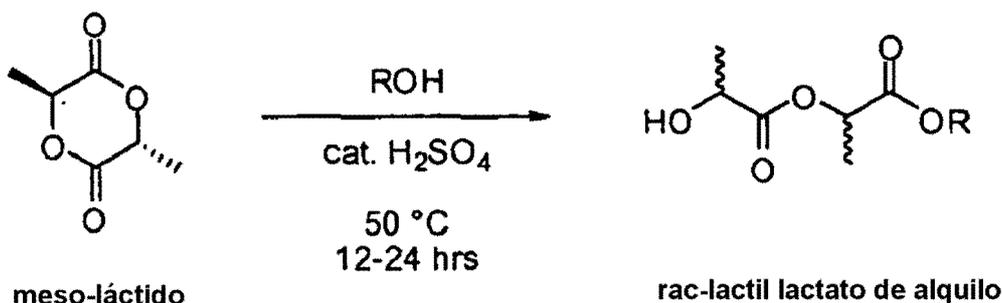
La temperatura de reacción para la preparación de lactil lactatos de alquilo según la presente tecnología puede estar comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 100°C, alternativamente, entre aproximadamente 25°C y aproximadamente 75°C, alternativamente, entre aproximadamente 30°C y aproximadamente 70°C. Según por lo menos algunas formas de realización (por ejemplo, para preparar lactil lactatos de alquilo para aplicaciones de cuidado personal), la temperatura de reacción está comprendida preferentemente entre aproximadamente 40°C y aproximadamente 60°C, alternativamente, entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 60°C, alternativamente, entre aproximadamente 40°C y aproximadamente 50°C.

Se utiliza un catalizador ácido en la reacción del láctido y los compuestos que contienen hidroxilo. Entre los ejemplos de catalizadores ácidos se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, H₂SO₄, HCl, ácido p-toluenosulfónico (pTSA) y ionómeros NAFION® (disponible a través de E.I. du Pont de Nemours and Company). Según por lo menos algunas formas de realización, la cantidad de catalizador necesaria para uno o más procesos según la presente tecnología es aproximadamente del 1,0% en peso o menos, y alternativamente, está comprendida entre aproximadamente el 0,01% en peso y aproximadamente el 0,4% en peso, con respecto al peso de láctido en la mezcla de reacción.

Los lactil lactatos de alquilo preparados a partir de L-láctido son los más preferentes, por lo menos, para algunas formas de realización, particularmente para las aplicaciones de cuidado personal. Para algunas de estas aplicaciones, también se pueden utilizar preferentemente lactil lactatos de alquilo preparados a partir de una mezcla de L-láctido y meso-láctido. Se ha descubierto inesperadamente que los lactil lactatos de alquilo preparados a partir de L-láctido o una mezcla de L-láctido y meso-láctido presentan mejores propiedades de espumación y/o formación de viscosidad que los lactil lactatos de alquilo racémicos preparados a partir de meso-láctido o láctido racémico. Cuando se utiliza una mezcla de L-láctido y meso-láctido, la cantidad de L-láctido en la mezcla puede estar comprendida entre aproximadamente el 50% y aproximadamente el 100%, alternativamente, entre aproximadamente el 0% y aproximadamente el 70%, alternativamente, entre aproximadamente el 15% y el 70%, con respecto al peso total de L-láctido y meso-láctido. El siguiente esquema ilustra un procedimiento según la presente tecnología para preparar L-lactil lactatos de alquilo. En este esquema de ejemplo, el L-láctido reacciona con un alcohol graso C₆₋₁₈ (ROH) a 50°C en presencia de H₂SO₄ como catalizador, durante un periodo comprendido aproximadamente entre 12 y 24 horas, para producir un L-lactil lactato de alquilo.



Otros láctidos, tales como D-láctido, meso-láctido y láctidos racémicos, pueden producir lactil lactatos de alquilo con diferente estereoquímica (estereoisómeros). En por lo menos una forma de realización de la presente tecnología, resultan preferentes los lactil lactatos de alquilo preparados a partir de meso-láctido. En el siguiente esquema de ejemplo, el meso-láctido reacciona con un alcohol graso C₁₂₋₁₈ (ROH) a 50°C en presencia de H₂SO₄ como catalizador, durante un periodo comprendido aproximadamente entre 12 y 24 horas, para producir un L,D/D,L rac-lactil lactato de alquilo. Otra forma de rac-lactil lactato de alquilo (L,L/D,D) se puede obtener haciendo reaccionar láctido racémico con el alcohol graso.



Se ha descubierto que los procedimientos según la presente tecnología pueden reducir o evitar sustancialmente la aparición de subproductos y hacer aumentar de forma inesperada el rendimiento de producción y la pureza del producto de lactil lactato de alquilo que se pretende obtener. Por ejemplo, se ha descubierto que la reacción de un láctido con un compuesto que contiene hidroxilo (por ejemplo, L-láctido con alcohol láurico) según la presente tecnología puede alcanzar preferentemente un rendimiento de aproximadamente el 95% o superior, y la pureza del lactil lactato o lactil lactatos de alquilo en la mezcla de productos sin más purificación puede alcanzar, preferentemente, aproximadamente el 90% o superior, alternativamente, aproximadamente el 95% o superior, con respecto al peso total de la mezcla de productos. La cantidad de subproducto de lactato de alquilo o de alcohol restante es preferentemente menor de aproximadamente el 5% (por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 1% y aproximadamente el 5%) con respecto al peso total de la mezcla de productos.

Según por lo menos una forma de realización de la presente tecnología, se combinan moles equivalentes de láctido, por ejemplo L-láctido sólido, y por lo menos un alcohol graso a una temperatura elevada (por ejemplo, 50°C), con una cantidad catalítica (entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 1% en peso con respecto al peso del láctido) de ácido sulfúrico. La reacción se detiene, por ejemplo, después de un periodo comprendido aproximadamente entre 12 y 24 horas (por ejemplo, de aproximadamente 16 horas), cuando la mezcla se convierte en un líquido homogéneo entre turbio y nítido, preferentemente un líquido homogéneo nítido. Si la mezcla es turbia, se puede calentar a una temperatura elevada (por ejemplo, 50-60°C) durante un período prolongado, a fin de generar el líquido homogéneo nítido preferente. Generalmente, cuanto menor sea la temperatura de reacción, mayor es el tiempo de reacción necesario. La mezcla se puede utilizar en productos de cuidado personal y otras aplicaciones. El ácido sulfúrico residual se puede dejar o eliminarse, por ejemplo, mediante lavado con agua, adsorción sobre alúmina básica o medio de sílice, o mediante la neutralización con una base.

Según por lo menos otra forma de realización de la presente tecnología, se pueden condensar un láctido y un compuesto que contiene hidroxilo con dos o más grupos hidroxilo en una relación molar 1:1 a fin de obtener el lactil lactato de alquilo. El compuesto que contiene hidroxilo puede ser un alcohol graso o un alcohol alcoxilado, y puede ser un poliol o un poliol alcoxilado que contiene dos o más grupos hidroxilo, preferentemente dos o más grupos hidroxilo primarios.

El lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología se puede presentar en diferentes formas en función de los materiales de partida. Por ejemplo, puede ser un lactil lactato quiral preparado por reacción de un láctido quiral (L o D-láctido) con un alcohol, un lactil lactato racémico preparado por reacción de un meso-láctido o un láctido racémico con un alcohol, y una mezcla de lactil lactatos de alquilo preparados por reacción de una mezcla de L-láctido y meso-láctido con un alcohol, utilizando los procedimientos según la presente tecnología. Preferentemente, el alcohol contiene por lo menos un grupo hidroxilo primario. Más preferentemente, el alcohol es un alcohol graso.

Sorprendentemente, se ha puesto de manifiesto que los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología, tales como el lactil lactato de laurilo, son ideales para su utilización como tensioactivos. Preferentemente, los lactil lactatos de alquilo están sustancialmente desprovistos de sal. Preferentemente, un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología tiene una quiralidad específica y puede ser un L-lactil lactato, un D-lactil lactato, un lactil lactato racémico L,D/D,L, un lactil lactato racémico L,L/D,D o una mezcla de los mismos. Según por lo menos algunas formas de realización, un producto de lactil lactato de alquilo preparado mediante los procedimientos a través de láctido según la presente tecnología contiene preferentemente más de aproximadamente el 90% de lactil lactato o lactil lactatos de alquilo y menos de aproximadamente el 10% de lactato o lactatos de alquilo, con respecto al peso total del producto. Sin pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se cree que, en algunas aplicaciones, tales como en productos de limpieza de superficies duras, la incorporación de cierta cantidad de lactato de alquilo en una composición de tensioactivo puede hacer aumentar el rendimiento de la composición mejorando la capacidad de los tensioactivos de empaquetarse formando micelas.

Al menos algunos compuestos de lactil lactato de alquilo preferentes son un líquido nítido e incoloro a temperatura ambiente, están desprovistos de nitrógeno y sal y son 100% activos. Preferentemente, los lactil lactatos de alquilo se pueden formular en aplicaciones de mezcla en frío. Al menos algunos lactil lactatos de alquilo pueden proporcionar

un rendimiento mejorado (por ejemplo, una mejor sensación en la piel, o mejor desprendimiento de la piel muerta, una mejor espumación, mejores propiedades de formación de viscosidad, etc.), una mejor estructura de costes (por ejemplo, mediante la reducción de la cantidad de principios activos), y/o una mayor estabilidad. Además, por lo menos algunos de los lactil lactatos de alquilo son tanto o más suaves que los tensioactivos secundarios convencionales, tales como etersulfato de alquilo, betaínas, anfoacetatos, amidas o sulfosuccinatos. Los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología también se pueden utilizar como emulsionantes o agentes de mejora de la sensación en la piel. En los productos de limpieza del hogar, limpieza industrial y limpieza de equipamientos, por lo menos algunos de los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología pueden proporcionar propiedades mejoradas gracias a sus propiedades tensioactivas, tal como se ha descrito anteriormente. Además, también pueden mejorar, por ejemplo, la humectación u otras modificaciones de superficie, y ayudar en la emulsión o dispersión de suciedad/partículas u otros ingredientes de formulación.

Al menos algunos lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se pueden utilizar como modificadores reológicos para aumentar o reducir la viscosidad de una composición según se desee. Se ha puesto de manifiesto que se pueden alcanzar valores comparables de viscosidad de un sistema tensioactivo con cantidades significativamente menores de electrolitos (por ejemplo, NaCl) mediante la incorporación al sistema tensioactivo de por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología. Por otra parte, también se ha puesto de manifiesto que, mediante la incorporación a un suavizante de ropa de por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología, se puede reducir significativamente la viscosidad de dicha composición suavizante.

Entre los ejemplos de productos de cuidado personal y otras aplicaciones que pueden contener lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos:

- Productos de limpieza personal (por ejemplo, pastillas de jabón, baño de burbujas, champús, jabones corporales, limpiadores faciales, jabones de manos, geles de ducha, toallitas, productos de limpieza para bebés, etc.);
- Cremas/lociones (tales como lociones con protección solar, cremas antienvjecimiento (AHA, BHA), lociones aclarantes de la piel, lociones antimanchas, lociones con antioxidantes, lociones de bronceado, etc.);
- Productos cosméticos (tales como maquillaje, rímel, pintalabios, etc.);
- Productos de tratamiento capilar (tales como acondicionadores, lacas, geles, etc.);
- Productos de limpieza del hogar o industrial (detergentes para lavavajillas, detergentes para ropa, detergentes de gran potencia, detergentes de potencia ligera, suavizantes de ropa, tratamientos antimanchas, productos de limpieza de superficies duras, desengrasantes y/o desinfectantes, tales como los que se utilizan en la cocina para encimeras, electrodomésticos, suelos y paredes, y productos para el baño y desinfectantes, tales como los utilizados para inodoros, bañeras, duchas, suelos y paredes, pulimentos, etc.);
- Antitranspirantes/desodorantes (sólidos, de bola, etc.); y
- Aceites de baño y brillo capilar.

Un producto de limpieza personal o del hogar, tal como un champú, una pastilla de jabón o un limpiador de superficies duras, contiene preferentemente entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 30%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 20%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 2%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 0,5%, del lactil lactato de alquilo, con respecto al peso total del producto. Un detergente líquido para platos o un detergente de ropa contienen preferentemente entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 40%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 30%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 25%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 20%, alternativamente, entre aproximadamente el 1% y aproximadamente el 25%, alternativamente, entre aproximadamente el 3% y aproximadamente el 20%, del lactil lactato de alquilo, con respecto al peso total del producto.

Una crema/loción contiene preferentemente entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 75%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 60%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 50%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 40%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 30%, del lactil lactato de alquilo, con respecto al peso total del producto.

Un aceite de baño o un brillo capilar contienen preferentemente entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 100%, alternativamente, entre aproximadamente el 1% y aproximadamente el 80% en peso de, por lo menos, un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología.

Un producto de tratamiento capilar, tal como un acondicionador, un gel o una laca, contiene preferentemente entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 35%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 25%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 15%, de por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología con respecto al peso total del producto.

Preferentemente, un antitranspirante sólido contiene preferentemente entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 80%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 50%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 35%, de por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología con respecto al peso total del producto.

En cambio, preferentemente, un antitranspirante de bola contiene preferentemente entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 20%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 5%, de por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología con respecto al peso total del producto.

Una composición de limpieza que comprende el lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología contiene preferentemente, además, por lo menos uno o más tensioactivos orgánicos o inorgánicos adicionales, tales como tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros o zwitteriónicos, derivados de los mismos o mezclas de los mismos. Estos tensioactivos se conocen en la técnica y se describen, por ejemplo, en la patente US nº 3.929.678 (Laughlin y otros). Entre los ejemplos de tensioactivos catiónicos útiles se incluyen también los descritos en la patente US nº 4.295.217 (Murphy) y nº 4.222.905 (Cockrell). Según algunas formas de realización, el uno o más tensioactivos adicionales presentes en una composición de limpieza pueden representar entre aproximadamente el 1% y aproximadamente el 95%, alternativamente, entre aproximadamente el 2% y aproximadamente el 70%, alternativamente, entre aproximadamente el 2% y aproximadamente el 30%, alternativamente, entre aproximadamente el 3% y aproximadamente el 10% en peso de la composición de limpieza.

Entre los ejemplos de tensioactivos no iónicos habituales para su utilización en la presente tecnología se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, etoxilados de alquilfenol, alcoxilados de alcohol C8-18 EO 2-12, óxidos de alquildimetilamina o alquilamidopropildimetilamina, alcanolamidas de tipo MEA o DEA, poliglicósidos de alquilo, alcanolamidas etoxiladas y mezclas de los mismos. Para las composiciones de lavado de ropa y de superficies duras, resultan preferentes, por ejemplo, los alcoxilados de alcoholes y los óxidos de amina.

Entre los ejemplos de tensioactivos aniónicos se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, sulfatos de alcohol, alcoxisulfatos de alcohol, sulfonatos de alquilbenceno, alfa-olefinas sulfonadas, ésteres metílicos o etílicos alfa-sulfonados de ácidos grasos C8 a C8 (mono y/o disales), sulfosuccinatos y mezclas de los mismos. Preferentemente, los grupos alquilo de los tensioactivos aniónicos tienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 18 átomos de carbono. Los contraiones de los tensioactivos aniónicos pueden ser, por ejemplo, sodio, potasio, trietanolamina, monoetanolamina, amonio, magnesio, etc. Para detergentes de ropa y detergentes líquidos de platos, entre los tensioactivos aniónicos preferentes se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, sulfonatos de alquilbenceno, sulfato de alquilo etoxilado y ésteres metílicos alfa-sulfonados C12-18. Para composiciones de limpieza de superficies duras, entre los tensioactivos aniónicos preferentes se incluyen, por ejemplo, sulfonatos de alquilbenceno, sulfatos de alcohol y sulfatos de alquilo etoxilados.

Entre los ejemplos de tensioactivos anfóteros se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, sultainas, betainas, alquildimetilbetainas o alquilamidopropildimetilbetainas, óxidos de alquildimetilamina o alquilamidopropildimetilamina, alquil anfo (mono o di)acetatos de monosodio o disodio; propionatos, sarcosinatos y mezclas de los mismos. Para detergentes líquidos para platos, entre los tensioactivos anfóteros preferentes se incluyen, por ejemplo, betainas y óxidos de amina. Para detergentes para la ropa y composiciones para la limpieza de superficies duras, entre los tensioactivos anfóteros preferentes se incluyen, por ejemplo, los óxidos de amina.

Entre los ejemplos de compuestos de amonio cuaternario (quats) que se pueden utilizar en combinación con los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, cloruros de dialquildimetilamonio, cloruros de alquildimetilbencil/etilbencilamonio, cloruros de alquildimetilbencilamonio y mezclas de los mismos. Cuando los productos que contienen los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología son desinfectantes o esterilizantes para superficies duras, los compuestos de amonio cuaternario son preferentemente productos antimicrobianos registrados y deben utilizarse en una cantidad eficaz para eliminar los microorganismos que se pretende eliminar.

Los tensioactivos aniónicos y zwitteriónicos son los tensioactivos preferentes para su utilización en combinación con los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología para composiciones de limpieza debido a su capacidad para proporcionar espuma y eliminar la suciedad en partículas de la piel y del cabello sin provocar sequedad o irritación. Entre los tensioactivos aniónicos útiles se incluyen específicamente los descritos en la patente US nº 3.929.678 (Laughlin y otros) y los descritos en la patente US nº 4.199.483 (Jones).

5 Cuando se utiliza un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología como cotensioactivo en una composición líquida limpiadora para el cuidado personal según, por lo menos, una forma de realización, dicha composición comprende preferentemente entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 95%;
10 aproximadamente el 1% y aproximadamente el 70%, alternativamente, entre aproximadamente el 1% a aproximadamente 30%, alternativamente, entre aproximadamente el 1% y aproximadamente el 10%, alternativamente, entre aproximadamente el 1% y aproximadamente el 5%, de otros tensioactivos; y entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 15%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 5%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 2%, de por lo menos un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología. Se
15 pueden utilizar las concentraciones muy bajas de los intervalos inferiores, por ejemplo, cuando se utilizan frascos con dispensador de espuma de mano como sistema de envasado. Los expertos en la materia saben que los frascos con dispensador de espuma de mano son sistemas de envasado muy eficientes que pueden proporcionar una espuma excelente con concentraciones muy bajas de tensioactivo. Con estos sistemas dispensadores, se pueden reducir los costes de producción.

20 Los expertos en la materia conocen ejemplos de sistemas detergentes preferentes para los productos de limpieza para el cuidado personal, entre los que se pueden incluir combinaciones de tensioactivos aniónicos y cotensioactivos zwitteriónicos. La patente US nº 5.705.147 (Shapiro y otros) da a conocer una descripción detallada de este tipo de tensioactivos utilizados para preparar productos de limpieza para el cuidado personal. Los lactil lactatos de alquilo preparados según la tecnología descrita en la presente memoria, cuando se incorporan a formulaciones que contienen mezclas de los tensioactivos descritos en la patente US nº 5.705.147 (Shapiro y otros), por ejemplo,
25 pueden proporcionar una mejora de las características organolépticas de viscosidad, fluidez y estabilidad de la espuma. Una breve lista de tensioactivos típicos para detergentes para el cuidado personal incluye sulfatos y sulfonatos de alquilo y arilo, alquil y aril éter sulfatos o derivados de compuestos alifáticos de amonio cuaternario, conocidos en la técnica con el nombre de betaínas.

30 Una composición detergente que comprende el lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología contiene preferentemente entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 5% de principios activos de, por lo menos, un lactil lactato de alquilo, con respecto al peso total de la formulación.

35 Por ejemplo, una formulación líquida detergente de gran potencia o de potencia ligera contiene preferentemente lactil lactato de laurilo (L3), disponible a través de Stepan Company, Northfield, Illinois, Estados Unidos, con el nombre comercial STEPAN-MILD® L3, como cotensioactivo junto con tensioactivos aniónicos. En estas aplicaciones, el lactil lactato o lactil lactatos de laurilo pueden estar presentes en una cantidad, por ejemplo, del 1,5% de principios activos para una formulación de gran potencia sin enzima; y en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre el 3% y el 1,5% para una formulación para ropa de potencia ligera o de lavado de platos a mano, con respecto al peso total de la formulación. Entre los ejemplos de tensioactivos aniónicos adecuados para su
40 utilización en dichas formulaciones se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, dodecilsulfonato, lauriléter sulfato de sodio (3 EO), lauriléter sulfato de sodio (2 EO) y metil-2-sulfopalmitato de sodio/2-sulfopalmitato de disodio.

45 Como ejemplo adicional, el lactil lactato de laurilo se puede utilizar como tensioactivo secundario en formulaciones de detergente ultra para platos en una cantidad menor de aproximadamente el 0,5% de principios activos con respecto a la formulación total, tal como, por ejemplo, de aproximadamente el 0,1% de principios activos con respecto a la formulación total. Estos intervalos son apropiados cuando el lactil lactato de laurilo es el único tensioactivo secundario de la formulación, así como en aplicaciones en las que se incorpora lactil lactato de laurilo en conjunción con tensioactivos secundarios adicionales. En cambio, las formulaciones convencionales de detergentes ultra para platos contienen habitualmente uno o más tensioactivos secundarios en una cantidad
50 comprendida entre aproximadamente el 0,5% de principios activos y aproximadamente el 3,5% de principios activos con respecto al peso total de la formulación.

55 Los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se pueden utilizar como cotensioactivos en composiciones que comprenden diferentes tensioactivos primarios, tales como sulfatos de alquilo, alquil éter sulfatos, sulfonatos de olefina, ácidos alquilbencenosulfónicos, sulfonatos de alquilbenceno y sales de metales alcalinos, metales alcalinotérreos, amina y amonio. Entre los ejemplos de tensioactivos primarios se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, laurilsulfato de sodio (SLS), lauriléter sulfato de sodio (SLES), cocosulfato de sodio, lauril glucosa carboxilato de sodio, lauril glucósido de sodio, lauriléter sulfato de amonio, laurilsulfato de trietanolamina, carboxilato de polideciliglucósido, derivados de los mismos y combinaciones de los mismos. Los lactil
60 lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se pueden utilizar como sustitutos de tensioactivos secundarios convencionales o nuevos, tales como amidas, betaínas, sultainas y poliglucósidos de alquilo, o en combinación con los mismos. Entre los ejemplos de tensioactivos secundarios que pueden ser sustituidos o complementados por los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, cocamidopropilbetaína, lactilatos de acilo, tales como lauroilactilato de sodio, anfoacetatos, tales como cocoanfoacetato de sodio, sulfosuccinatos, tales como di(2-etilhexil)sulfosuccinato de sodio,
65

laurilglucósido, cocoilglutamato de sodio, amidas basadas en monoetanol y dietanol, tales como monoetanolamida de cocamida, derivados de los mismos y combinaciones de los mismos.

5 Sorprendentemente, se ha puesto de manifiesto que una mezcla de tensioactivos que comprende un lactil lactato de alquilo o una mezcla de lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología (por ejemplo, lactil lactato de laurilo) tiene una concentración micelar crítica (CMC) significativamente inferior que las que no contienen lactil lactato de alquilo. Por ejemplo, algunas composiciones que comprenden lactil lactatos de alquilo han mostrado una reducción en la concentración micelar crítica comprendida entre aproximadamente el 5% y aproximadamente el 99%, alternativamente, entre aproximadamente el 30% y aproximadamente el 99%, alternativamente, entre 10 aproximadamente el 85% y aproximadamente el 99%, en comparación con una solución de tensioactivos comparativa sin el lactil lactato de alquilo. Una solución de tensioactivos comparativa puede ser una composición que contiene sustancialmente la misma concentración de los mismos principios activos tensioactivos que la composición en estudio, pero que no contiene lactil lactatos de alquilo. Así, sin pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se cree que por lo menos algunos de los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente 15 tecnología pueden mejorar la detergencia y potencialmente mejorar la suavidad de los tensioactivos primarios.

Habitualmente, los tensioactivos tienen tendencia a ocupar espacio en la interfase aire/agua o líquido/líquido. Cada molécula de tensioactivo ocupa una determinada superficie, que está dominada por la estructura molecular de un tensioactivo. En el caso de una mezcla de tensioactivos, la superficie por molécula (área/molécula) no sólo depende 20 de la estructura molecular de cada molécula de tensioactivo individual, sino también de hasta qué punto las mismas están dispuestas de forma diferente e interactúan entre sí. Cuando las interacciones entre las moléculas reducen las fuerzas totales de repulsión, cada molécula de tensioactivo puede ocupar un área menor en la interfase. Este fenómeno se denomina "reducción del área/molécula".

25 Sorprendentemente, se ha puesto de manifiesto que por lo menos algunos lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología (por ejemplo, el lactil lactato de laurilo) pueden mejorar el empaquetamiento molecular del tensioactivo primario en la interfase aire/agua y reducir el área/molécula en una mezcla de tensioactivos. Por ejemplo, algunas composiciones que comprenden los lactil lactatos de alquilo han mostrado una reducción del área por molécula comprendida entre aproximadamente el 2% y aproximadamente el 80%, alternativamente, entre 30 aproximadamente el 10% y aproximadamente el 60% (por ejemplo, del 35% o el 45%), en comparación con una solución comparativa de tensioactivo sin presencia del lactil lactato de alquilo.

Además, se ha descubierto inesperadamente que un sistema tensioactivo que contiene un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología y un tensioactivo primario (por ejemplo, SLES-2) puede saturar más 35 rápidamente la interfase aire/agua y tener una tensión superficial dinámica menor (para la misma cantidad utilizada) que un sistema tensioactivo convencional que contiene, por ejemplo, una betaina o una amida y SLES-2. Por consiguiente, sin pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se cree que por lo menos algunos de los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología pueden mejorar potencialmente la espuma instantánea y el volumen de espuma de un sistema tensioactivo. También se ha descubierto inesperadamente que los lactil 40 lactatos preparados a partir de L-láctido o mezclas de L-láctido y meso-láctido pueden producir espuma mejor que los rac-lactil lactatos.

Una composición que comprende un lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología y un 45 tensioactivo primario en un sistema acuoso puede comprender además un tampón para mejorar la estabilidad de la composición a temperatura elevada. Se puede utilizar cualquier tensioactivo primario y cualquier agente de tamponamiento adecuados para productos de cuidado personal, de limpieza del hogar o de limpieza industrial o de equipamientos. Entre los ejemplos de sistemas tampón se incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, un tampón de ácido cítrico/citrato de sodio, un tampón de ácido láctico/lactato de amonio o una combinación de los mismos. Sin 50 pretender limitarse a ninguna teoría en particular, se ha observado que la estabilidad a temperatura elevada de la composición se puede aumentar significativamente utilizando un tampón. Para aplicaciones de limpieza, cada sistema tensioactivo puede tener un sistema tampón diferente con una concentración diferente. La cantidad adecuada de tampón necesario se puede determinar por medio de pruebas conocidas por el experto en la materia, y depende de la cantidad de lactil lactato y otros principios activos utilizados en la formulación. En general, la cantidad de tampón puede estar comprendida entre aproximadamente el 0% y aproximadamente el 1%, alternativamente, 55 entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 0,75%, alternativamente, entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 0,5%, con respecto al peso de la formulación

Además de en sistemas acuosos, los lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología también se 60 pueden formular como sólido, gel u otras formas de productos para el cuidado personal u otras aplicaciones. Por ejemplo, los lactil lactatos de alquilo se pueden incorporar a pastillas de jabón como cotensioactivos. En comparación con los tensioactivos secundarios convencionales para pastillas de jabón, tales como cocamidopropilbetaína y monoetanolamida de cocamida, por lo menos algunos lactil lactatos de alquilo (por ejemplo, lactil lactato de laurilo (L3), disponible a través de Stepan Company con el nombre comercial STEPAN-MILD® L3) pueden presentar un mayor rendimiento de formación de espuma y una mejora de gran parte de las características de sensación en la piel. Se ha puesto de manifiesto que por lo menos algunos lactil lactatos de alquilo preparados 65 según la presente tecnología (por ejemplo, lactil lactatos de alquilo preparados a partir de L-láctido o una mezcla de

L-láctido y meso-láctido) pueden mejorar la plasticidad de las pastillas de jabón durante el procesamiento, lo que indica un impacto positivo sobre el agrietamiento, el corte o el desprendimiento de las pastillas sin afectar a la facilidad de aclarado ni a las propiedades de sensación en húmedo.

- 5 Preferentemente, una pastilla de jabón comprende (1) entre aproximadamente el 0,01 y aproximadamente el 30% de lactil lactato de alquilo preparado según la presente tecnología, (2) entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 50% de un tensioactivo sintético, (3) entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 30% de por lo menos un éster de alquilo alfa-sulfonado, por lo menos un ácido graso sulfonado, o una mezcla de los mismos, (4) entre aproximadamente el 30% y aproximadamente el 95% de un jabón C6-C22, (5) entre aproximadamente el 0,5% y aproximadamente el 30% de un ácido graso C6-C22, (6) entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 5% de un electrolito, (7) entre aproximadamente el 0,5% y aproximadamente el 15% de un polialcohol, y (8) entre aproximadamente el 3% y aproximadamente el 22% de agua, estando expresados todos los porcentajes con respecto al peso total de la pastilla de jabón.
- 10
- 15 Alternativamente, la pastilla de jabón puede comprender: (1) entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10% de lactil lactato de alquilo, (2) entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 20% de un tensioactivo sintético, (3) entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 15% de por lo menos un éster de alquilo alfa-sulfonado, por lo menos un ácido graso sulfonado, o una mezcla de los mismos, (4) entre aproximadamente el 30% y aproximadamente el 95% de un jabón C6-C22, (5) entre aproximadamente el 0,5% y aproximadamente el 10% de un ácido graso C6-C22, (6) entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 3% de un electrolito, (7) entre aproximadamente el 0,5% y aproximadamente el 10% de un polialcohol, y (8) entre aproximadamente el 3% y aproximadamente el 22% de agua, estando expresados todos los porcentajes con respecto al peso total de la pastilla de jabón.
- 20
- 25 Alternativamente, la pastilla de jabón puede comprender: (1) entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 5% de lactil lactato de alquilo, (2) entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 10% de un tensioactivo sintético, (3) entre aproximadamente el 0 y aproximadamente el 10% de por lo menos un éster de alquilo alfa-sulfonado, por lo menos un ácido graso sulfonado, o una mezcla de los mismos, (4) entre aproximadamente el 30% y aproximadamente el 95% de un jabón C6-C22, (5) entre aproximadamente el 0,5% y aproximadamente el 5% de un ácido graso C6-C22, (6) entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 2% de un electrolito, (7) entre aproximadamente el 0,5% y aproximadamente el 6% de un polialcohol, y (8) entre aproximadamente el 3% y aproximadamente el 22% de agua, estando expresados todos los porcentajes con respecto al peso total de la pastilla de jabón.
- 30
- 35 Según por lo menos otra forma de realización, el uno o más lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se pueden incluir en un concentrado limpiador multiuso en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10%, alternativamente, comprendida entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 5% de principios activos con respecto al peso total del concentrado.
- 40
- 45 Según por lo menos otra forma de realización, el uno o más lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología se pueden incluir en un producto de limpieza listo para utilizar en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10%, alternativamente, comprendida entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 5% de principios activos con respecto al peso total de dicho producto de limpieza.
- 50
- Uno o más lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología también se pueden incluir en un limpiador de cristales en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 2% de principios activos con respecto al peso total de dicho limpiador.
- 55
- Además, uno o más lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología también se pueden incluir en un limpiador de baños en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10% de principios activos con respecto al peso total de dicho limpiador.
- 60
- Además, uno o más lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología también se pueden incluir en un limpiador líquido abrasivo en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 10% de principios activos con respecto al peso total de dicho limpiador.
- 65
- Uno o más lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología también se pueden incluir en un detergente para platos en polvo o en forma de gel en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 0,01% y aproximadamente el 5% de principios activos con respecto al peso total de dicho limpiador.
- Uno o más lactil lactatos de alquilo preparados según la presente tecnología también se pueden añadir a un quitamanchas de alfombras en una cantidad, por ejemplo, comprendida entre aproximadamente el 0,1% y aproximadamente el 8% de principios activos con respecto al peso total de dicho limpiador.

ES 2 395 676 T3

En la presente solicitud se pueden encontrar las siguientes abreviaturas, particularmente en los ejemplos:

5	SLES-2 o CS-230:	Lauriléter sulfato de sodio 2 moles, disponible a través de Stepan Company como STEOL® CS-230 (26% de lauriléter sulfato de sodio activo)
	LMDO:	Óxido de lauramidopropilamina/miristamidopropilamina, disponibles a través de Stepan Company como AMMONYX® LMDO (33% activo)
10	HCG o CAPB:	cocamidopropilbetaína, disponible a través de Stepan Company como AMPHOSOL® HCG (31% activo)
	LL:	Lactil lactato
15	LL C12 o LLL o L3:	Lactil lactato de laurilo, disponible a través de Stepan Company con el nombre comercial STEPAN-MILD® L3 (100% activo)
	LL C18 o SLL:	Lactil lactato de estearilo
20	L2:	Lactato de laurilo
	NEODOL 25:	Alcohol graso C12-15 (disponible a través de Shell Oil Company con el nombre comercial NEODOL® 25)
25	NEODOL 45:	Alcohol graso C14-15 (disponible a través de Shell Oil Company con el nombre comercial NEODOL® 45)
	NEODOL 67:	Alcohol graso C16-17 (disponible a través de Shell Oil Company con el nombre comercial NEODOL® 67)
30	BRIJ 78:	Éter de estearilo de polioxietileno (20) (disponible a través de ICI Americas, Incorporated, con el nombre comercial BRIJ 78)
	IPP:	Palmitato de isopropilo, disponible a través de HallStar Company, Chicago, Illinois
35	GMS:	Monoestearato de glicerol, disponible a través de HallStar como HALLSTAR® GMS PURE (100% activo)
	Alcohol cetílico:	Alcohol cetílico, también conocido como alcohol de palmitilo,
40	NaCl:	Cloruro de sodio
	CMC:	Concentración micelar crítica
45	COMF:	Monoetanolamida de cocamida (cocamida MEA), disponible a través de Stepan Company como NINOL® COMF (100% activo)
	SLS:	Laurilsulfato de sodio, disponible a través de Stepan Company como STEPANOL® WAExtra (29% activo)
50	DCFAS o SCS:	Cocosulfato de sodio, disponible a través de Stepan Company como STEPANOL® DCFAS (100% activo)
	SLL-FB:	Lauroilactilato de sodio, disponible a través de Stepan Company como Stepan® SLL-FB
55	CS-370:	Lauriléter sulfato de sodio, 3 EO, disponible a través de Stepan Company como STEOL® CS-370 (70% activo)
	CS-270:	Lauriléter sulfato de sodio, 2 EO, disponible a través de Stepan Company como STEOL® CS-270 (70% activo)
60	MES 16:	Metil-2-sulfopalmitato de sodio/2-sulfopalmitato de disodio, disponible a través de Stepan Company

65 A continuación, se pondrán más claramente de manifiesto la presente tecnología y sus ventajas haciendo referencia a los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Método de ensayo de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal

5 El método utilizado en los ejemplos de la presente solicitud para medir las respuestas de la viscosidad a la concentración de sal de las composiciones se puede describir del siguiente modo:

1. Se prepara una composición de tensioactivo conveniente y se ajusta el pH a un valor comprendido entre aproximadamente 5 y aproximadamente 6.

10 2. La composición de muestra se introduce en una serie de frascos en una cantidad de aproximadamente 100 gramos de solución.

15 3. Se añaden diferentes cantidades de cloruro de sodio seco a las soluciones. Las soluciones se mezclan bien hasta que la sal se ha disuelto completamente.

4. Las muestras se centrifugan o se someten a sonicación y se equilibran a 25°C.

20 5. La viscosidad de la muestra se mide con un viscosímetro Brookfield Helipath Stand (Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Middleboro, MA) con un husillo del 4 a una velocidad de 20.

Método de ensayo de agitación de espuma

25 El método utilizado en los ejemplos de la presente solicitud para medir el comportamiento de la espuma de las composiciones se puede describir del modo siguiente:

1. Se prepara una solución de muestra al 0,2% de activos en agua corriente a 25°C. Si se desconoce la cantidad de principios activos, se prepara una solución al 0,2% de sólidos.

30 2. Se introducen 100,0 g +/- 0,01 g de la solución de muestra al 0,2% en una probeta graduada de 500 ml. La espuma inicial se mantiene a un nivel mínimo.

3. Se introducen 2,0 g +/- 0,01 g de aceite de ricino en la probeta graduada y la misma se cubre con un tapón.

35 4. La probeta graduada se coloca en la máquina de agitación de espuma y las abrazaderas se fijan en el tapón de goma.

5. La máquina de agitación de espuma se programa para que dé 10 veces la vuelta a la probeta.

40 6. Se deja sedimentar la espuma durante 15 segundos. Se toma una lectura de la altura total de la espuma, incluyendo la base de 100 ml de solución.

45 7. Tras 5 minutos, se realiza una nueva lectura y se anota la altura de la espuma, tal como se ha hecho en la etapa 6.

Método de ensayo de sensación en la piel

El método de ensayo de sensación en la piel también se puede denominar método de ensayo de lavado de manos. En los ejemplos, se utilizó un método de ensayo *in vivo* mediante grupo de evaluadores humanos a fin de evaluar las formulaciones de jabón corporal. Según este método, las pruebas de lavado de manos se llevan a cabo utilizando agua corriente tibia (entre aproximadamente 35°C [95°F] y 40,6°C [105°F], o aproximadamente 35°C) con una dureza, por ejemplo, de aproximadamente 150 ppm (1,8/1 Ca:Mg). En el ensayo, si el producto de ensayo era una composición de jabón corporal líquido, se proporcionó 1 ml del mismo a la palma húmeda de un evaluador. Los evaluadores se lavaron las manos provocando la formación de espuma del producto durante 30 segundos, seguido de un aclarado de 15 segundos. Si el producto de ensayo era una pastilla de jabón, los evaluadores se mojaron las manos en agua; se prelavaron las manos dando 5 medias vueltas a la pastilla de jabón entre las palmas de las manos; se frotaron las manos durante 25 segundos para producir espuma; y a continuación se las enjuagaron durante 15 segundos. El procedimiento de lavado se repitió otra vez. La espuma se recogió en un vaso de precipitados graduado y se midió. Los evaluadores se enjuagaron las manos en agua corriente durante 15 segundos y se las secaron con toallitas de papel. A continuación, puntuaron para los productos de ensayo las propiedades de facilidad de aplicación, etapa húmeda y etapa seca (sensación en la piel) en una escala del 1 al 5, siendo 1 el peor valor y 5 el mejor.

65 El método de ensayo *in vivo* mediante grupo de evaluadores humanos también se puede utilizar para evaluar en las formulaciones de jabón corporal una amplia gama de aplicaciones, propiedades de limpieza y sensación en la piel. Se seleccionaron evaluadores con una piel de los tipos normal, seca y húmeda para cada ensayo, determinada

mediante un medidor de humedad NOVA disponible comercialmente a través de Nova Instruments, Incorporated. Una lectura menor de 100 en NOVA representa una piel seca; una lectura de 110-130 representa una piel normal; y una lectura de 130 o superior representa una piel húmeda. Se pidió a los evaluadores que evaluaran las formulaciones experimentales y de control mediante el procedimiento descrito anteriormente. Por ejemplo, en algunos experimentos se utilizó como control un sistema compuesto por lauriléter sulfato de sodio 2 moles (SLES-2 o CS-230) al 12% y cocoamidopropilbetaina (CAPB/HCG) al 3% (que se considera el sistema tensioactivo más utilizado en jabones corporales). Las formulaciones experimentales evaluadas pueden contener diferentes cantidades de sustancias activas tensioactivas (por ejemplo, un 12%, un 13%, un 14% o un 15% en peso de sustancias activas) y pueden contener diferentes relaciones de tensioactivo primario con respecto a tensioactivo secundario (por ejemplo, 4:1 o 14:1). Se elaboró un cuestionario para registrar las respuestas de los evaluadores durante la aplicación del jabón corporal y después de la misma.

Según dicho cuestionario, el evaluador primero tenía que registrar la temperatura y la humedad del entorno y su tipo de piel según NOVA. A continuación, tenía que responder a las 14 preguntas siguientes:

1. Facilidad de aplicación: 1 = difícil; 5 = fácil;
2. Espuma instantánea/generación: 1 = difícil; 5 = fácil;
3. Tamaño de burbuja: 1 = rica, cremosa; 5 = ligera, suelta;
4. Volumen de espuma: 1 = prácticamente nada; 5 = cantidad abundante;
5. Sensación transmitida por la espuma: 1 = nada lubricante; 5 = muy lubricante;
6. Impresión general: 1 = mala; 5 = buena;
7. Facilidad de aclarado: 1 = se aclara mal; 5 = se aclara fácil y rápidamente;
8. Sensación en húmedo: 1 = absolutamente limpio, 5 = limpio o considerablemente limpio;
9. Pegajosidad durante el secado: 1 = pegajoso, viscoso; 5 = no viscoso ni pegajoso;
10. Tirantez de la piel en seco: 1 = muy tensa; 5 = no tensa;
11. Hidratación de la piel: 1 = muy seca; 5 = no seca;
12. Suavidad de la piel: 1 = rugosa; 5 = muy suave;
13. Primera impresión general: 1 = mala; 5 = buena
14. Impresión general al cabo de 2-3 minutos: 1 = mala; 5 = buena

Se registraron los datos de la evaluación de los evaluadores. Además de la información básica de los evaluadores, el cuestionario se estructuró con el fin de captar las respuestas de los mismos relacionadas con la aplicación del producto, la etapa húmeda y la etapa seca. Se pidió a los evaluadores que puntuaran el comportamiento de la muestra/formulación de ensayo experimental y el control con respecto a cada una de las características indicadas, siendo 1 la peor puntuación y 5 la mejor. Tal como se ha mencionado anteriormente, se pueden utilizar formulaciones con diversas concentraciones totales de tensioactivos activos (por ejemplo, el 15% de principios activos) que comprenden diferentes relaciones de tensioactivos primarios con respecto a tensioactivos secundarios (por ejemplo, una relación 4:1). El pH de la formulación se ajustó a un valor comprendido entre aproximadamente 5 y aproximadamente 6 utilizando ácido cítrico o hidróxido de sodio. Todas las formulaciones experimentales se compararon con un control de lauriléter sulfato de sodio 2 moles/cocamidopropilbetaina (CS-230/HCG) u otra muestra de control. Se calculó la diferencia de puntuación entre la muestra experimental y el control para cada propiedad. Se obtuvo la puntuación media de los evaluadores para determinar el rendimiento direccional comparativo entre la muestra experimental y un control. Si la diferencia global de puntuación entre la muestra experimental y el control es positiva, la muestra experimental se comporta direccionalmente mejor que el control. Si la diferencia global de puntuación entre el jabón corporal experimental y el control es cero, la conclusión es que la formulación de la muestra experimental se comporta igual que el control. Si la diferencia entre la muestra experimental y el control es negativa, la conclusión es que la muestra experimental tiene un rendimiento inferior al control.

Ejemplo 1: Preparación de lactil lactato de laurilo a temperatura ambiente

Se introdujo alcohol láurico (19,2 g, 0,10 mol, LOROL® C 12/98, Cognis) en un matraz con burbujeo de nitrógeno. Se añadió L-láctido (14,4 g, 0,10 mol, Aldrich) sólido y se agitó la mezcla. Se añadió una gota de ácido sulfúrico y la

suspensión se agitó a temperatura ambiente durante 3 días, tras lo cual se obtuvo un líquido nítido. El análisis por RMN puso de manifiesto la conversión completa del láctido. El producto resultante era lactil lactato de laurilo (LLL o LL C12), que es una mezcla de lactil lactatos C12-C14.

5 **Ejemplo 2: Preparación de lactil lactato C12-C18 a temperatura elevada**

Se introdujo un alcohol C12-C18 (20,8 g, 0,10 mol, LOROL® Technisch, Cognis) en un matraz con burbujeo de nitrógeno. Se añadió L-láctido (14,4 g, 0,10 mol, Aldrich) sólido y se agitó la mezcla. Se añadió una gota de ácido sulfúrico y la suspensión se agitó a 50°C durante 20 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido nítido. El análisis por RMN puso de manifiesto la conversión completa del láctido. El producto resultante era una mezcla de lactil lactatos C12-C18 (LL C12-C18).

15 **Ejemplo 3: Ensayos de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal para composiciones que utilizan lactil lactatos de alquilo como tensioactivos secundarios**

Se formularon una serie de composiciones (5), cada una de las cuales contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1). Los tensioactivos secundarios fueron (1) HCG (control), (2) LL C12-C18, (3) LL C16, (4) LL C18 y (5) LL (oleilo) C18.

20 Se evaluaron las respuestas de la viscosidad a la concentración de sal para estas composiciones de acuerdo con el método de ensayo de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal que se ha descrito anteriormente, y los resultados se muestran en la figura 1.

25 Los resultados ponen de manifiesto que, en las composiciones a base de CS-230 como tensioactivo primario y LL C12-C18, LL (oleilo) C18, LL C16 y LL C18 como tensioactivos secundarios, aumentó la viscosidad en presencia de una cantidad adecuada del electrolito NaCl. Los resultados también ponen de manifiesto que las composiciones a base de CS-230 como tensioactivo primario con LL C12-C18, LL (oleilo) C18 y LL C16 como tensioactivos secundarios tenían valores de viscosidad más elevados que las composiciones (de control) CS-230/HCG para concentraciones menores de NaCl, mientras que las composiciones a base de CS-230 y LL C18 presentaban valores de viscosidad comparables a los de las composiciones de control para concentraciones bajas o más altas de NaCl. Por consiguiente, se necesita una cantidad menor de NaCl para que una composición a base de CS-230 y LL C12-C18, LL (oleilo) C18 o LL C16 presente la viscosidad deseada en comparación con una composición a base de CS-230 y HCG. Reduciendo la sal utilizada en la preparación de las composiciones, también se reducen su peso y su corrosividad, lo que da lugar a una mejor manipulación del producto y a una vida útil más prolongada del equipo.

35 **Ejemplo 4: Ensayos de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal para composiciones que utilizan lactil lactatos de alquilo como tensioactivos secundarios**

40 Se prepararon una serie de composiciones (5), cada una de las cuales contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1). Los tensioactivos secundarios de este ejemplo fueron (1) HCG (control), (2) LL C12, (3) NEODOL 25 LL, (4) NEODOL 45 LL y (5) NEODOL 67 LL.

45 Se evaluaron las respuestas de la viscosidad a la concentración de sal para estas composiciones de acuerdo con el método de ensayo de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal que se ha descrito anteriormente, y los resultados se muestran en la figura 2.

50 Los resultados ponen de manifiesto que, para las composiciones con un 15% de principios activos que comprenden CS-230 y LLL (relación 4:1), se produjo un aumento de la viscosidad con el aumento de la concentración del electrolito NaCl hasta que se utilizó aproximadamente un 1% de NaCl. Los resultados también ponen de manifiesto que, para una composición con un 15% de principios activos de CS-230/LLL (relación 4:1), se pueden alcanzar valores comparables con una cantidad significativamente menor del electrolito NaCl en comparación con una composición con un 15% de principios activos de CS-230/HCG (relación 4:1). Del mismo modo, los resultados ponen de manifiesto que, cuando se utilizan lactil lactatos de alquilo preparados a partir de NEODOL 25, 45 y 67, se pueden alcanzar valores deseables de viscosidad con una cantidad significativamente menor del electrolito NaCl en comparación con una composición a base de CS-230 y HCG. Tal como se ha indicado anteriormente, la reducción de la sal necesaria para alcanzar un determinado valor de viscosidad deseable ofrece ventajas significativas, por ejemplo, por lo que respecta al almacenamiento de la propia materia prima y a la obtención de productos de consumo en equipos de envasado sensibles a la corrosión. Mediante la reducción de la sal utilizada para preparar las composiciones, también se reducen el peso y la corrosividad de las mismas, lo que da lugar a una manipulación más sencilla del producto y a una vida útil más prolongada del equipo.

60 **Ejemplo 5: Ensayos de comportamiento de la espuma para composiciones que utilizan lactil lactatos de alquilo como tensioactivos secundarios**

65

Se prepararon una serie de seis composiciones, cada una de las cuales contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1). No se añadió aceite a las composiciones. Los tensioactivos secundarios fueron (1) HCG (control), (2) LL C12-C18, (3) LL C16, (4) LL C18, (5) LL (oleilo) C18 y (6) LL C12.

Se analizó el comportamiento de espumación de cada composición mediante el método de ensayo de agitación de espuma (también llamado método del volteo de probeta), tal como se ha descrito anteriormente. Los resultados de formación de espuma de las seis composiciones sin aceite de ricino (tanto en el instante inicial como al cabo de cinco minutos) se registraron y se muestran en la figura 3.

Los resultados sin aceite de ricino ponen de manifiesto que las composiciones experimentales a base de CS-230 como tensioactivo primario y LL C12-C18, LL C16, LL C18, (oleilo) C18 y LL C12 como tensioactivos secundarios tienen alturas de espuma comparables o superiores con respecto a la composición con CS-230/HCG (control). Estos resultados también ponen de manifiesto que la composición con CS-230/LL C12 presentó el mejor comportamiento general entre las composiciones de lactil lactato de alquilo sin aceite de ricino evaluadas en este ejemplo. Además, esta composición presentó una formación de espuma significativamente mejor que la composición de control con CS-230/HCG.

También se llevaron a cabo experimentos de composiciones combinadas con aceites de ricino. Los resultados ponen de manifiesto que las composiciones a base de CS-230 como tensioactivo primario con LL C12-C18, LL C16 y LL C12 como tensioactivos secundarios tenían un comportamiento de formación de espuma comparable o mejor que la composición con CS-230/HCG (control) en presencia de aceites de ricino. Además, los resultados ponen de manifiesto que la composición a base de CS-230 con LL C16 presentó el mejor comportamiento global de formación de espuma en presencia de aceite de ricino, en comparación con la composición con CS-230/HCG (control) y las composiciones que contenían CS-230 con los otros lactil lactatos de alquilo como tensioactivos secundarios evaluadas en este ejemplo. Por último, los resultados ponen de manifiesto que las composiciones que contienen lactil lactatos C18 y (oleilo) C18 presentaron el peor comportamiento de formación de espuma en presencia de aceite de ricino, en comparación con las composiciones con otros lactil lactatos de alquilo evaluadas con el tensioactivo primario CS-230 y la composición con CS-230/HCG (control).

Ejemplo 6: Ensayos de comportamiento de la espuma para composiciones que utilizan lactil lactatos de alquilo como tensioactivos secundarios

Se prepararon una serie de cinco composiciones, cada una de las cuales contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1). No se añadió aceite a las composiciones. Los tensioactivos secundarios fueron (1) HCG (control), (2) LL C12, (3) NEODOL 25 LL, (4) NEODOL 45 LL y (5) NEODOL 67 LL.

Se evaluó el comportamiento de espumación de cada composición por el método de ensayo de agitación de espuma del ensayo que se ha descrito anteriormente. Los resultados de formación de espuma de las cinco composiciones sin aceite de ricino (tanto en el instante inicial como al cabo de cinco minutos) se muestran en la figura 4.

Los resultados ponen de manifiesto que la composición a base de CS-230 y LL C12 presenta un mejor comportamiento de formación de espuma que la composición con CS-230/HCG (control) sin adición de aceite de ricino. Los resultados también ponen de manifiesto que las composiciones que contienen lactil lactatos de alquilo preparados a partir de NEODOL 25, 45 y 67, y CS 230, presentan un comportamiento de formación de espuma comparable con el de la composición con CS-230/HCG (control) sin adición de aceite de ricino.

También se llevaron a cabo experimentos con composiciones con adición de aceites de ricino. Los resultados ponen de manifiesto que las composiciones que contienen lactil lactatos de alquilo preparados a partir de NEODOL 25, 45 y 67, y CS 230 presentan un comportamiento de formación de espuma comparable entre sí, y que cada una de ellas tienen un comportamiento de formación de espuma direccionalmente inferior (es decir, ligeramente más pobre) que el de la composición con CS-230/HCG (control) en presencia de aceite de ricino. La composición a base de CS-230 y LL C12 seguía mostrando un comportamiento de formación de espuma significativamente mejor que la composición con CS-130/HCG (control) en presencia de aceite de ricino. Los resultados también ponen de manifiesto que la presencia de un tampón de ácido cítrico/citrato sódico no tiene ningún efecto significativo en el comportamiento de formación de espuma de la composición que contiene CS-230 y LL C12, con o sin aceite de ricino.

Ejemplo 7: Comparación del comportamiento de suavidad e hidratación entre composiciones a base de lactil lactatos de alquilo y HCG

Se prepararon una serie de cinco composiciones, cada una de las cuales contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1). Los tensioactivos secundarios fueron (1) HCG (utilizado como control), (2) LL C12, (3) lactilato C16, (4) LL oleílico y (5) LL C12-18.

Se evaluó el comportamiento de suavidad e hidratación de cada composición mediante el método de ensayo de sensación en la piel descrito anteriormente. Los resultados relativos de dichas composiciones en comparación con la composición que contenía HCG/CS-230 (control) se muestran en la figura 5.

Los resultados ponen de manifiesto que las composiciones a base de CS-230/LL C12 y CS-230/lactilato C16 presentaban un mejor comportamiento de suavidad e hidratación en comparación con la composición con CS-230/HCG (control) y las composiciones a base de CS-230/LL (oleilo) C18 y CS-230/LL C12-C18.

Ejemplo 8: Comparación del comportamiento de suavidad e hidratación de jabones corporales con NEODOL 25 LL, NEODOL LL 45 LL, NEODOL 67 LL y LLL frente a favor corporal con HCG

Se prepararon cinco composiciones de jabón corporal, cada una de las cuales contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1). Los tensioactivos secundarios fueron (1) HCG (control), (2) LLL (es decir, LL C12), (3) NEODOL 25 LL, (4) NEODOL 45 LL y (5) NEODOL 67 LL.

Se evaluó el comportamiento de suavidad e hidratación de cada composición durante el lavado corporal mediante el método de ensayo de sensación en la piel descrito anteriormente. Los resultados de dichas composiciones en comparación con la composición que contenía HCG/CS-230 (control) se muestran en la figura 6.

Los resultados ponen de manifiesto que las composiciones que contenían CS-230/LLL y CS-230/NEODOL 67 LL presentaban un mejor comportamiento de suavidad e hidratación en comparación con la composición con CS-230/HCG (control). Las composiciones a base de CS-230/NEODOL 25 LL y CS-230/NEODOL 45 LL presentaron un comportamiento de suavidad e hidratación comparable con el de la composición con CS-230/HCG (control).

Ejemplo 9: Estudio comparativo de la estabilidad de formulaciones a base de LLL, con y sin tampón

Se formularon dos composiciones a base de LLL, una con tampón, y la otra, sin. El tampón utilizado fue un sistema de citrato de sodio/ácido cítrico al 0,5% de principios activos y lactato de amonio/ácido láctico al 0,5% de principios activos.

Se estudió la estabilidad de las dos composiciones a temperatura ambiente y a 50°C a lo largo de un período de cuatro semanas. Los resultados en términos de valores de pH y viscosidad de las dos composiciones se muestran en la figura 7.

Los resultados ponen de manifiesto que la composición de CS-230/LLL con tampón de citrato de sodio/ácido cítrico al 0,5% de principios activos y lactato de amonio/ácido láctico al 0,5% de principios activos presentaba un pH y una viscosidad más estables a 50°C a lo largo del período de cuatro semanas en comparación con la misma composición sin dicho tampón.

Ejemplo 10: Estudio comparativo de lactil lactato de estearilo como coemulsionante en emulsiones de aceite en agua

Se prepararon dos emulsiones de aceite en agua (O/W) A y B para este ejemplo con las formulaciones que se indican en la siguiente tabla.

Tabla 1

Formulación	A	B (Control)
Ingredientes	% en peso de principios activos	% en peso de principios activos
Agua desionizada (D.I.)	c. s. hasta 100	c.s. hasta 100
BRIJ 78	1,0	1,0
Lactil lactato de estearilo	1,5	0
IPP	10,0	10,0
GMS	1,5	1,5
Alcohol cetílico	2,0	2,0
Conservante	c. s.	c. s.
Viscosidad inicial a 25°C (Pa·s [cps])	(7,2 [7.200])	(6,0 [6.000])
Viscosidad al cabo de 3 días a 25°C (Pa·s [cps])	(8,6 [8.600])	(6,0 [6.000])

La diferencia entre las dos emulsiones es que la emulsión A contenía un 1,5% en peso de lactil lactato de estearilo (SLL) y la emulsión de control B, no. Las viscosidades de las dos composiciones (tanto al inicio como al cabo de 3 días) se midieron y se indican en la tabla anterior.

Los resultados ponen de manifiesto que el lactil lactato de estearilo aumentó la viscosidad de las emulsiones de aceite en agua. Dicho resultado permite la preparación de productos finales que utilizan estos lactil lactatos de alquilo de un modo más eficaz y rentable debido a las menores cantidades de dichos componentes que se deben utilizar.

Ejemplo 11: Preparación de lactil lactato de palmitilo

Se introdujo alcohol de palmitilo (24,2 g, 0,10 mol, LOROL® C 14/98, Cognis) en un matraz con burbujeo de nitrógeno. Se añadió L-láctido (14,4 g, 0,10 mol, Aldrich) sólido y se agitó la mezcla. Se añadió una gota de ácido sulfúrico y la suspensión se agitó aproximadamente a 35°C durante aproximadamente 30 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido nítido. El análisis por RMN puso de manifiesto la conversión completa del láctido. El producto resultante era lactil lactato de palmitilo (LL C16).

Ejemplo 12: Preparación de lactil lactato de oleilo

Se introdujo alcohol oleílico (26,7 g, 0,10 mol, HD Ocenol® 90/95V, Cognis) en un matraz con burbujeo de nitrógeno. Se añadió L-láctido (14,4 g, 0,10 mol, Aldrich) sólido y se agitó la mezcla. Se añadieron dos gotas de ácido sulfúrico y la suspensión se agitó aproximadamente a 50°C durante aproximadamente 20 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido nítido. El análisis por RMN puso de manifiesto la conversión completa del láctido. El producto resultante era lactil lactato de oleilo (LL (oleilo) C18).

Ejemplo 13: Preparación de lactil lactato de isoestearilo

Se introdujo alcohol de isoestearilo (13,1 g, 0,05 mol, Jarchem Industries, Inc., Newark, NJ) en un matraz con burbujeo de nitrógeno. Se añadió L-láctido (7,5 g, 0,05 mol, Aldrich) sólido y se agitó la mezcla. Se añadió una gota de ácido sulfúrico y la suspensión se agitó aproximadamente a 50°C durante aproximadamente 16 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido nítido. El análisis por RMN puso de manifiesto la conversión completa del láctido. El producto resultante era lactil lactato de isoestearilo (LL (isoestearilo) C18).

Ejemplo 14: Ensayos de comportamiento de suavidad e hidratación de composiciones de diferentes principios activos totales

Se prepararon una serie de cinco composiciones de jabón corporal. La composición de control contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de CAPB (HCG) (relación 4:1). Las otras cuatro composiciones de jabón corporal contenían SLES-2 y LL C12 en una relación de pesos de principios activos de 14:1. Las cantidades totales de principios activos en las cuatro composiciones son 15%, 14%, 13% y 12% en peso, respectivamente.

Se evaluó el comportamiento de suavidad e hidratación de cada composición mediante el método de ensayo de sensación en la piel descrito anteriormente. Los resultados relativos de un ensayo con tres evaluadores en comparación con la composición de control se muestran en la figura 8.

Los resultados ponen de manifiesto que las composiciones a base de CS-230 y LL C12 en una relación de 14:1 y que contienen unos principios activos totales del 15%, 14% y 13% mostraron un mejor comportamiento de suavidad e hidratación y una mayor formación de espuma (es decir, una mayor altura de espuma) que la composición con CS-230/HCG (control) (que contiene un total del 15% de principios activos en una relación 4:1). La composición que contenía un total del 12% de principios activos de CS-230 y LL C12 en una relación 14:1 mostró un comportamiento de suavidad e hidratación comparable y una mayor formación de espuma que la composición con CS-230/HCG (control). Los resultados ilustran que es necesaria una cantidad reducida de LL C12 para alcanzar una suavidad, una hidratación y una altura de espuma comparables a cuando se utiliza CAPB. Los resultados también ponen de manifiesto que se necesita una cantidad menor de principios activos totales para una composición de jabón corporal a fin de alcanzar un comportamiento comparable al de una composición a base de SLES-2 y CAPB. Esto puede reducir costes, disminuir el peso del producto final y hacer que el producto de jabón corporal sea más respetuoso con el medio ambiente.

Ejemplo 15: Ensayos comparativos de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal utilizando lactil lactato de laurilo o cocamidopropilbetaina como tensioactivos secundarios

Se formularon una serie de cinco composiciones corporales (5). Dos de ellas contenían un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) como tensioactivo primario y un 3% en peso de principios activos de CAPB o LL C12 como tensioactivo secundario (relación 4:1). Dos composiciones más contenían un 14% en peso de principios activos de SLES-2 y un 1% en peso de principios activos de CAPB o LL C12 (relación 14:1). La última composición contenía un 15% en peso de principios activos de SLES-2 y no contenía tensioactivo secundario.

Se analizó en estas composiciones la respuesta de la viscosidad a la concentración de sal de acuerdo con el método de ensayo de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal tal como se ha descrito a anteriormente, y los resultados se muestran en la figura 9.

5 Los resultados ponen de manifiesto que, cuando no se utilizó ningún tensioactivo secundario, la viscosidad de la composición con un 15% de principios activos de SLES-2 permaneció prácticamente tan poco viscosa como el agua (es decir, con una viscosidad parecida al agua, de aproximadamente 0,001 Pa·s [1 cps] a 25°C) incluso cuando se utilizó un 2,5% en peso de NaCl. En cambio, las composiciones que contenían CAPB o LL C12 como tensioactivo secundario formaron viscosidad en presencia de una cantidad adecuada del electrolito NaCl. Los resultados también
10 ponen de manifiesto que la composición a base de SLES-2 y LL C12 en una relación de 4:1 mostraron valores de viscosidad mayores que las composiciones SLES-2/CAPB con la misma relación para concentraciones bajas de NaCl, mientras que la composición a base de SLES-2 y LL C12 en una relación de 14:1 mostró valores de viscosidad mayores que las composiciones SLES-2/CAPB con la misma relación para concentraciones bajas o más elevadas de NaCl. Por consiguiente, tal como se muestra en la figura 9, si la viscosidad deseada para una
15 composición de jabón corporal es inferior a 15 Pa·s [15.000 cps], se requiere una cantidad mucho menor de NaCl para una composición a base de SLES-2 y LL C12 para alcanzar dicha viscosidad deseada en comparación con una composición a base de SLES-2 y CAPB. Mediante la reducción de la sal utilizada para preparar las composiciones, la corrosividad de las mismas también se reduce, lo que da lugar, por lo menos, a una manipulación más sencilla del producto y a una vida útil más prolongada del equipo.

20 Además, los resultados ponen de manifiesto inesperadamente que la composición que contenía un 1% en peso de principios activos de LL C12 y un 14% en peso de principios activos de SLES-2 presentaba valores de viscosidad mayores o compatibles en comparación con la composición que contenía un 3% en peso de principios activos de CAPB y un 12% en peso de principios activos de SLES-2 cuando la cantidad de NaCl utilizada fue del 1,75% o mayor. Por consiguiente, cuando la viscosidad deseada para la composición de jabón corporal es superior a 15 Pa·s [15.000 cps], se requiere una cantidad menor del tensioactivo secundario para alcanzar dicha viscosidad deseada utilizando la misma cantidad de NaCl cuando el tensioactivo secundario utilizado es LL C12 antes que CAPB.

30 **Ejemplo 16: Ensayos de formación de espuma en manos y de sensación en la piel para pastillas de jabón**

En este ejemplo, se evaluaron tres muestras de pastillas de jabón. La muestra A (control) era una pastilla de jabón disponible comercialmente repunzonada. La muestra B era una pastilla de jabón comercial reprocesada con un 2% en peso de lactil lactato de laurilo (L3) y repunzonada. La muestra C se preparó desde cero utilizando una base de jabón de sebo/coco al 80/20, un 2% de ácido graso libre (FFA) de estearina de palma, un 4% de betaína, un 2% de L3 y un 2% de una mezcla de metil-2-sulfolaurato de sodio y 2-sulfolaurato disódico (disponible comercialmente a través de Stepan Company como ALPHA-STEP® BSS-45). En comparación con la pastilla de jabón disponible comercialmente (muestra A), la muestra C contiene un 2% de FFA de estearina de palma en lugar del 5-6% presente en la muestra A y contiene un 2% de L3.

40 Se llevaron a cabo ensayos de formación de espuma en manos y sensación en la piel para cada composición utilizando el método de ensayo de sensación en la piel tal como se ha descrito anteriormente. Los diversos resultados comparativos de formación de espuma en manos se muestran en las figuras 10 a 12, y los diversos resultados comparativos de sensación en la piel se muestran en las figuras 13 y 14.

45 En la figura 13, la expresión “facilidad de aclarado” se refiere a la capacidad del producto de ser fácilmente eliminado tras su aplicación; “sensación en húmedo” se refiere a la capacidad del producto de dejar una sensación de absolutamente limpio, limpio o considerablemente limpio; “pegajosidad” se refiere a la percepción de adhesividad sobre la piel durante la transición húmeda o seca; “tirantez” se refiere al grado de tensión de la piel tras el secado; “sequedad” se refiere al grado en el que la piel se nota deshidratada con agrietamiento y descamación; y “suavidad” se refiere a una sensación sedosa agradable en la piel.

50 Los resultados ponen de manifiesto que la adición de L3 a una pastilla de jabón comercial proporcionó una mejora significativa del comportamiento de formación de espuma y cierta mejora (es decir, una mejora direccional) en la mayoría de características de sensación en la piel. Se puso de manifiesto que el L3 no afectó a las propiedades de facilidad de aclarado y sensación en húmedo de la pastilla de jabón comercial. Además, la concentración reducida de FFA en la muestra C no afectó negativamente a las propiedades físicas de la pastilla. Además, durante el procesamiento de la muestra C, se observó que el L3 mejoraba la plasticidad de la pastilla, lo que sugiere un efecto positivo en la prevención del agrietamiento de la misma.

60 **Ejemplo 17: Estudios comparativos de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal y de formación de espuma en manos en diferentes tensioactivos primarios**

Se formularon tres composiciones de jabón corporal que comprendían tres tensioactivos primarios diferentes y lactil lactato de laurilo (L3) como tensioactivo secundario en una relación de principios activos de 14:1. Las formulaciones de las tres composiciones se indican en la siguiente tabla.

65

Tabla 2: Composiciones que contienen diferentes tensioactivos primarios

Ingredientes	% en peso de principios activos		
	Lauriléter sulfato de sodio	14,0	
Laurilsulfato de sodio		14,0	
Cocosulfato de sodio			14,0
Lactil lactato de laurilo	1,0	1,0	1,0
Agua (desionizada)	45,0	50,0	85,0
Ácido cítrico	c. s.	c. s.	c. s.
Aspecto	Nítido	Nítido	Nítido
pH	5,8	5,8	5,7

5 Se utilizó una composición que contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de CAPB (HCG) (relación 4:1) como control. También se prepararon tres composiciones comparativas que contenían CAPB (HCG) como tensioactivo secundario en lugar de L3 y, por lo demás, tenían formulaciones idénticas a las indicadas en la tabla 2.

10 En primer lugar, se llevaron a cabo ensayos de formación de espuma en manos para las tres composiciones frente a la composición con CS-230/HCG (control) mediante el método de ensayo de sensación en la piel descrito anteriormente. Los resultados comparativos de la formación de espuma en manos se muestran en la figura 15. A continuación, se estudiaron las tres composiciones con relación a su respectiva composición comparativa mediante el método de ensayo de sensación en la piel descrito anteriormente. Los resultados de la formación de espuma en manos se muestran en la figura 16.

15 Los resultados muestran que las tres composiciones que contenían SLES-2, SLS o SCS (DCFAS) como tensioactivo primario y L3 como tensioactivo secundario mostraron un mejor comportamiento de formación de espuma en manos que la composición con CS-230/HCG (control). Las composiciones que contenían un 14,0% en peso de principios activos de SLES-2 o SLS y un 1,0% en peso de principios activos de L3 mostraron un mejor comportamiento de formación de espuma en manos que la respectiva composición comparativa que contenía un 14% en peso de principios activos de SLES-2 o SLS y un 1,0% en peso de principios activos de HCG.

20 Se evaluó la respuesta de la viscosidad a la concentración de sal de las composiciones con L3 como tensioactivo secundario y las composiciones comparativas con HCG (una betaína) como tensioactivo secundario de acuerdo con el método de ensayo de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal que se ha descrito anteriormente. Los resultados se muestran en la figura 17.

30 **Ejemplo 18: Estudios comparativos de formación de espuma en manos de composiciones que contienen diferentes tensioactivos secundarios**

En este ejemplo, se prepararon una serie de seis (6) composiciones para llevar a cabo ensayos de formación de espuma en lavado de manos. Las formulaciones de las 6 composiciones fueron las siguientes:

35 1. CS-230/HCG (control): contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de CAPB (HCG) (relación 4:1).

2. CS-230/L3, 12% de principios activos: contenía un 12% en peso total de principios activos de CS-230 y L3 en una relación de 14:1;

40 3. CS-230/L3, 15% de principios activos: contenía un 14% en peso de principios activos de CS-230 y un 1% en peso de principios activos de L3 (relación 14:1);

4. CS-230/amida: contenía un 14% en peso de principios activos de CS-230 y un 1% en peso de principios activos de COMF (monoetanolamida de cocamida) (relación 14:1);

45 5. CS-230/anfoacetato: contenía un 14% en peso de principios activos de CS-230 y un 1% en peso de principios activos de lauroanfoacetato de sodio ("am") (relación 14:1);

50 6. CS-230/sulfosuccinato: contenía un 14% en peso de principios activos de CS-230 y un 1% en peso de principios activos de laurilsulfosuccinato de sodio ("ss") (relación 14:1);

55 Se llevaron a cabo ensayos de formación de espuma en manos para las 6 composiciones utilizando el método de ensayo de sensación en la piel (también denominado método de ensayo de lavado de manos) tal como se ha descrito anteriormente. Los resultados comparativos de la formación de espuma en manos se muestran en la figura 18.

Los resultados muestran que el L3 presentaba un comportamiento de formación de espuma en manos sustancialmente mejor que el HCG, el anfoacetato y el sulfosuccinato cuando se utilizaron para formular composiciones de jabón corporal.

5 **Ejemplo 19: Estudios comparativos de formación de espuma en manos de composiciones que contienen HCG, L3, anfoacetato y/o sulfosuccinato**

En este ejemplo, se prepararon una serie de seis (6) composiciones para llevar a cabo ensayos de formación de espuma en lavado de manos. Las formulaciones de las 6 composiciones fueron las siguientes:

- 10 1. CS/HCG (control): contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de CAPB (HCG) (relación 4:1).
- 15 2. CS/L3 (4:1): contenía un 12% en peso de principios activos de CS-230 y un 3% en peso de principios activos de L3 (relación 4:1);
3. CS/L3 (14:1): contenía un 14% en peso de principios activos de CS-230 y un 1% en peso de principios activos de L3 (relación 14:1);
- 20 4. CS/HCG/L3: contenía un 12% en peso de principios activos de CS-230 y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1), comprendiendo dicho tensioactivo secundario HCG y L3 en una relación de 1:1;
- 25 5. CS/HCG/am: contenía un 12% en peso de principios activos de CS-230 y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1), comprendiendo dicho tensioactivo secundario HCG y lauroanfoacetato de sodio ("am") en una relación de 1:1;
- 30 6. CS/HCG/ss: contenía un 12% en peso de principios activos de CS-230 y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1), comprendiendo dicho tensioactivo secundario HCG y lauril sulfosuccinato de sodio ("ss") en una relación de 1:1;

Se llevaron a cabo ensayos para las 6 composiciones utilizando el método de ensayo de sensación en la piel tal como se ha descrito anteriormente. Los resultados comparativos de formación de espuma en manos basados en tres evaluadores se muestran en la figura 19.

Los resultados muestran que el L3 presentaba un mejor comportamiento de formación de espuma en manos que el HCG, el anfoacetato o el sulfosuccinato cuando se utilizó solo o en combinación con HCG.

40 **Ejemplo 20: Estudios comparativos de formación de espuma en manos de composiciones de jabón corporal que contienen HCG, L3 y/o anfoacetato**

En este ejemplo, se prepararon una serie de cuatro (4) composiciones para llevar a cabo ensayos de formación de espuma en lavado de manos. Las formulaciones de las 6 composiciones fueron las siguientes:

- 45 1. CS-230/HCG (control): contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de CAPB (HCG) (relación 4:1).
- 50 2. CS-230/L3: contenía un 12% en peso de principios activos de CS-230 y un 3% en peso de principios activos de L3 (relación 4:1);
3. CS-230/HCG/anfoacetato: contenía un 12% en peso de principios activos de CS-230 y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1), comprendiendo dicho tensioactivo secundario HCG y lauroanfoacetato de sodio en una relación de 1:1; y
- 55 4. CS-230/L3/anfoacetato: contenía un 12% en peso de principios activos de CS-230 y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 4:1), comprendiendo dicho tensioactivo secundario L3 y lauroanfoacetato de sodio en una relación de 1:1;

Se llevaron a cabo ensayos de formación de espuma en manos para las 4 composiciones utilizando el método de ensayo de sensación en la piel (también denominado método de ensayo de lavado de manos) tal como se ha descrito anteriormente. Los resultados comparativos de la formación de espuma en manos se muestran en la figura 20.

Los resultados muestran que el L3 tenía un comportamiento de formación de espuma en manos sustancialmente mejor que el HCG cuando se utilizó solo. Los resultados también muestran que, cuando se utilizó en combinación

con anfoacetato en una relación de 1:1, el L3 continuaba teniendo un comportamiento de formación de espuma en manos sustancialmente mejor que el HCG utilizado en combinación con anfoacetato en una relación de 1:1.

Ejemplo 21: Preparación de una formulación de pastillas de jabón que comprende LLL

Se prepararon dos pastillas de jabón syndet con las formulaciones indicadas en la tabla 3 mediante el siguiente procedimiento: (1) pesado de todos los componentes de la lista y amalgamiento de los mismos en un cubo de un galón a fin de obtener una mezcla; (2) homogeneización de la mezcla en un molino de 3 rodillos; (3) transferencia de la mezcla a una extrusora de laboratorio sigma con un control absoluto de la temperatura del tambor con agua fría a un valor comprendido entre aproximadamente 30°C y aproximadamente 35°C a fin de eliminar el calor generado por la presión de extrusión; (4) calentamiento de la camisa del cono de cabeza a aproximadamente 45°C a fin de facilitar la extrusión a través del cono; y (5) corte y punzonado del extruido en pastillas de jabón.

Tabla 3

Formulación de pastillas de jabón combinado		
	SS-1 % en peso	SS-2 % en peso
Cocoilsetionato de sodio	50,00	50,00
Ácido esteárico	26,00	26,00
Jabón sebo de sodio/coco 80/20	12,00	10,00
Isetionato de sodio	5,00	5,00
Aditivos (fragancia, TiO ₂ y conservantes)	1,5	1,5
Lactil lactato de laurilo (L3)	0,5	2,5
Agua	5,00	5,00
Total	100,0	100,0

Se prepararon dos pastillas de jabón combinadas con las formulaciones indicadas en la tabla 4 mediante el siguiente procedimiento: (1) obtención mediante molino de rodillos de gránulos secos de jabón de sebo/coco; (2) mezcla en glicerina, ácidos grasos, L3, ALPHA-STEP® BSS-45 hasta homogeneidad utilizando un impulsor de hidroala a 300 rpm; (3) pesado de los componentes aditivos; (4) amalgamiento de todos los componentes en un cubo de un galón a fin de formar una mezcla de jabón; (5) tratamiento de la mezcla de jabón en molino de rodillos junto con análisis de la humedad mediante Karl Fisher; (6) ajuste de la humedad al 12%, si es necesario durante la molienda en molino de rodillos; y (7) extrusión y punzonado del extruido en pastillas de jabón.

Tabla 4

Formulación de pastillas de jabón combinado		
	CS-1 % en peso	CS-2 % en peso
Gránulos de jabón de sebo de sodio/coco 80/20	73,3	78,3
Ácidos grasos de estearina de palma	6,0	0,0
Mezcla de ácidos grasos esteárico/coco	0,0	6,0
Alpha Step® BSS-45 ^a	4,0	0,0
Lactil lactato de laurilo (L3)	2,0	1,0
Glicerina	1,0	1,0
NaCl	0,3	0,3
Aditivos (fragancia, TiO ₂ y conservantes)	1,4	1,4
Agua	12,00	12,0
Total	100,00	100,00

a. Se trata de una mezcla de éster alquílico sulfonado/ácido graso sulfonado (SME/SFA).

De la observación general del comportamiento de las cuatro barras de jabón se concluye que el lactil lactato de laurilo, disponible a través de Stepan Company como STEPAN-MILD® L3, mejora la sensación en la piel, la formación de espuma y la plasticidad en pastillas syndet y combinadas en comparación con las pastillas de jabón comerciales que contienen betaína.

Ejemplo 22: Preparación de una serie de composiciones de lavado con diferentes cantidades de ácido salicílico

5 Se prepararon una formulación de lavado autoespumante con un 0,5% de ácido salicílico, una formulación de lavado normal con un 1,0% de ácido salicílico y un gel de lavado con un 2,0% de ácido salicílico según las formulaciones indicadas en la tabla 5. El procedimiento de mezclado incluye las etapas indicadas a continuación.

10 En un recipiente adecuado equipado con calentamiento y agitación, se introdujeron agua desionizada (D.I.), propilenglicol y BIO-TERGE® AS-40 CG-P. Los materiales cargados se calentaron a 45-50°C con agitación. Se añadió STEPAN-MILD® L3 a la mezcla con agitación. La mezcla se mantuvo a 45-50°C con agitación hasta que se volvió completamente clara. A continuación, se añadió ácido salicílico con agitación hasta quedar completamente nítido y todo se disolvió mientras se mantenía la temperatura a un valor comprendido entre aproximadamente 45°C y aproximadamente 50°C. La composición se enfrió a temperatura ambiente con agitación. A continuación, el pH de la composición se ajustó al valor deseado (aproximadamente 5) con hidróxido de sodio y la viscosidad se ajustó con cloruro de sodio.

Tabla 5

	Formulación de lavado autoespumante	Formulación de lavado normal	Gel de lavado
	% en peso	% en peso	% en peso
Agua D.I.	c. s. hasta 100,0	c. s. hasta 100,0	c. s. hasta 100,0
Propilenglicol	2,00	2,00	2,00
BIO-TERGE® AS-40 CGP (39,7% de sulfonato de olefina C14-16 de sodio)	26,00		26,00
STEOL® CS-230 (25,85% de lauriléter sulfato de sodio)		58,03	
STEPAN-MLD® L3	2,00	2,00	2,00
Ácido salicílico	0,50	1,00	2,00
STEPAN® PEG 6000 DS		0,60	1,50
Hidróxido de sodio	c. s. hasta pH deseado	c. s. hasta pH deseado	c. s. hasta pH deseado
Cloruro de sodio	c. s. hasta viscosidad deseada	0,50	0,50
pH	4,3-4,6	4,3-4,6	4,3-4,6
Viscosidad a 25°C, Pa·s [cps]	Comparable al agua	7 [7.000]	19,4 [13.400]
Aspecto	Líquido amarillo claro, nítido	Líquido amarillo claro, viscoso, nítido	Líquido amarillo claro, viscoso, nítido

20 **Ejemplo 23: Preparación de un jabón corporal natural y un jabón corporal nítido**

25 En este ejemplo, se preparan dos jabones corporales con las formulaciones indicadas en la siguiente tabla 6 utilizando los procedimientos descritos en la presente memoria. En un recipiente adecuado equipado con agitación, calentamiento y refrigeración, se introducen y se mezclan agua desionizada, STEPANOL® WA-Extra, STEPAN-MILD® SLL-FB y STEPAN-MILD® L3. La mezcla se calienta aproximadamente a 54,4-57,2°C [130-135°F]. Cuando la solución de reacción es clara, se deja enfriar a temperatura ambiente. Durante el proceso de enfriamiento, se añade extracto de lino aproximadamente a 32,2°C [90°F] y se mezcla bien. Si se desea, se añaden conservantes, fragancias y colorantes y se mezcla bien. Si se desea, se puede ajustar la viscosidad con cloruro de sodio y el pH con hidróxido de sodio o ácido cítrico, si es necesario.

30 Las dos composiciones de jabón corporal preparadas son un jabón corporal completamente natural y un jabón corporal nítido, respectivamente. "Completamente natural" se refiere al hecho de que todos los ingredientes presentes en la composición derivan de materiales naturales.

Tabla 6

	Jabón corporal completamente natural	Jabón corporal nítido
	% en peso de principios activos	% en peso de principios activos
Agua D.I.	c. s. hasta 100,0	c. s. hasta 100,0
STEPANOL® WA-Extra (laurilsulfato de sodio)	10,0	
STEPAN-MILD® SLL-FB (laurilactilato de sodio)	2,0	
STEOL® CS-230 (lauriléter sulfato de sodio)		14,0
STEPAN-MILD® L3 (lactil lactato de laurilo)	1,0	1,0
Extracto de lino 120	0,50	
SilPlex J-2S (Silicone Quaternium-20)		1,0
Glicerina		0,8
Conservante, colorante, fragancia	c. s.	c. s.
Cloruro de sodio	c. s.	c. s.
Hidróxido de sodio	c. s.	c. s.
Ácido cítrico	c. s.	c. s.

5 Ejemplo 24: Preparación de una loción para la piel

En este ejemplo, se prepara una loción para la piel con la formulación indicada en la siguiente tabla 7 mediante un procedimiento similar al descrito a continuación.

- 10 Preparación de la fase acuosa: se introducen agua desionizada y BRIJ® 78 en un recipiente y se mezclan bien para obtener una mezcla de fase acuosa. Dicha mezcla de fase acuosa se calienta aproximadamente a 76,7-79,4°C [170-175°F]. Preparación de la fase oleosa: en un recipiente separado, se introducen y se mezclan STEPAN-MILD® L3, IPP, alcohol cetílico y GMS a fin de obtener una mezcla de fase oleosa. Dicha mezcla de fase oleosa se calienta aproximadamente a 76,7-79,4°C [170-175°F]. La fase oleosa se incorpora lentamente a la fase acuosa con un
- 15 aumento progresivo de la agitación de esta última. La mezcla resultante se deja emulsionar durante aproximadamente 20-25 minutos y a continuación se deja enfriar hasta aproximadamente 26,7°C [80°F]. Si se desea, se pueden añadir lentamente conservantes, colorantes o fragancias. El pH de la composición resultante se puede ajustar con ácido cítrico o hidróxido de sodio al valor deseado.

20 Tabla 7

	% en peso de principios activos
Agua D.I.	c. s. hasta 100,0
BRIJ® 78 Steareth-20 (Unichema)	1,0
STEPAN-MILD® L3 (lactil lactato de laurilo)	3,0
IPP	10,0
Alcohol cetílico	3,0
STEPAN® GMS PURE (Monoestearato de glicerol)	2,0
Conservante, colorante, fragancia	c. s.
Hidróxido de sodio	c. s.
Ácido cítrico	c. s.

Ejemplo 25: Preparación de un antitranspirante sólido

- 25 En este ejemplo, se prepara un antitranspirante sólido con la formulación indicada en la siguiente tabla 8 mediante el siguiente procedimiento: se combinan los ingredientes 245 Fluid, Lanette 18 Deo, cera de ozoquerita y cera de ricino MP-80 en un recipiente adecuado, se mezclan y se calientan aproximadamente a 70°C. Cuando todos los ingredientes se han mezclado, se añaden talco y Reach AZP y se mezcla bien durante aproximadamente 20 minutos. A continuación, la mezcla se enfría aproximadamente a 45°C, se vierte en recipientes y se deja enfriar a
- 30 temperatura ambiente.

Tabla 8

Ingredientes	% en peso de principios activos
Dow Corning 245 Fluid (Dow Corning) - Ciclopentasiloxano	40,5
STEPAN-MILD® L3 (lactil lactato de laurilo)	10,0
Lanette 18 Deo (Henkel) - Alcohol de estearilo	15,0
Ozokerite Wax (Strahl & Pitsch Inc.) - Cera de ozoquerita	5,0
Castor Wax MP-80 (CasChem) - Aceite de ricino hidrogenado	1,5
Talco, USP, Bacteria Controlled 1745 (Whittaker, Clark & Daniels)	8,0
Reach AZP 701 (Reheis) - Tetraclorohidrex de aluminio/zirconio y glicina	20,0

5 **Ejemplo 26: Ensayos de formación de espuma y detergencia para composiciones detergentes con lactil lactatos de alquilo como tensioactivos secundarios**

Se espera que el comportamiento de formación de espuma del L3 como componente en formulaciones detergentes muestre que la incorporación de L3 da lugar a una formación de espuma comparable o mejor que en las formulaciones de control. En la siguiente tabla 9 se muestra una formulación para un detergente de gran potencia que incorpora L3.

Tabla 9

Ingrediente	Principios activos (% en peso)
Agua D.I.	71,74
NABIOSOFT® S-101 (31,6% de principios activos de dodecylbencenosulfonato)	5,60
L3	1,00
STEPANATE® SXS (41% de principios activos de xilensulfonato de sodio)	0,93
TEA 99%	0,93
NEODOL® 25-7	16,80
Ácido oleico	2,00
Carbonato de sodio	1,00
Total	100,00

15 A partir de los resultados y características de las composiciones de lactil lactato de alquilo, se cree que el L3 se puede incorporar en formulaciones detergentes, tales como, por ejemplo, detergentes de gran potencia, como tensioactivo secundario, en sustitución o además de los tensioactivos aniónicos. También se cree que la incorporación de L3 con diferentes tensioactivos aniónicos en formulaciones detergentes dará lugar a mejoras sinérgicas en el rendimiento de lavado.

20 **Ejemplo 27: Ensayos de rendimiento para composiciones detergentes con lactil lactatos de alquilo como tensioactivos secundarios**

25 Se prepararon una serie de cinco formulaciones líquidas de potencia ligera de detergente para platos, cada una de las cuales contenía un 17,51% en peso de principios activos de alquilbencenosulfonato de sodio, un 8,17% en peso de principios activos de éster metílico de sulfonato, un 4,32% en peso de principios activos de alquil éter sulfato y un 3% en peso de principios activos de un tensioactivo secundario (relación 10:1). Los tensioactivos secundarios fueron los siguientes: (1) NINOL® 40-CO (control), (2) AMMONYX® LMDO (control), (3) STEPAN-MILD® L3, (4) una mezcla de NINOL® 40-CO y STEPAN-MILD® L3 y (5) una mezcla de AMMONYX® LMDO y STEPAN-MILD® L3.

30 Todas las formulaciones eran claras a temperatura ambiente. Los resultados de viscosidad de cada formulación se muestran en la siguiente tabla 10.

Tabla 10

Muestra nº	Tensioactivo secundario	Viscosidad de la formulación
1	NINOL® 40-CO	0,59 Pa·s [590 cps]
2	AMMONYX® LMDO	1,225 Pa·s [1.225 cps]
3	STEPAN-MILD® L3	0,57 Pa·s [570 cps]
4	NINOL® 40-CO & STEPAN-MILD® L3	0,65 Pa·s [650 cps]
5	AMMONYX® LMDO & STEPAN-MILD® L3	0,85 Pa·s [850 cps]

ES 2 395 676 T3

Los resultados del ensayo de espumación en mezclador se muestran en la siguiente tabla 11.

Tabla 11

5

Muestra	Ensayo	Suciedad (g)	Promedio
1 (NINOL® 40-CO)	1	1,63	1,73
	2	1,82	
2 (AMMONYX® LMDO)	1	1,88	1,98
	2	2,08	
3 (STEPAN-MILD® L3)	1	1,65	1,66
	2	1,67	
4 (40-CO & L3)	1	1,67	1,72
	2	1,77	
5 (LMDO & L3)	1	1,63	1,67
	2	1,71	

Se estima que el error experimental del ensayo de espumación en mezclador es de +/- 0,2 g. Las muestras que contienen STEPAN-MILD® L3 se comportaron tan bien como las formulaciones de control.

10 Los resultados del ensayo de Baumgartner se muestran en la siguiente tabla 12.

Tabla 12

Muestra	Portaobjetos nº	Gramos de suciedad eliminados	% de suciedad eliminado	Promedio
1 (NINOL® 40-CO)	1	0,1084	44,41%	41,88%
	2	0,1082	41,06%	
	3	0,0985	40,15%	
2 (AMMONYX® LMDO)	1	0,1044	41,15%	40,22%
	2	0,0987	40,27%	
	3	0,1008	39,24%	
3 (STEPAN-MILD®L3)	1	0,0584	23,05%	23,06%
	2	0,0602	23,30%	
	3	0,0595	22,83%	
4 (L3 & 40-CO)	1	0,0764	29,79%	30,25%
	2	0,0804	31,35%	
	3	0,0782	29,61%	
5 (L3 & LMDO)	1	0,0796	31,80%	30,96%
	2	0,0771	29,27%	
	3	0,0788	31,80%	

15 El error experimental para el ensayo de Baumgartner es de aproximadamente +/- 5,0% de eliminación de grasa. Aunque los resultados de todas las muestras que contenían STEPAN-MILD® L3 fueron inferiores a los controles con LMDO y 40-CO, el resultado de la muestra que contenían la mezcla de L3 y LMDO estaba dentro del error experimental en comparación con los controles.

20 Los resultados del ensayo de miniplaca se muestran en la siguiente tabla 13.

Tabla 13

Muestra	Ensayo	Miniplacas	Promedio
1 (NINOL® 40-CO)	1	9	8,5
	2	8	
2 (AMMONYX® LMDO)	1	12	10,0
	2	9	
	3	9	
3 (STEPAN-MILD® L3)	1	9	9,0
	2	9	
4 (40-CO & L3)	1	9	9,0
	2	9	
5 (LMDO & L3)	1	10	10,0
	2	10	

El error experimental del ensayo de miniplaca es de +/- 1 miniplaca. Para fines comparativos, cabe señalar que este tipo de ensayo a veces se documenta en "placas" en lugar de "miniplacas", y que una miniplaca equivale a tres placas. En este ensayo, las muestras que contenían STEPAN-MILD® L3 se comportaron igual de bien que los controles.

5

Los resultados del ensayo de agitación de espuma se muestran en la siguiente tabla 14.

Tabla 14

Muestra	Muestra nº	Sin suciedad			Con suciedad		
		1	2	Promedio	Inicial	5 minutos	Promedio
1	Inicial	310	320	315	265	265	265
	5 minutos	310	320	315	260	260	260
2	Inicial	450	480	465	300	300	300
	5 minutos	450	480	465	300	300	300
3	Inicial	420	415	417,5	300	290	295
	5 minutos	420	410	415	300	290	295
4	Inicial	390	380	385	275	250	262,5
	5 minutos	380	370	375	275	250	262,5
5	Inicial	> 500	> 500	> 500	285	280	282,5
	5 minutos	> 500	> 500	> 500	285	280	282,5

10

El error experimental de este ensayo es aproximadamente de +/- 20 ml. Todos los resultados "con suciedad" fueron idénticos. Cabe señalar que la mezcla 50:50 de L3:LMDO mostró cierta sinergia sobre la base de los resultados extremadamente altos de agitación de espuma sin suciedad.

15 **Ejemplo 28: Preparación de un antitranspirante de bola**

Se prepara la formulación antitranspirante de bola indicada en la tabla 15 mediante el siguiente procedimiento: se combinan agua desionizada y cloruro de aluminio y se calienta la mezcla aproximadamente a 65,6°C-68,3°C [150°F-155°F] con agitación moderada. A una temperatura comprendida entre aproximadamente 65,6°C [150°F] y aproximadamente 68,3°C [155°F], se añaden BRIJ 72, BRIJ 78 y STEPAN-MILD® L3 con mayor agitación. En la tabla 15 y otras tablas, "L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral" significa que el L3 utilizado puede ser un L3 quiral obtenido a partir de L-láctido o D-láctido, una mezcla racémica de L3 preparada a partir de meso-láctido, una mezcla de L2 y L3 preparada a partir de un proceso de ácido láctico, por ejemplo, o una mezcla de los mismos.

20

La mezcla de ingredientes se calienta de forma continua a una temperatura comprendida entre aproximadamente 71,1°C [160°F] y aproximadamente 73,9°C [165°F] y se mantiene dentro de este intervalo de temperaturas durante aproximadamente 15 minutos. A continuación, la mezcla se enfría a temperatura ambiente. Una vez alcanzada la temperatura ambiente, se añaden conservantes y fragancias. El pH del producto se puede ajustar con ácido cítrico o hidróxido de sodio hasta 3,5-4,0, si es necesario.

30

Tabla 15

Ingredientes	% en peso de principios activos
Clorhidrato de aluminio, solución al 50%	40,0
BRIJ 78 (Uniqema) Steareth-20	0,6
BRIJ 72 (Steareth-2)	1,8
STEPAN-MILD® L3 (L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral)	3,0
Conservante, fragancia	c. s.
Ácido cítrico, solución al 50%	c. s.
Hidróxido de sodio, solución al 50%	c. s.

35 **Ejemplo 29: Preparación de una loción protectora de UVA/UVB**

Se prepara una loción protectora con la formulación indicada en la tabla 16 mediante el siguiente procedimiento: se prepara una fase acuosa introduciendo agua desionizada y BRIJ 78 en un recipiente. La mezcla se mezcla y se calienta aproximadamente a 76,7°C-79,4°C [170°F-175 °F]. Se prepara una fase oleosa en un recipiente separado combinando STEPAN-MILD® L3, alcohol cetílico y HALLSTAR® GMS PURE. Se añade un agente de protección solar (PARSOL MCX, ESCALOL 587, PARSOL 1789, ESCALOL 567) a la fase oleosa, que a continuación se calienta aproximadamente a 76,7°C-79,4°C [170°F-175°F]. Se aumenta la agitación de la fase acuosa y se le añade lentamente la fase oleosa. La mezcla se emulsiona durante aproximadamente 20-25 minutos y se deja enfriar hasta

35

40

aproximadamente 26,7°C [80°F]. Si se desea, se añaden conservantes, colorantes y fragancias. El pH se ajusta con ácido cítrico o hidróxido de sodio hasta aproximadamente 5,5-6,5.

Tabla 16

5

Ingredientes	% en peso de principios activos
Agua desionizada	c. s. hasta 100,0
BRIJ 78 (Uniqema) Steareth-20	1,0
STEPAN-MILD® L3 (L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral)	10,0
Lipocol C (Lipo) - Alcohol cetílico	3,0
HALLSTAR® GMS PURE	2,0
PARSOL MCX (Givaudan-Roure) - p-metoxicinamato de etilhexilo	7,5
ESCALOL 587 (ISP) - Salicilato de octilo	5,0
PARSOL 1789 (Roche) - Avobenzona	2,0
ESCALOL 567 (ISP) - Benzofenona-3	3,0
Conservante, colorante, fragancia	c. s.
Ácido cítrico	c. s.
Hidróxido de sodio	c. s.

Ejemplo 30: Preparación de una loción de protección solar de agua en aceite con dióxido de titanio

10 Se prepara una protección solar con la formulación indicada en la tabla 17 mediante el siguiente procedimiento: se prepara una fase acuosa mezclando agua desionizada y STEPANQUAT™ ML. Se prepara una fase oleosa combinando Silicone DC-345, STEPAN-MILD® L3, ABIL EM-90, MT-100T y SALCARE SC-95. A continuación, la fase acuosa se incorpora a la fase oleosa y se mezcla bien durante aproximadamente 15-20 minutos. A continuación, se añaden conservantes, colorantes y fragancias y el conjunto se mezcla en un homogeneizador durante aproximadamente 3-5 minutos a 5.000 rpm.

15

Tabla 17

Ingredientes	% en peso de principios activos
Agua desionizada	c. s. hasta 100
STEPANQUAT™ ML	2,0
Silicone DC-345 (Dow Corning) - Cicloteticona	10,0
STEPAN-MILD® L3 (L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral)	10,0
ABIL EM-90 (Goldschmidt) - Cetil dimeticona copoliol	1,0
MT-100T (Tri-K) - Dióxido de titanio e hidróxido de aluminio y ácido esteárico	8,0
SALCARE SC-95 (Ciba) - Polyquaternium-37 + aceite mineral + PPG-1 Trideceth-6	2,0
Conservante, colorante, fragancia	c. s.

Ejemplo 31: Preparación de una loción de bronceado sin sol

20 Se prepara una loción bronceadora con la formulación indicada en la tabla 18 mediante el siguiente procedimiento: se prepara una fase acuosa mezclando agua desionizada y glicerina. Dicha fase acuosa se calienta aproximadamente a 71,1°C [160°F]. Se prepara una fase oleosa mezclando BRIJ 78, STEPAN-MILD® L3, HALLSTAR® GMS PURE, alcohol cetílico Lipocol C (Lipo) y WECOBEE® S. La fase oleosa se calienta a aproximadamente 73,9°C [165°F] y a continuación se incorpora a la fase acuosa con aumento de la agitación a aproximadamente 73,9°C [165°F] durante aproximadamente 20-25 minutos. La mezcla se deja enfriar a temperatura ambiente. Durante el enfriamiento, se incorpora Glydant a 48,9°C [120°F]. Se añade dihidroxiacetona premezclada con agua a 35°C [95°F]. La mezcla se mezcla bien y a continuación se ajusta su pH a aproximadamente 5,5-6,0.

30

Tabla 18

Ingredientes	% de principios activos
Agua desionizada	c. s. hasta 100
Glicerina	3,5
BRIJ 78 (Uniqema) Steareth-20	0,4
STEPAN-MILD® L3 (L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral)	10,0
HALLSTAR® GMS PURE	3,0
Lipocol C (Lipo) - Alcohol cetílico	2,0
WECOBEE® S (aceite vegetal hidrogenado)	2,5
DOW CORNING 200 Fluid, 350 cps (Dow Corning) Dimeticona	1,0
Glydant (Lonza) DMDM - Hidantoína	0,25
Dihidroxiacetona (EMD)	3,5

Ejemplo 32: Preparación de una loción para la piel con antioxidantes

5 Se prepara una loción para la piel con la formulación indicada en la tabla 19 mediante el siguiente procedimiento: se prepara una fase acuosa mezclando agua desionizada y BRIJ 78 en un recipiente, que se calienta aproximadamente a 76,7°C-79,4°C [170°F-175°F]. Se prepara una fase oleosa en un recipiente separado combinando STEPAN-MILD® L3, alcohol cetílico y HALLSTAR® GMS PURE. La fase oleosa se calienta aproximadamente a 76,7°C-79,4°C [170°F-175°F]. La fase oleosa se incorpora lentamente a la fase acuosa con un aumento progresivo de la agitación de esta última. La mezcla se emulsiona durante aproximadamente 20-25 minutos y se deja enfriar hasta 26,7°C [80°F]. A continuación, se añaden palmitato de vitamina A y acetato de vitamina E. Si se desea, se pueden añadir lentamente conservantes, colorantes y fragancias. El pH de la mezcla se puede ajustar con ácido cítrico o hidróxido de sodio hasta aproximadamente 5,5-6,5.

Tabla 19

Ingredientes	% de principios activos
Agua desionizada	c. s. hasta 100
BRIJ 78 (Uniqema) Steareth-20	1,0
STEPAN-MILDcB; L3 (L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral)	10,0
Lipocol C (Lipo) - Alcohol cetílico	3,0
HALLSTAR® GMS PURE	2,0
Palmitato de vitamina A	0,1-25
Acetato de vitamina E	0,1-25
Conservante, colorante, fragancia	c. s.
Ácido cítrico	c. s.
Hidróxido de sodio	c. s.

Ejemplo 33: Preparación de un acondicionador del pelo

20 Se prepara un acondicionador del pelo con la formulación indicada en la tabla 20 mediante el siguiente procedimiento: se introducen agua desionizada y Lexamine S-13 en un recipiente apropiado equipado con calefacción, refrigeración y agitación. La mezcla se calentó aproximadamente a 155°F-160°F (68°C-72°C). Se añaden AMMONYX® 4, AMMONYX® CETAC y alcohol cetílico a la mezcla. La mezcla se emulsiona durante aproximadamente 30 minutos y se deja enfriar a una temperatura comprendida entre aproximadamente 120°F y aproximadamente 125°F (48°C-52°C). Se añade a la mezcla cloruro de potasio disuelto en agua y se incorpora STEPAN-MILD® L3. Si es necesario, se ajusta el pH de la mezcla con ácido cítrico o hidróxido de sodio hasta aproximadamente 3,5-4,5. Si se desea, se añaden conservantes, colorantes y fragancias y la mezcla se enfría a temperatura ambiente.

Tabla 20

Ingredientes	% de principios activos
Agua desionizada	c. s. hasta 100
Lexamine S-13 (Dimetilamina de estearamidopropilo)	0,15
AMMONYX® 4 (cloruro de estearalconio)	5,55
AMMONYX® CETAC (cloruro de cetrimonio)	3,85
Lipocol C (Lipo) - Alcohol cerílico	3,0
Cloruro de potasio	0,3
STEPAN-MILD® L3 (L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral)	2,0
Ácido cítrico, solución al 50%	c. s.
Hidróxido de sodio, solución al 50%	c. s.
Fragancia, colorante, conservante	c. s.

Ejemplo 34: Preparación de un champú

5 Se prepara un champú con la formulación indicada en la tabla 21 mediante el siguiente procedimiento: se incorpora Polyquaternium-10 en agua desionizada y se añade STEPANOL® AM, STEPANOL® WA, HALLSTAR® EGAS y STEPAN-MILD-L3®. La mezcla se calienta a una temperatura comprendida entre aproximadamente 71,1°C [160°F] y aproximadamente 73,9°C [165°F] y se mantiene a dicha temperatura durante aproximadamente 20-25 minutos. A 10 continuación, la mezcla se deja enfriar a temperatura ambiente. Durante el enfriamiento, se añaden glicerina y SILPLEX J-2S a 37,8°C [100°F] y se mezcla bien. Se añaden conservantes, fragancias y colorantes a temperatura ambiente. El pH de la mezcla se ajusta con ácido cítrico o hidróxido de sodio hasta aproximadamente 5,5-6,5, y la viscosidad de la mezcla se ajusta con cloruro de amonio a la viscosidad deseada en un intervalo comprendido entre aproximadamente 5 Pa·s [5.000 cps] y aproximadamente 11 Pa·s [11.000 cps], más preferentemente entre 15 aproximadamente 8 Pa·s [8.000 cps] y aproximadamente 10 Pa·s [10.000 cps].

Tabla 21

Ingredientes	% de principios activos
Agua desionizada	c. s. hasta 100
UCare JB-400 Amerchol (Polyquaternium-10)	0,15
STEPANOL® AM (laurilsulfato de amonio)	7,0
STEPANOL® WA (laurilsulfato de sodio)	6,0
STEPAN-MILD® L3 (L3/meso L3/mezcla de L2/L3 quiral)	2,0
HALLSTAR® EGAS (estearato de glicol/estearamida AMP)	0,5
Glicerina	0,5
SILPLEX J-2S (Silicone Quaternium-)	0,5
Fragancia, colorante, conservante	c. s.
Ácido cítrico, solución al 50%	c. s.
Hidróxido de sodio, solución al 50%	c. s.
Cloruro de amonio	c. s.

Ejemplo 35: Preparación de un producto de lactil lactato de laurilo a partir de ácido láctico

20 Se introdujeron aproximadamente 169 g (1,6 moles) de ácido láctico, 47 ml (0,2 mol) de alcohol graso C12-14 y 5 g (2,4% de la masa total) de pTSA en un matraz de cuatro bocas de 500 ml equipado con agitador mecánico superior, entrada y salida de N₂, termopar/controlador de temperatura/manta calefactora y un condensador con trampa de Dean-Stark. La mezcla de reacción se agitó y se calentó a 185°C. Tras agitar a esta temperatura durante 25 aproximadamente 4 horas, tiempo durante el cual se recogieron 50 ml de agua, la reacción se dejó enfriar y se tomó una muestra para detectar la compleción de la reacción. La mezcla se enfrió y se lavó con solución saturada de cloruro sódico (3 x 80 ml) y se neutralizó con NaHCO₃ saturado (acuoso). La mezcla se secó sobre Na₂SO₄ y se filtró. 30

El análisis de cromatografía de gases pone de manifiesto que el producto de reacción contiene lactil lactato de laurilo (L3) y lactato de laurilo (L2) en una relación de aproximadamente 1:0,7.

Ejemplo 36: Estudio de las propiedades superficiales de mezclas de tensioactivos que contienen lactil lactato de laurilo

En este ejemplo se analizó el efecto del lactil lactato de laurilo (L3) en la reducción de la concentración micelar crítica (CMC) y el área por molécula de siete tensioactivos de uso habitual. El L3 analizado se obtuvo a través de Stepan Company con el nombre comercial STEPAN-MILD® L3. Los siete tensioactivos analizados se indican en la siguiente tabla 22:

Tabla 22

STEOL® CS-230	Sal disódica de sulfato de alquilo etoxilado C12-C14 con 2 moles de óxido de etileno por mol de alcohol
STEPANOL® WA-EXTRA	Sal sódica de sulfato de alquilo C12-C14
ALPHA-STEP® PC-48	Relación promedio de 6:1 de éster C12-C18 metílico de sodio (y) ácido graso C12-C18 sulfonado disódico
BIOTERGE® PAS-8S	Octansulfonato de sodio
AMPHOSOL® HCG	Cocamidopropilbetaína
BIOSOFT® N91-8	Etoxilados de alcohol a base de un alcohol sintético C9-11
AMMONYX® CETAC	Cloruro de cetrimonio

Se prepararon siete composiciones de tensioactivos de control (controles 1-7), según las formulaciones indicadas en las tablas 23A y 23B, que contenían sólo uno o dos de los siete tensioactivos convencionales, y nueve composiciones tensioactivas de muestra (muestras 1A-C y 2-7) que contenían uno o dos de los tensioactivos convencionales y L3. Se midió la CMC de cada composición de tensioactivos con un tensiómetro Krüss K12 (Krüss USA, Matthews, Carolina del Norte, Estados Unidos) mediante valoración automática. La temperatura se mantuvo a 25°C. El área por molécula se calculó según la ecuación de Gibbs. Los resultados del ensayo se muestran en las tablas 23A y 23B.

Tabla 23A Propiedades de superficie de mezclas de tensioactivos con lactil lactato de laurilo

	Control 1 % de principios activos	Muestra 1A % de principios activos	Muestra 1B % de principios activos	Muestra 1C % de principios activos	Control 2 % de principios activos	Muestra 2 % de principios activos	Control 3 % de principios activos	Muestra 3 % de principios activos
STEOL CS-230	15	14	12	10,91				
STEPANOL WA-EXTRA					15	14,7		
ALPHASTEP PC-48							12	10,91
AMPHOSOL HCG				2,73			3	2,73
STEPAN-MILD L3		1	3	1,36		0,3		1,36
Agua	c. hasta 100 s. hasta 100	c. hasta 100 s. hasta 100	c. hasta 100 s. hasta 100	c. s. hasta 100	c. s. hasta 100	c. s. hasta 100	c. s. hasta 100	c. s. hasta 100
Aspecto	Líquido nítido	Líquido nítido	Líquido nítido	Líquido nítido	Líquido nítido	Líquido nítido	Líquido nítido	Líquido nítido
CMC (mg/l)	171,1	25,8	10	16,9	184,9	47,15	35,1	16
Área por molécula (Å ²)	49,9	28	27,1	26,3	38,3	24,1	30,1	26,4

Tabla 23B Propiedades de superficie de mezclas de tensioactivos con lactil lactato de laurilo

	Control 4 % de principios activos	Muestra 4 % de principios activos	Control 5 % de principios activos	Muestra 5 % de principios activos	Control 6 % de principios activos	Muestra 6 % de principios activos	Control 7 % de principios activos	Muestra 7 % de principios activos
BIOTERGE® PAS-8S	15	14						
AMPHOSOL HCG			15	12				
BIOSOFT N91-8					15	14		
AMMONYX CETAC							15	14
STEPAN- MILD L3		1		3		1		1
Agua	c. s. hasta 100	c. s. hasta 100	c. s. hasta 100					
Aspecto	Líquido nítido							
CMC (mg/l)	10.680	33,57	15,3	6,6	346	16,6	292	11,1
Área por molécula (Å ²)	41,5	28	28,1	23,59	56,1	38,5	56,3	21,9

5 Sorprendentemente, se puso de manifiesto que, para cada tensioactivo convencional analizado, la mezcla de
 10 tensioactivos que comprendía lactil lactato de laurilo presentaba una concentración micelar crítica (CMC)
 significativamente menor que la que no contenía lactil lactato de laurilo. También se puso de manifiesto
 inesperadamente que el lactil lactato de laurilo reducía eficazmente el área/molécula en la mezcla de tensioactivos
 que comprendía lactil lactato de laurilo. Dicha reducción del área/molécula mejoró el empaquetamiento molecular del
 tensioactivo en la interfase aire/agua. Los resultados inesperados demostraron las propiedades sinérgicas de las
 mezclas de tensioactivos que comprenden lactil lactato de laurilo.

15 La eficiencia del lactil lactato de laurilo en la reducción de la CMC resultó particularmente sorprendente. Tal como
 muestran el control 4 y la muestra 4, la reducción de la CMC en una mezcla de L3 y PAS-8S fue de más del 99% en
 comparación con la composición que sólo contenía PAS-8S. También se puso de manifiesto que el lactil lactato de
 laurilo era compatible con diferentes tipos de tensioactivos, incluidos, por ejemplo, tensioactivos aniónicos, no
 iónicos, catiónicos y anfóteros. El lactil lactato de laurilo ha demostrado su capacidad de reducir la CMC y el
 área/molécula en todas estas categorías de tensioactivos. Las muestras 1A-C y 2-4 representaban mezclas de
 20 tensioactivos aniónicos. Las muestras 5-7 representaban mezclas de tensioactivos anfóteros, no iónicos y
 catiónicos, respectivamente. La reducción de la CMC en estos ejemplos estuvo comprendida entre
 aproximadamente el 30% y aproximadamente el 99%. La reducción en el área/molécula estuvo comprendida entre
 aproximadamente el 10% y aproximadamente el 60%.

25 **Ejemplo 37: Estudio de las propiedades reológicas de suavizantes de ropa que contienen lactil lactato de laurilo**

25 En este experimento, se analizó la capacidad del lactil lactato de laurilo para ser utilizado como modificador
 reológico. La composición de control sólo contenía metilsulfato de metil-bis[etil(seboato)]-2-hidroxiethylamonio,
 comercialmente disponible a través de Stepan Company como STEPANTEX® VT-90. Las dos muestras contenían
 30 una mezcla de STEPANTEX® VT-90 y lactil lactato de laurilo en unas relaciones de 4:1 y 3:2, respectivamente. Se
 analizaron las viscosidades de las tres composiciones a 20°C, 30°C y 40°C, y los resultados se indican en la
 siguiente tabla 24.

Tabla 24 Propiedades reológicas de suavizantes de ropa que contienen lactil lactato de laurilo

	Control % en peso	Muestra 1 % en peso	Muestra 2 % en peso
STEPANTEX VT-90 (peso bruto)	100	80	60
STEPANTEX VT-90 (% de principios activos)	90	72	54
Lactil lactato de laurilo		20	40
% de sólidos totales	90	92	94
Viscosidad a 20°C, Pa·s [cps]	43,8 [43.820]	9,7 [9.712]	7,3 [7.337]
Viscosidad a 30°C Pa·s [cps]	10,7 [10.742]	1,0 [1.021]	0,6 [558]
Viscosidad a 40°C Pa·s [cps]	1,3 [1.336]	0,4 [440]	0,1 [135]

5 Los resultados mostrados en la tabla 24 demuestran la capacidad de reducción de la viscosidad del lactil lactato de laurilo en suavizantes de ropa. Mediante la incorporación de lactil lactato de laurilo en un suavizante de ropa, la viscosidad del sistema tensioactivo se redujo significativamente.

10 **Ejemplo 38: Estudios comparativos de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal y de formación de espuma de lactil lactatos de laurilo con diferente quiralidad**

Se prepararon tres composiciones, cada una de las cuales contenía un 12% en peso de principios activos de SLES-2 (CS-230) y un 3% en peso de principios activos de L-lactil lactato de laurilo a partir de L-láctido ("L3 utilizando L-láctido"), lactil lactato de laurilo preparado a partir de una mezcla de L-láctido (15%) y meso-láctido (85%) ("L3 utilizando L/meso-láctido"), o lactil lactato de laurilo racémico preparado a partir de láctido racémico ("L3 utilizando láctido racémico"). No se añadió aceite a las composiciones.

20 Se analizó el comportamiento de espumación de cada composición mediante el método de ensayo de agitación de espuma (también llamado método del volteo de probeta), tal como se ha descrito anteriormente. Se registraron los resultados de formación de espuma de las tres composiciones sin aceite (tanto en el instante inicial como al cabo de cinco minutos) que se muestran en la figura 21.

25 Los resultados en ausencia de aceite ponen de manifiesto que las composiciones estudiadas que comprendían L3 utilizando L-láctido o L3 utilizando L/meso-láctido eran comparables y que ambas presentaban mayores alturas de espuma que la composición que comprendía L3 utilizando láctido racémico.

30 Se analizó en las tres composiciones la respuesta de la viscosidad a la concentración de sal de acuerdo con el método de ensayo de respuesta de la viscosidad a la concentración de sal tal como se ha descrito anteriormente, y los resultados se muestran en la figura 22. Los resultados ponen de manifiesto que el L3 utilizando L-láctido tiene una mayor propiedad de formación de viscosidad que el L3 utilizando L/meso-láctido, que a su vez es mejor que el L3 utilizando láctido racémico.

35 **Ejemplo 39: Estudio comparativo del proceso de ácido láctico de la patente US nº 3.144.341 y otro proceso de ácido láctico**

40 En este ejemplo, se reprodujo el método de ácido láctico de la patente de Estados Unidos 3.144.341 (patente 341) y se comparó con otro método de ácido láctico. Según la descripción de la patente 341, no se utilizó ningún catalizador y la relación molar equivalente de ácido láctico con respecto a alcohol láurico fue de aproximadamente 2,1:1. Se llevaron a cabo seis experimentos (experimentos 1-6) del método de ácido láctico en un proceso similar al descrito en el anterior ejemplo 35. En cada uno de los experimentos 1-5, se utilizó NAFION, pTSA, ácido metanosulfónico, eterato de BF₃ o ácido fosfórico como catalizador y el ácido láctico y el alcohol láurico se utilizaron en una relación molar equivalente de aproximadamente 4:1. En el experimento 6 se utilizó pTSA como catalizador, y el ácido láctico y el alcohol láurico se utilizaron en una relación molar equivalente de aproximadamente 8:1. La relación de L2 con respecto a L3 de cada producto de reacción, obtenida por cromatografía de gases, se muestra en la siguiente tabla 25.

45

Tabla 25

Proceso	Equivalentes de alcohol láurico	Equivalentes de ácido láctico	Catalizador	Relación L2:L3
US 3.144.341	1	2,1	Ninguno	2,3:1
Experimento 1	1	4	NAFION	1,2:1
Experimento 2	1	4	pTSA	0,9:1
Experimento 3	1	4	Ácido metanosulfónico	1,1:1
Experimento 4	1	4	Eterato de BF ₃	1:1
Experimento 5	1	4	Ácido fosfórico	1,3:1
Experimento 6	1	8	pTSA	0,7:1

5 Los resultados pusieron de manifiesto que el método de ácido láctico puede proporcionar un producto que contiene una relación mucho más alta de L3 con respecto a L2 en comparación con el producto obtenido por el método de la patente 341.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar un lactil lactato de alquilo que comprende las etapas siguientes:
 - 5 proporcionar una mezcla que comprende láctido, por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo y, por lo menos un catalizador ácido, en el que el láctido y dicho por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo están presentes en cantidades molares equivalentes; y
 - 10 hacer reaccionar el láctido y dicho por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo en ausencia de disolvente a una temperatura dentro del intervalo de 15°C a 100°C.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho por lo menos un catalizador ácido es H₂SO₄, HCl, ácido p-toluenosulfónico, un ionómero NAFION® o una mezcla de los mismos.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el láctido es L-láctido, *meso*-láctido, láctido racémico o una mezcla de los mismos.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo es un alcohol graso que presenta de 6 a 18 átomos de carbono y es preferentemente el alcohol láurico.
- 20 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho por lo menos un compuesto que contiene hidroxilo está alcoxilado.
- 25 6. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la etapa siguiente: formar un líquido claro y homogéneo.

Figura 1

Respuesta de la viscosidad a la concentración de sal
 (Formulación: 12% de ingredientes activos de SLES-2 con un 3% de
 ingredientes activos de tensioactivo secundario)

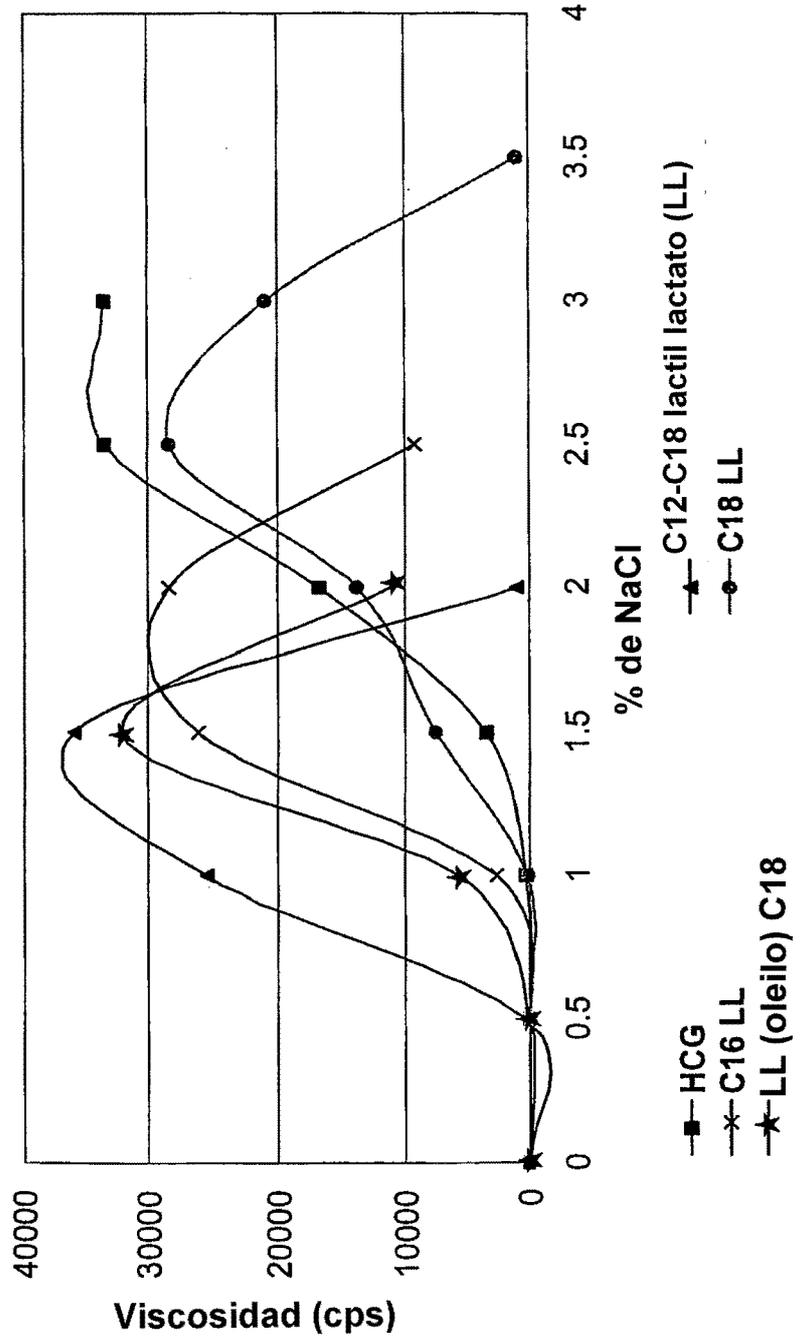


Figura 2

Respuesta de la viscosidad a la concentración de sal
 (Formulación: 12% de ingredientes activos de SLES-2; 3% de ingredientes
 activos de tensioactivo secundario)

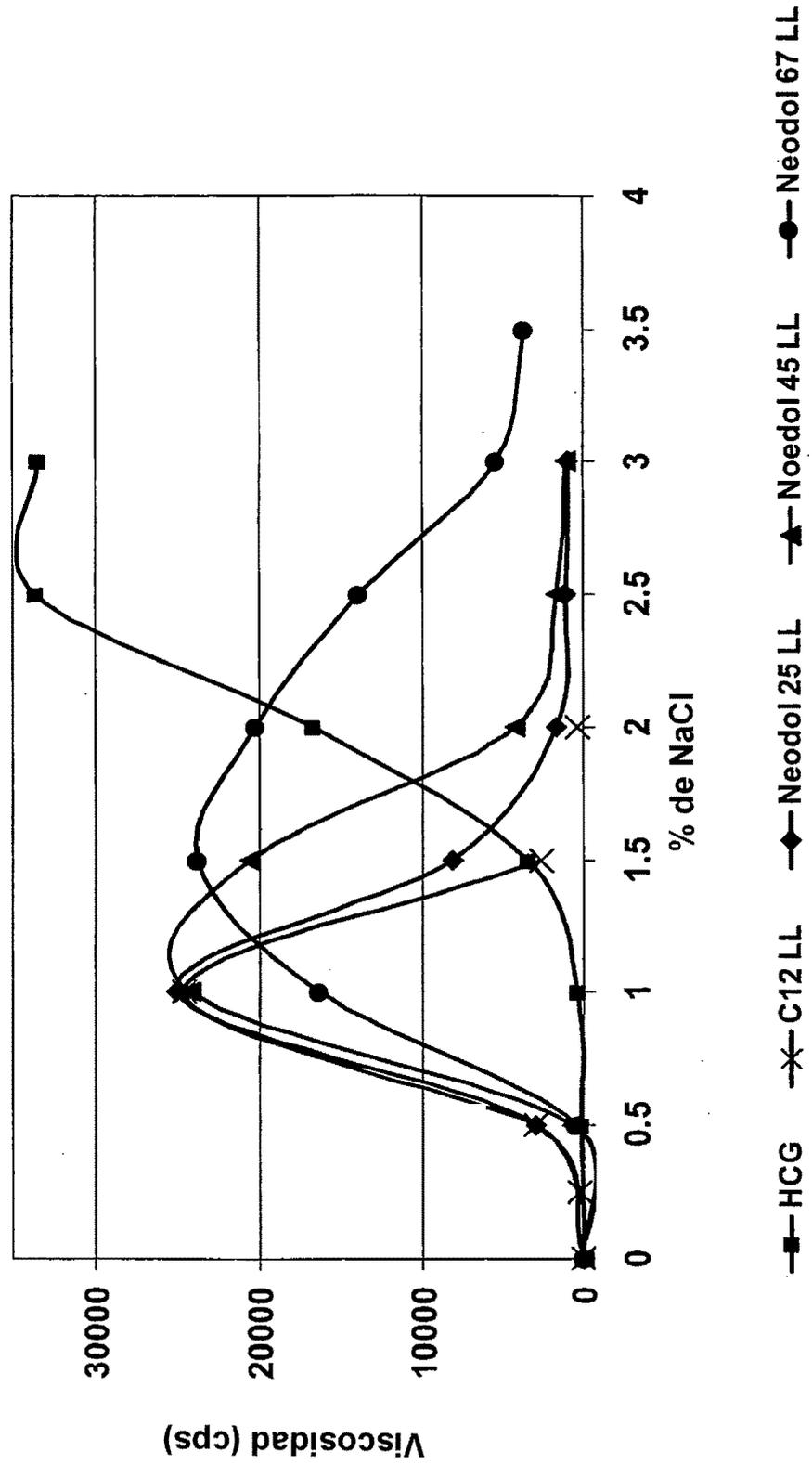


Figura 3
Resultados de formación de espuma

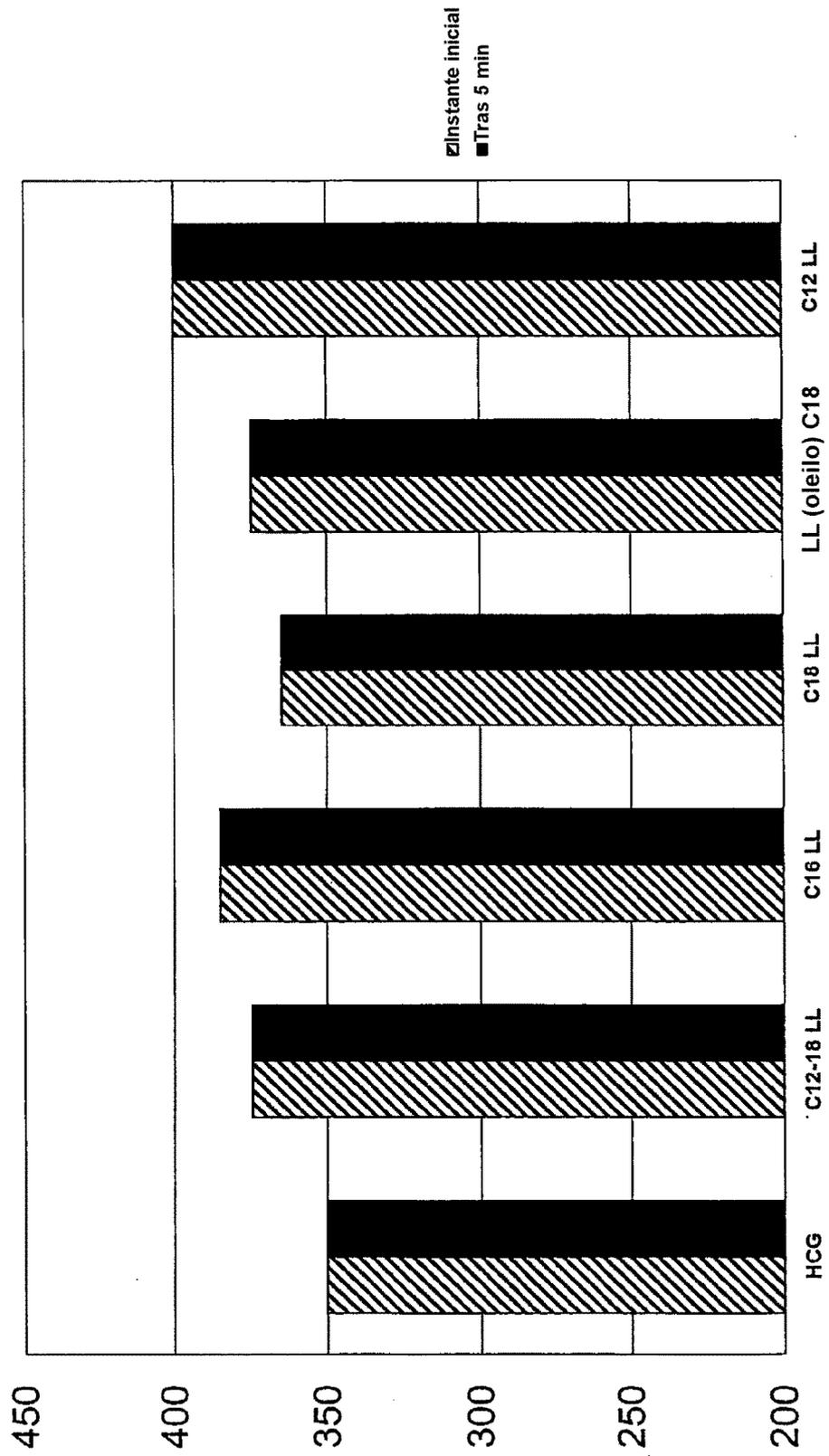


Figura 4
Resultados de formación de espuma

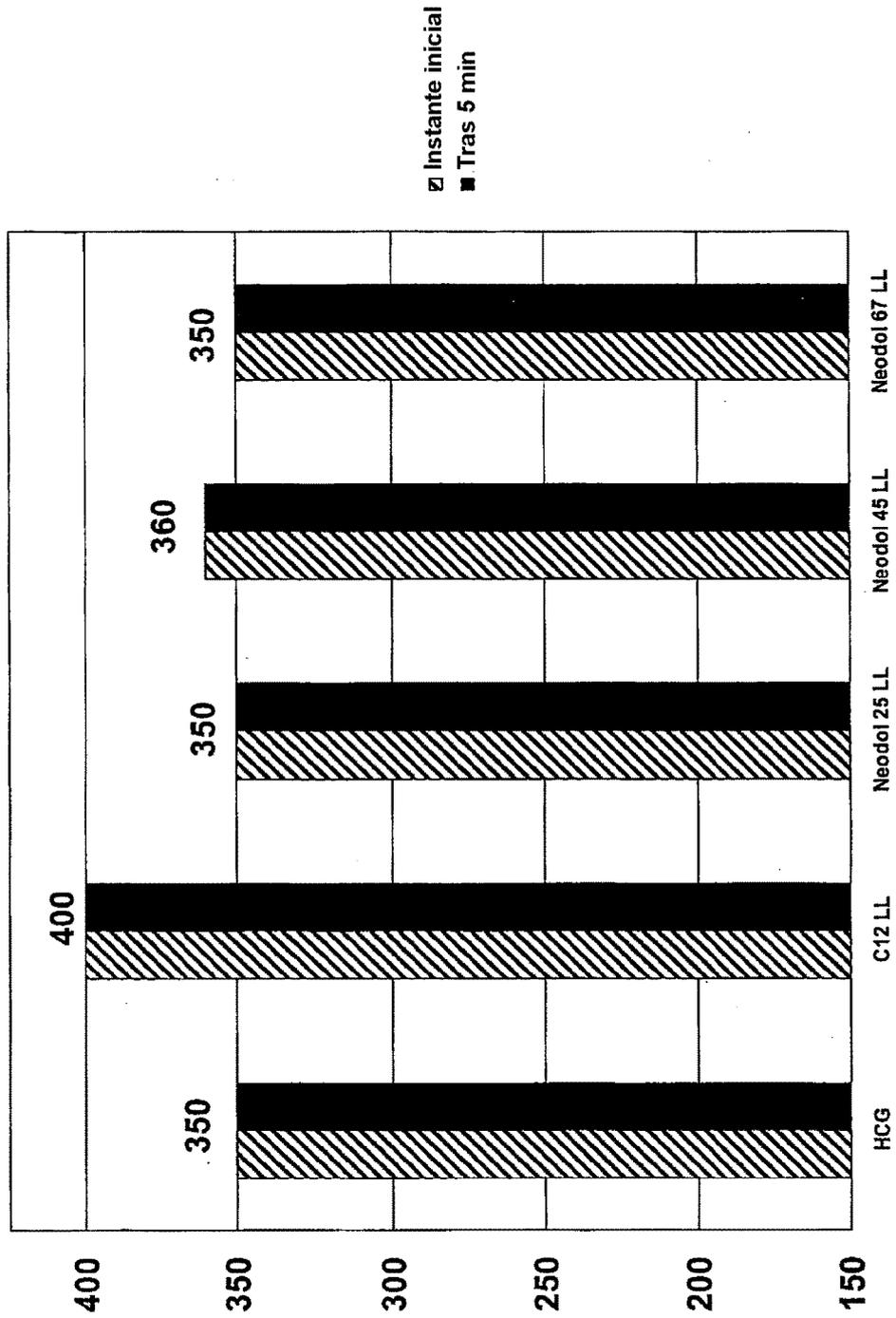


Figura 5
Resultados de suavidad e hidratación

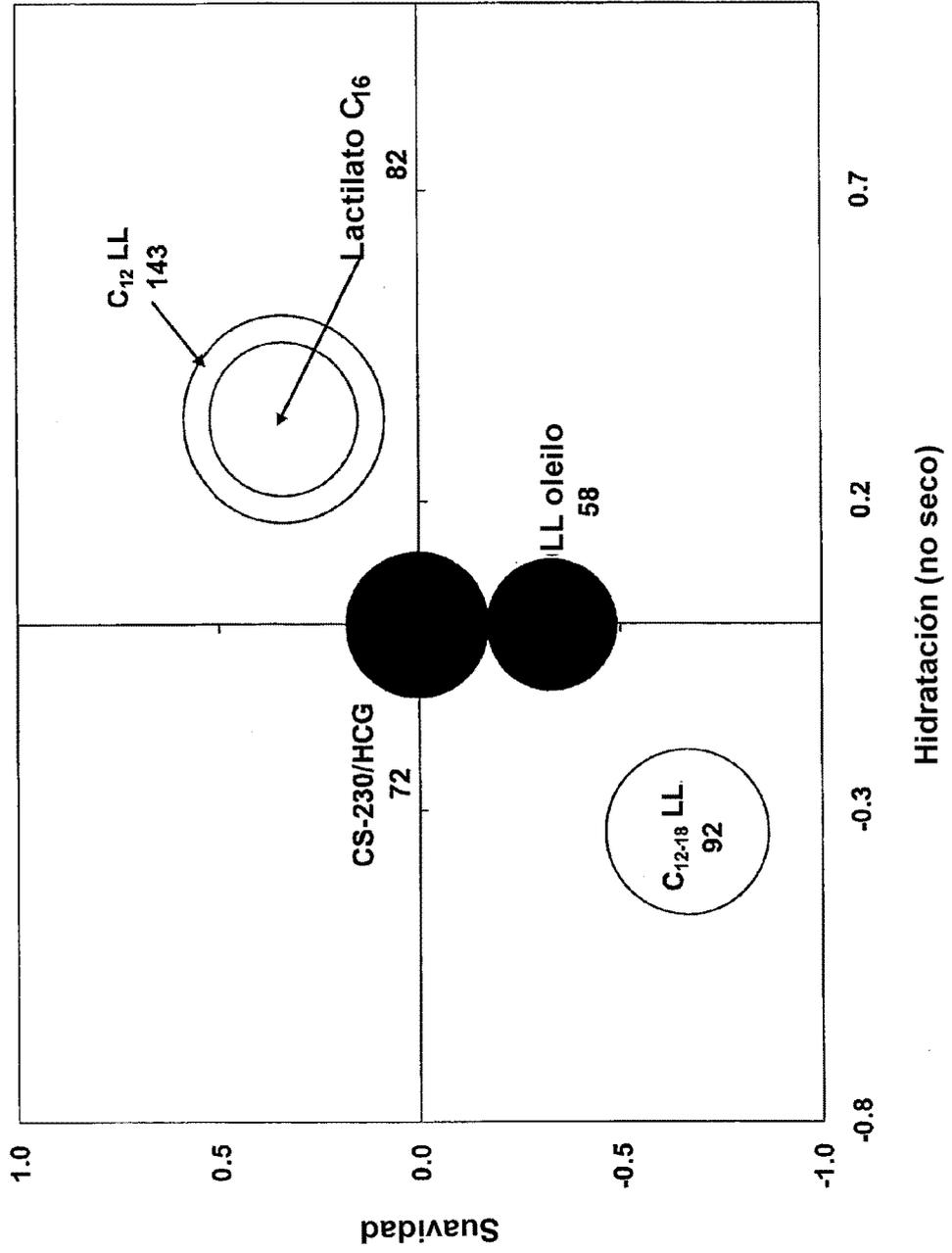


Figura 6
Resultados de suavidad e hidratación

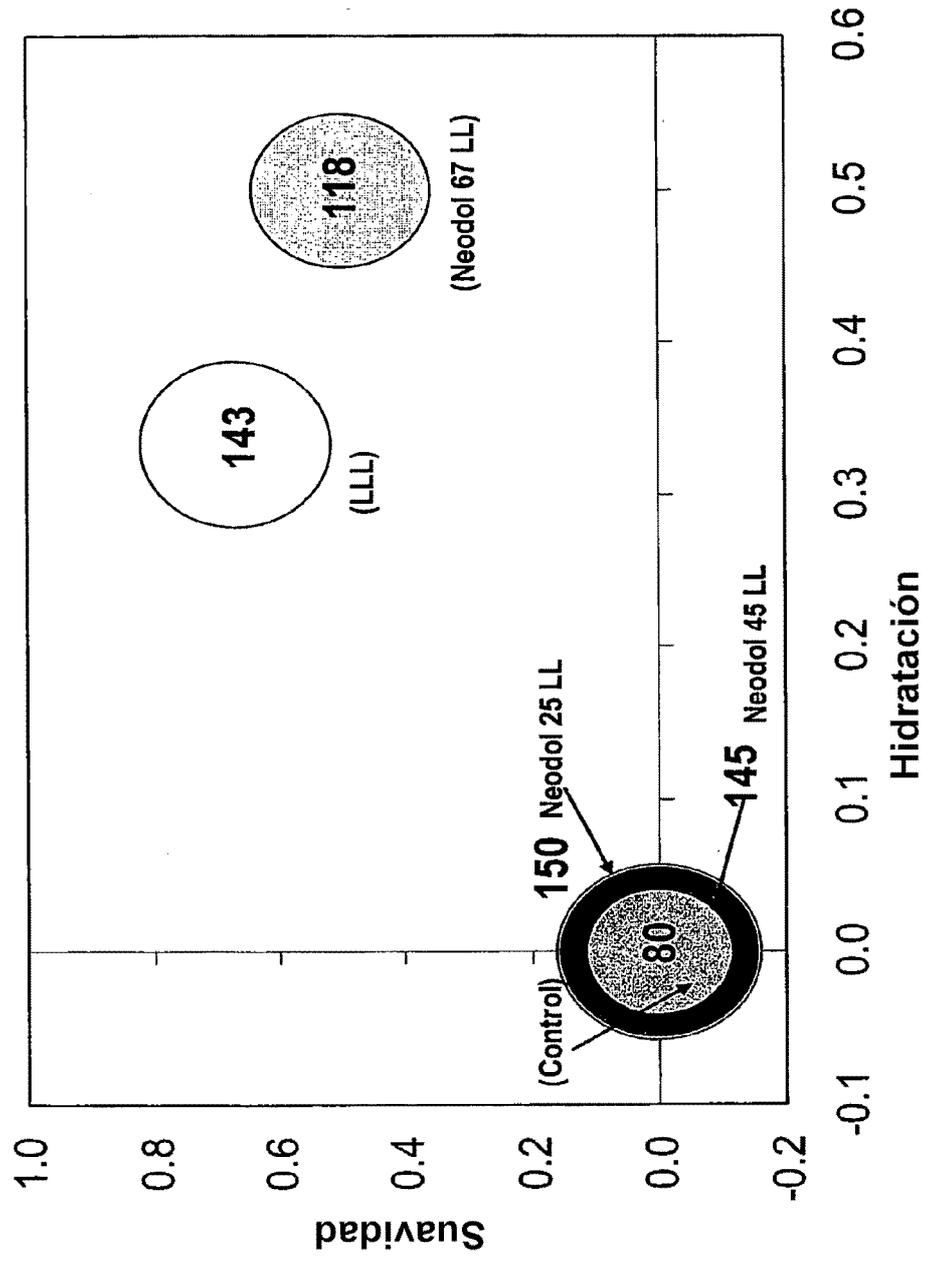


Figura 7
Resultados de estabilidad

		Temperatura ambiente			50° C		
Sistema	Tiempo (semanas)	pH	Viscosidad (cps)	pH	Viscosidad (cps)		
Sin tamponar	0	6.0	4,200	6.0	4,200		
Tamponado	0	5.6	600	5.6	600		
Sin tamponar	1						
Tamponado	1	5.4	600	5.4	700		
Sin tamponar	2	6.0	4,000	4.0	3,000		
Tamponado	2	5.3	600	4.9	700		
Sin tamponar	3						
Tamponado	3	5.3	600	4.8	800		
Sin tamponar	4						
Tamponado	4	5.4	550	4.6	700		

Figura 8
Resultados de suavidad e hidratación

- A = CS-230/L3 14:1 15%
- B = CS-230/L3 14:1 14%
- C = CS-230/L3 14:1 13%
- D = CS-230/L3 14:1 12%

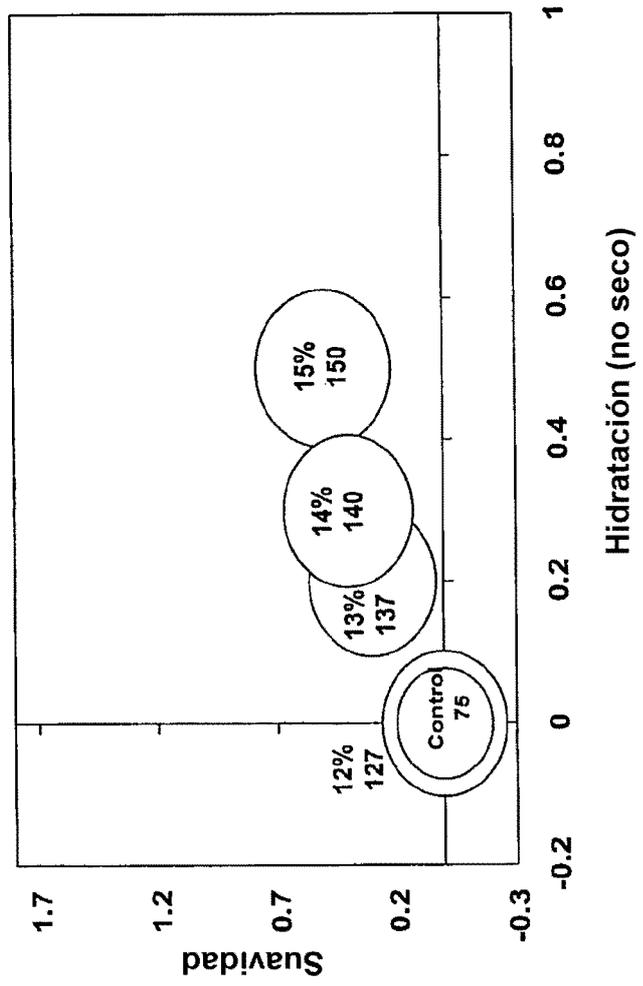


Figura 9
Resultados de viscosidad frente a % de NaCl

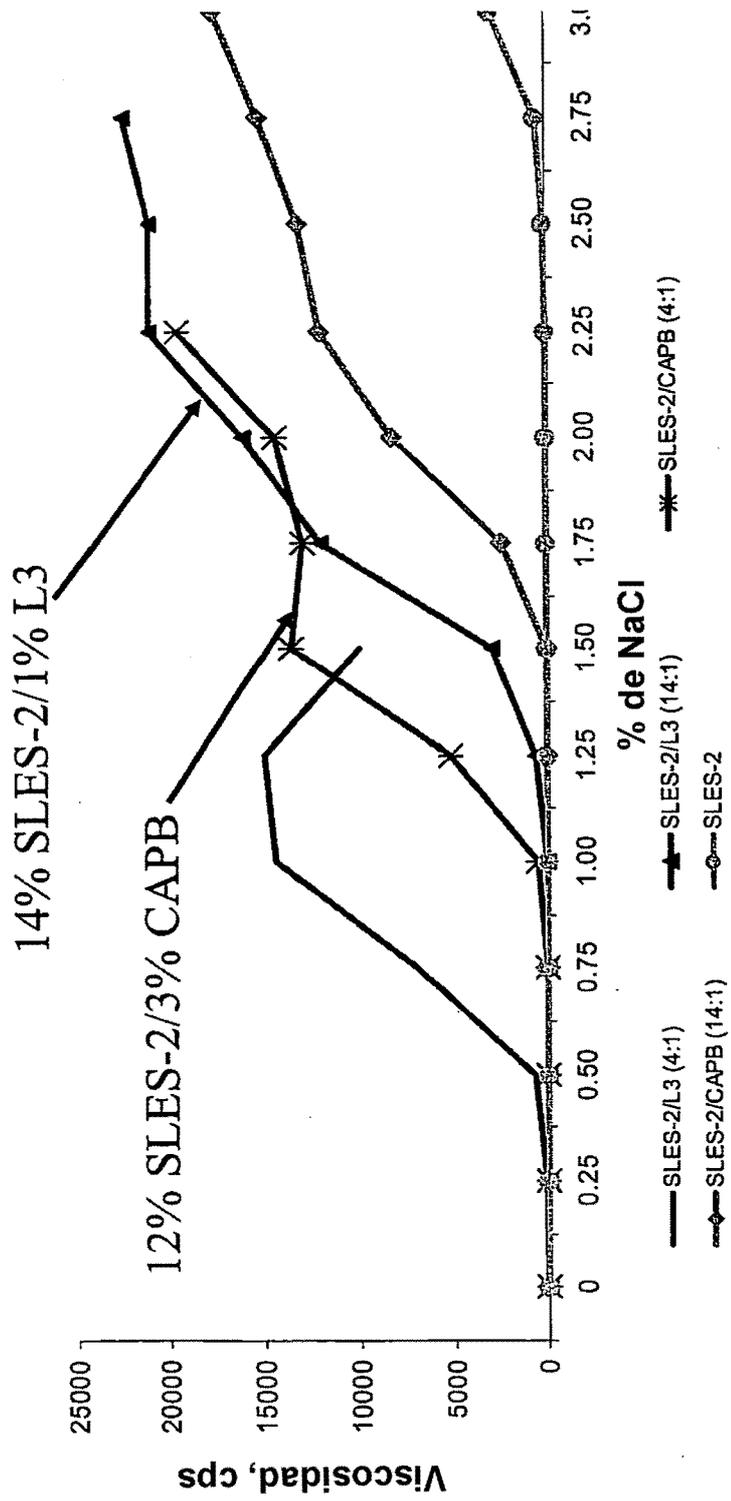
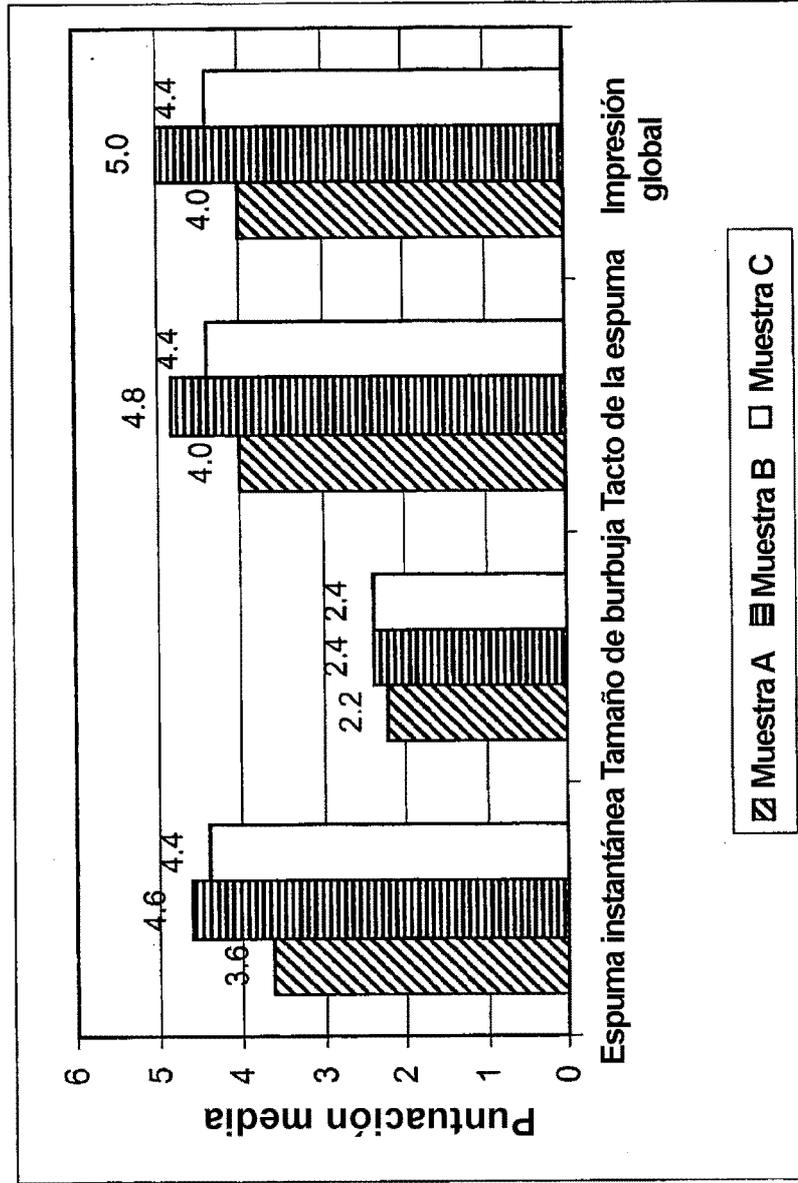
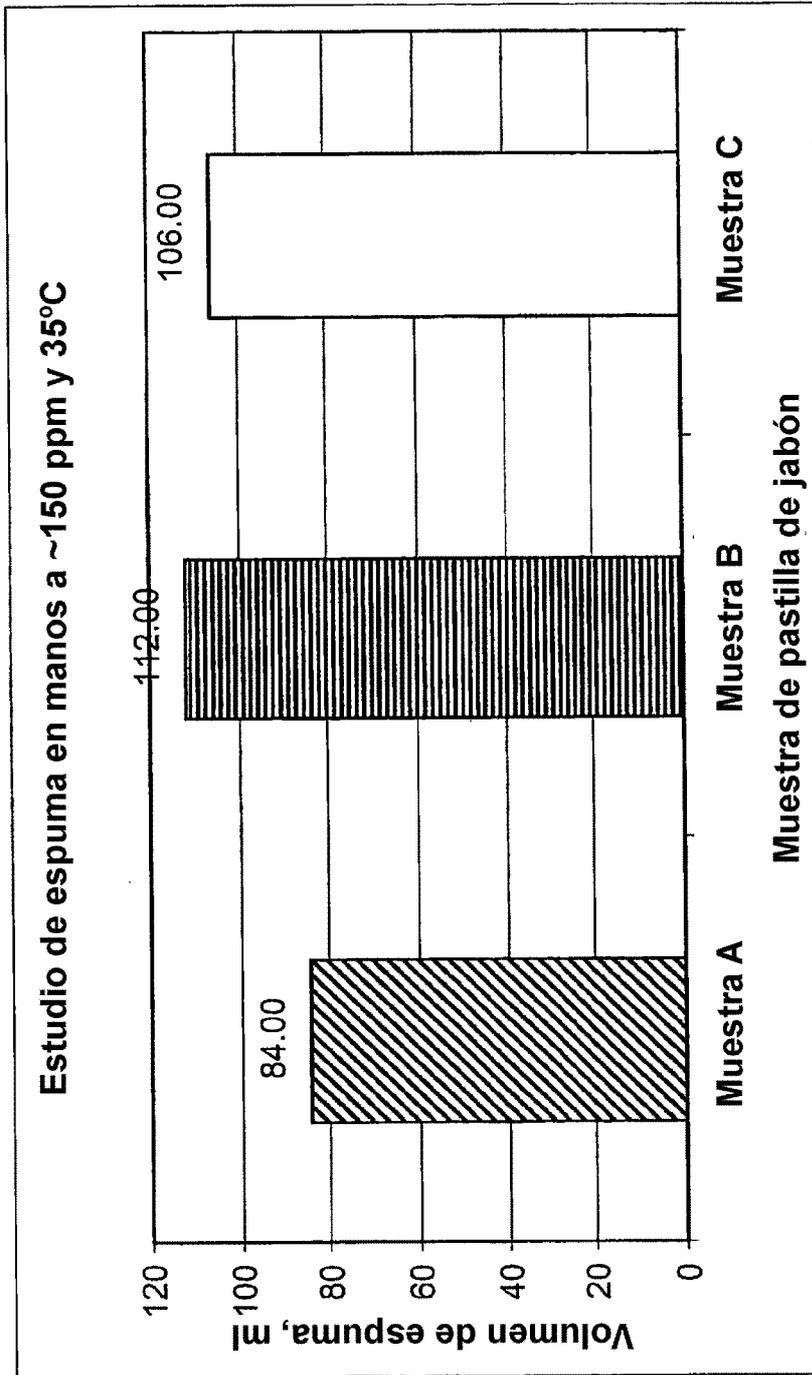


Figura 10
Resultados de formación de espuma en manos mediante evaluación
de grupo de expertos



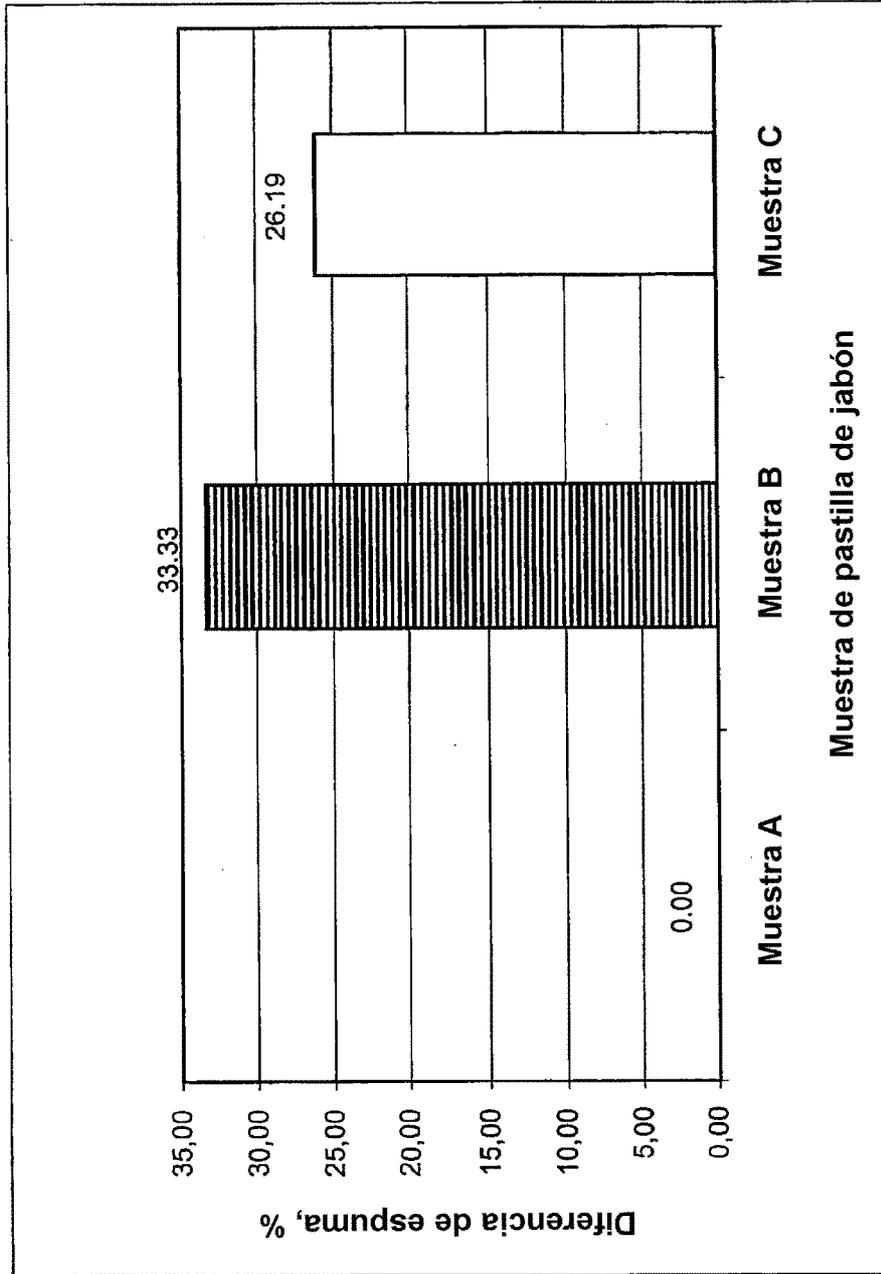
Nota: puntuación más alta = mejor comportamiento; una diferencia de 1 unidad o más entre productos se considera significativa en una escala de puntuación del 1 al 5.

FIGURA 11



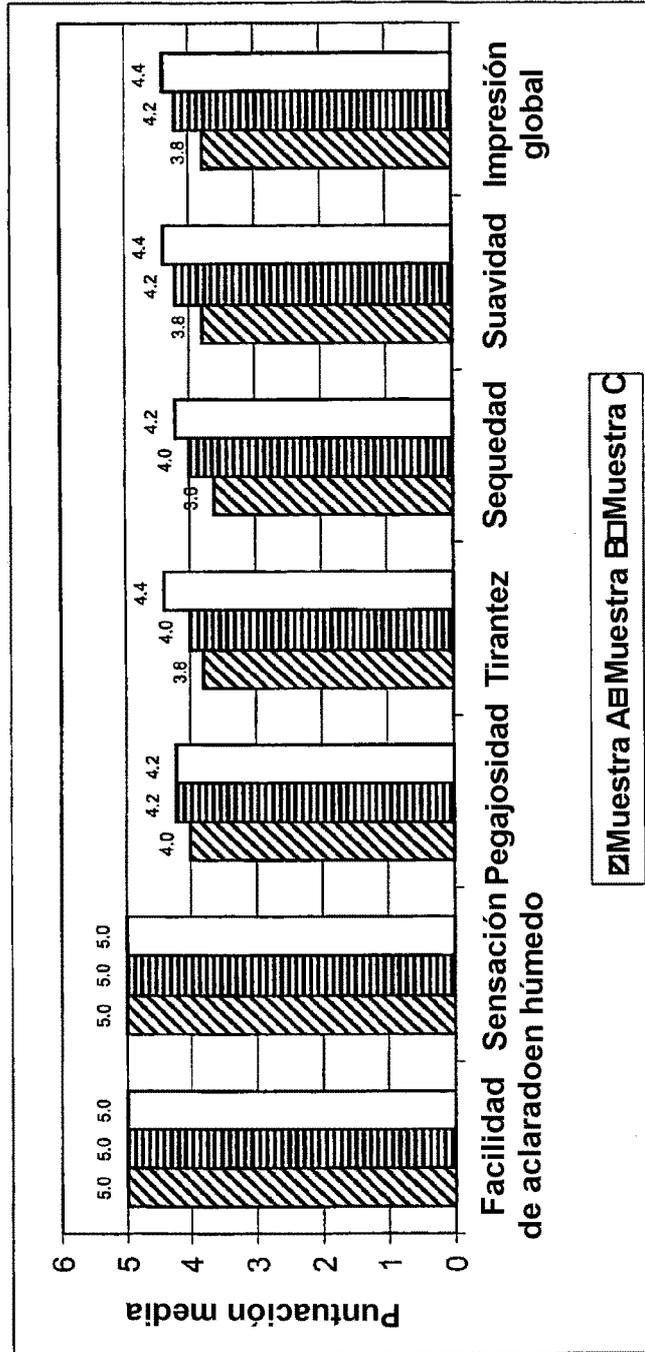
Nota: los resultados de formación de espuma representan un promedio de cinco evaluadores expertos; una diferencia igual o superior a 10 ml se considera significativa (puntuación más alta = mejor).

Figura 12
Comparación de formación de espuma en manos



Nota: los resultados de formación de espuma representan un promedio de cinco evaluadores expertos; una diferencia igual o superior a 10 ml se considera significativa (puntuación más alta = mejor).

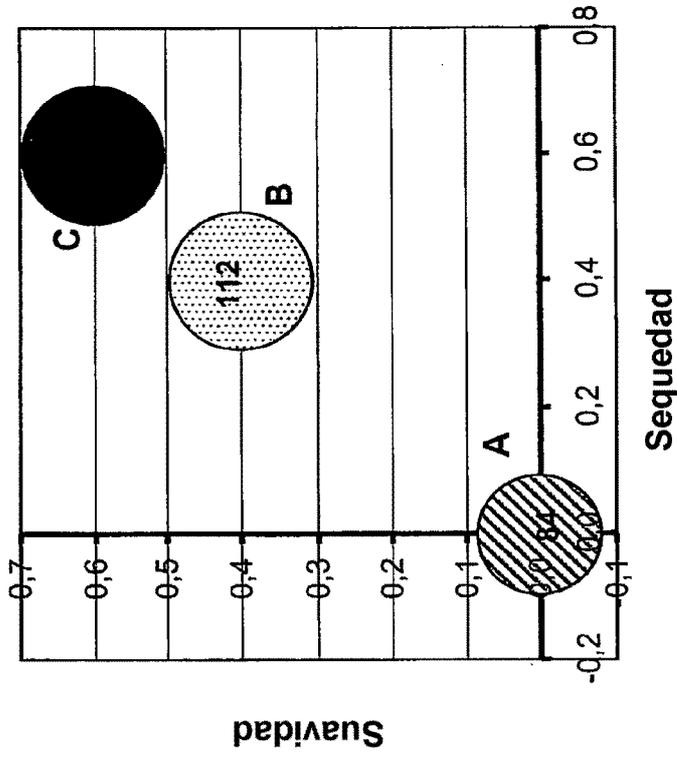
Figura 13
Propiedades



Nota: puntuación más alta = mejor comportamiento; una diferencia igual o mayor que 1 se considera significativa en una escala de puntuación del 1 al 5.

Figura 14

Sensación en la piel y formación de espuma



Nota: una diferencia igual o mayor que 0,75 se considera significativa en una escala de puntuación del 1 al 5; cuanto mayor es la puntuación, mejor es el comportamiento.

Figura 15
Estudios de espuma en manos (15% de ingredientes activos totales)

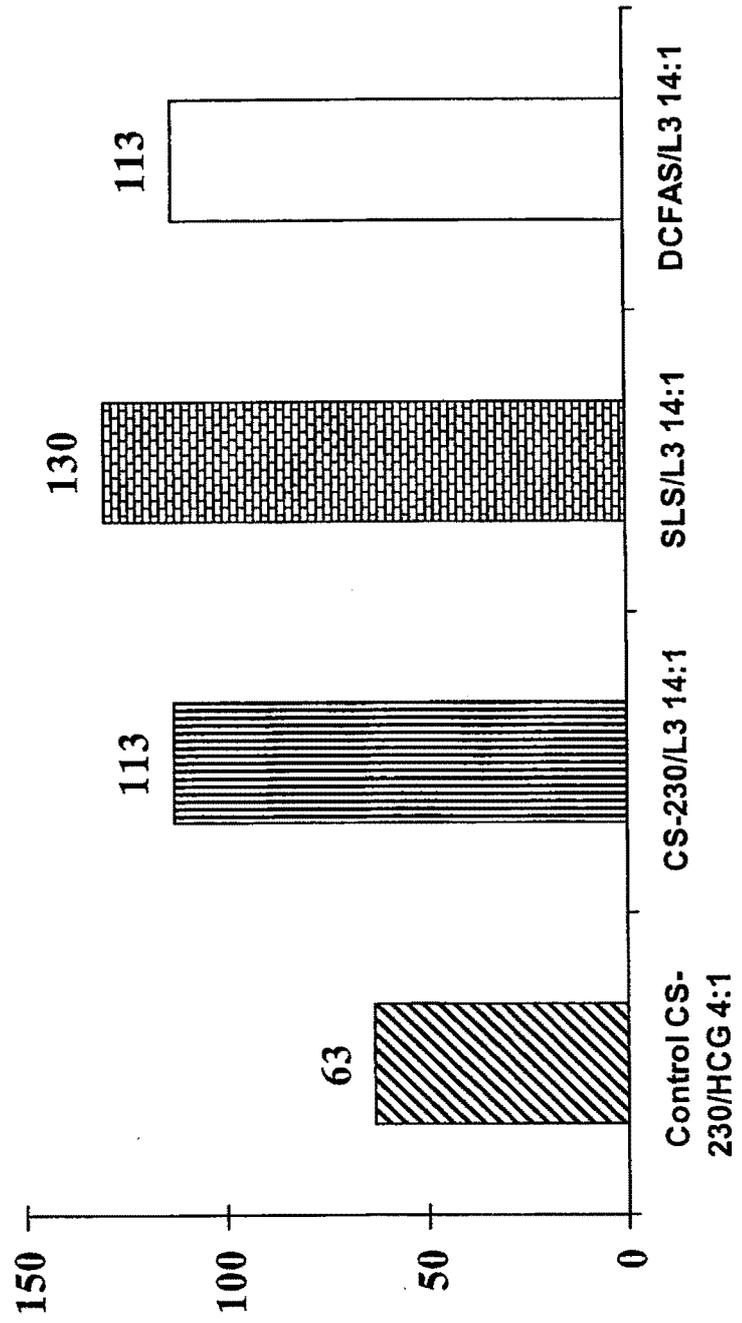


Figura 16
Estudios de espuma en manos (relación 14:1; 15% de ingredientes activos totales)

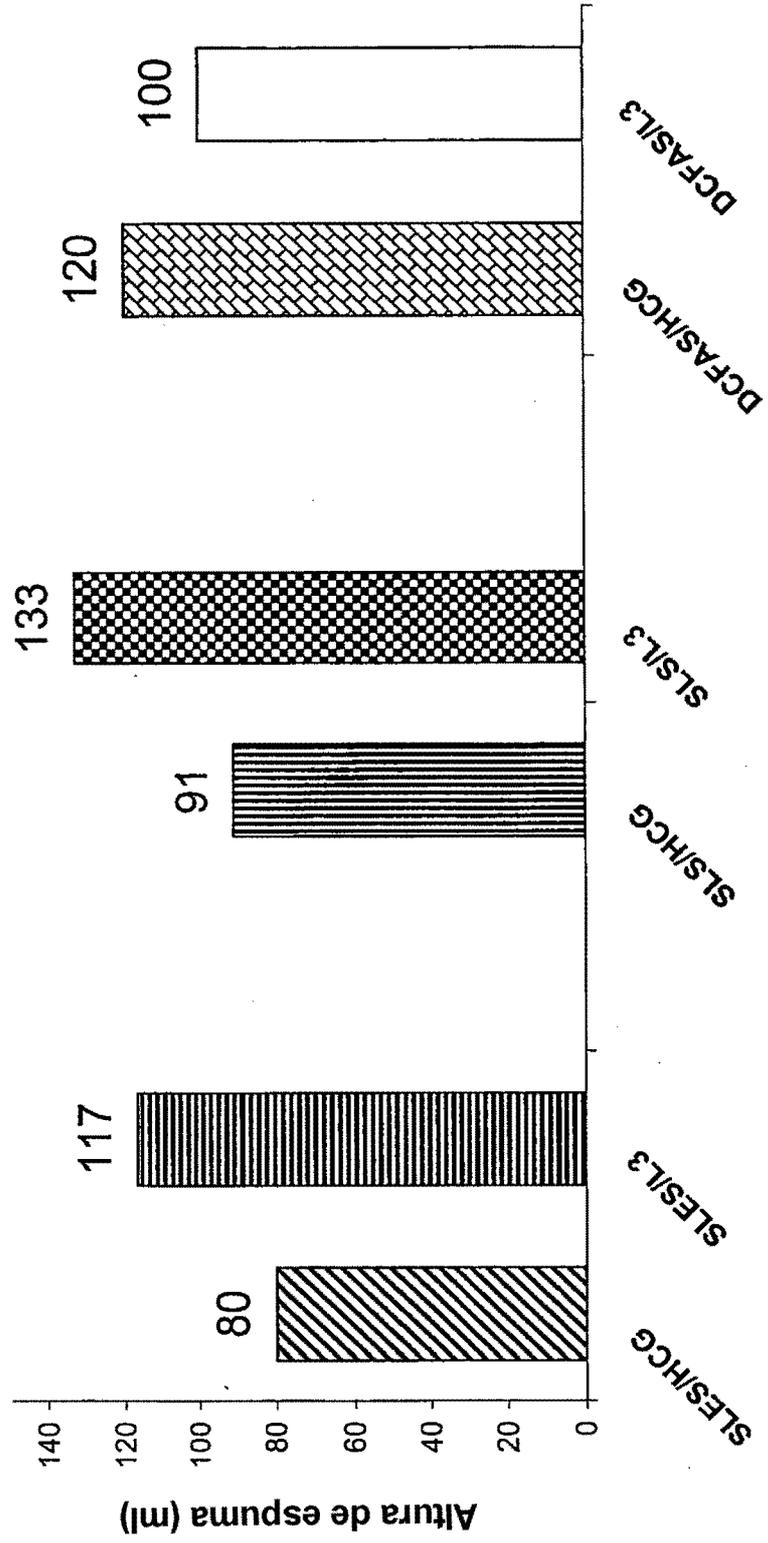


Figura 17

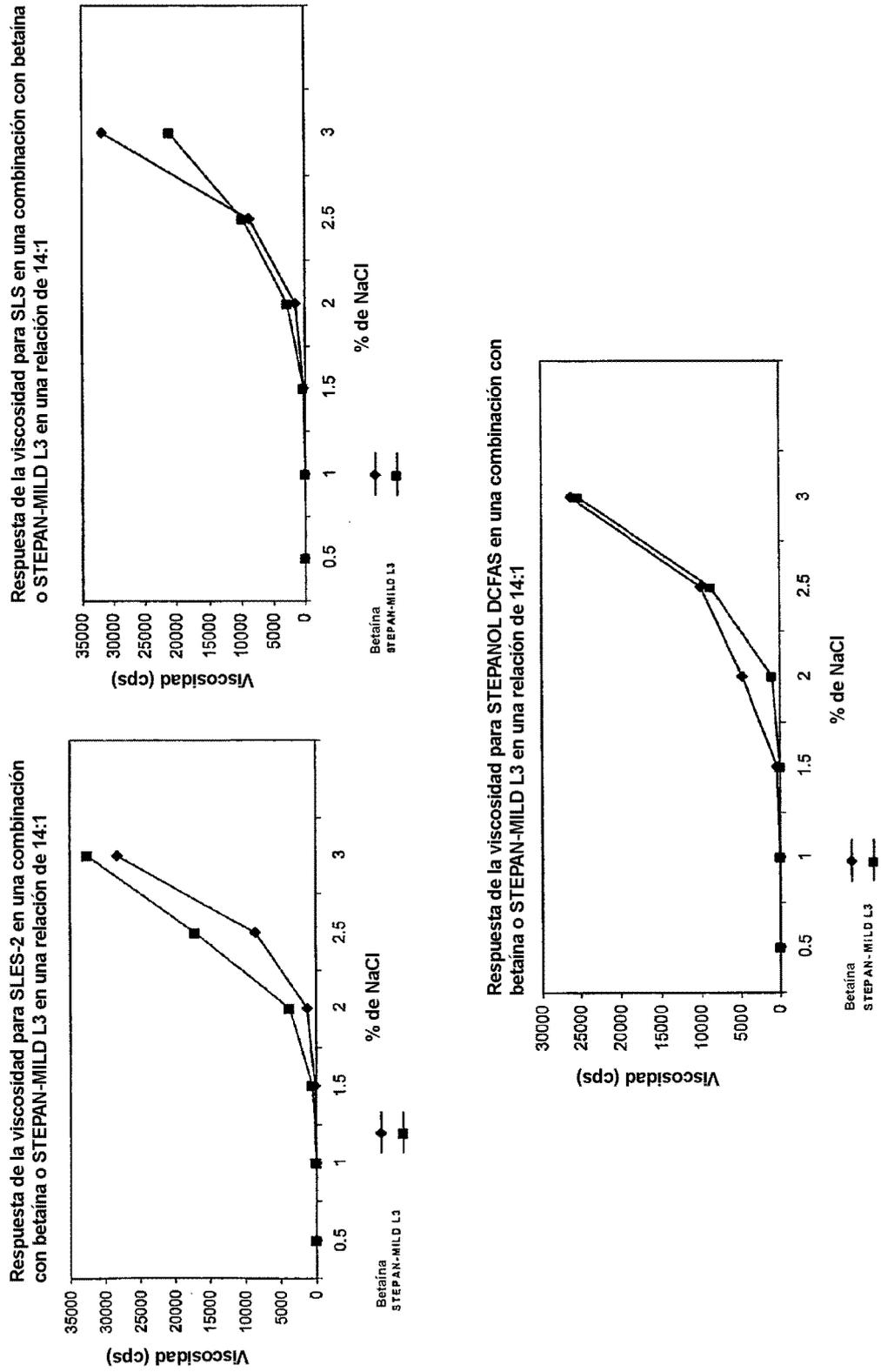


Figura 18

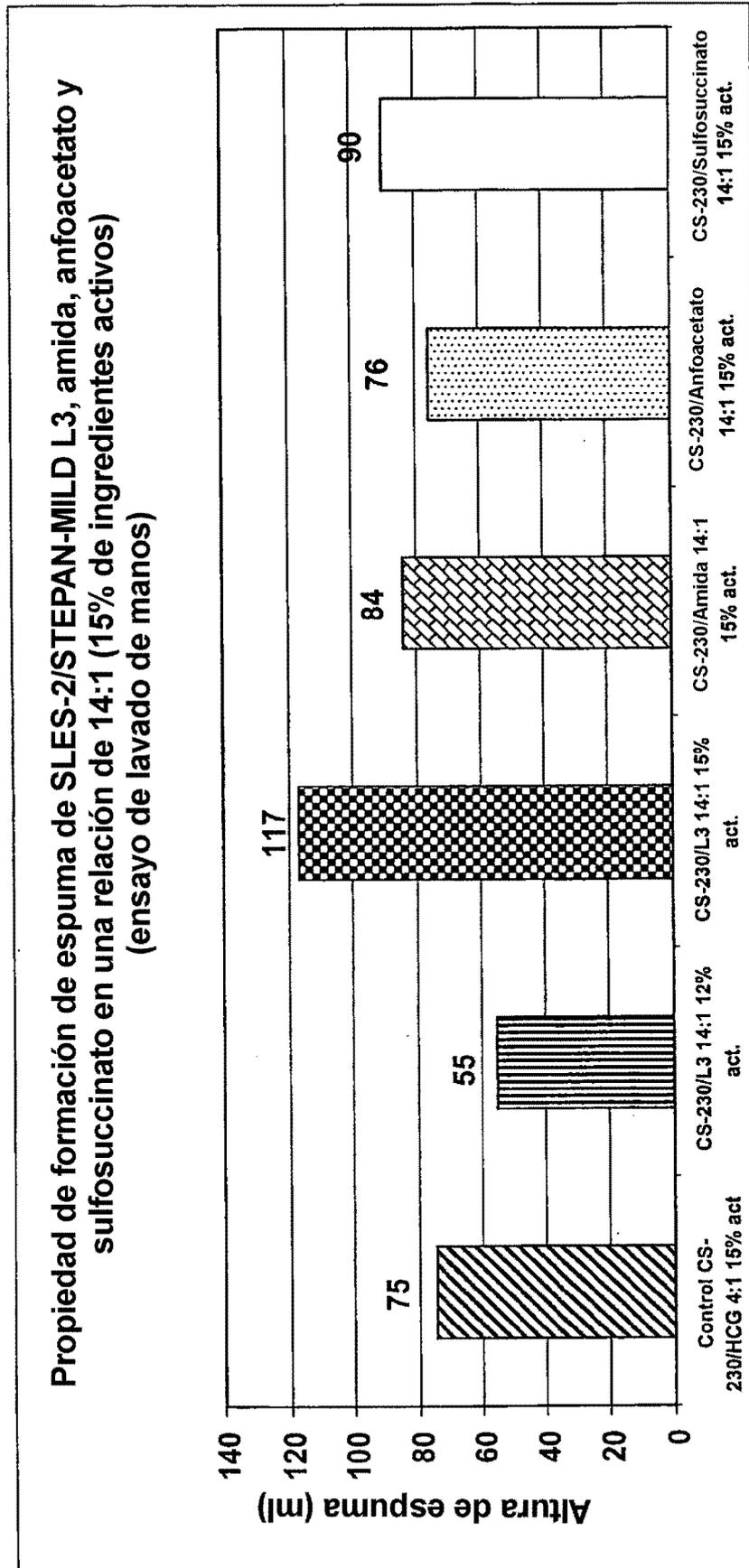
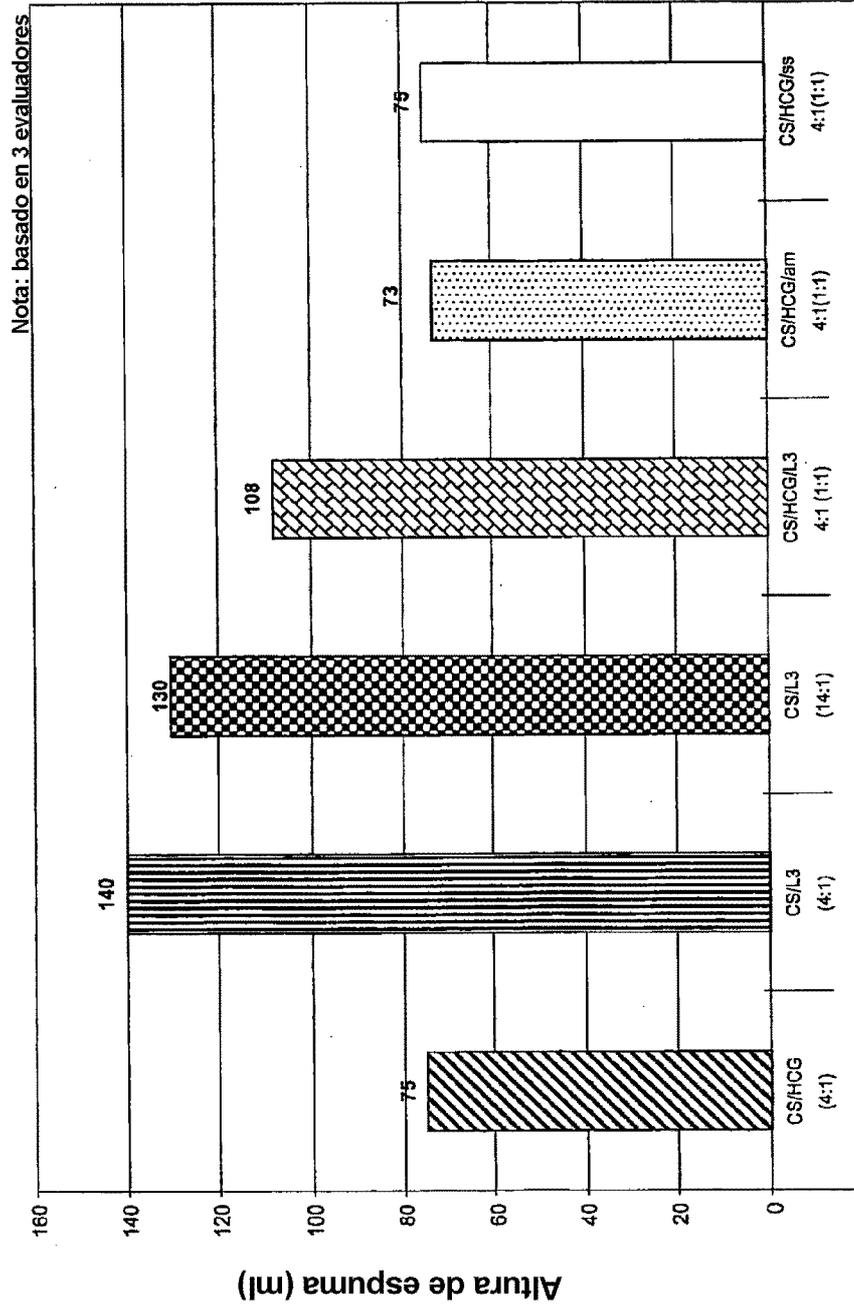


Figura 19
Resultados de formación de espuma en lavado de manos para L3, anfoacetato y sulfosuccinato como tensioactivos terciarios en un sistema CS-230/HCG



Resultados de formación de espuma en lavado de manos para L3, anfoacetato y sulfosuccinato como tensioactivos terciarios en un sistema CS-230/HCG

Figura 20

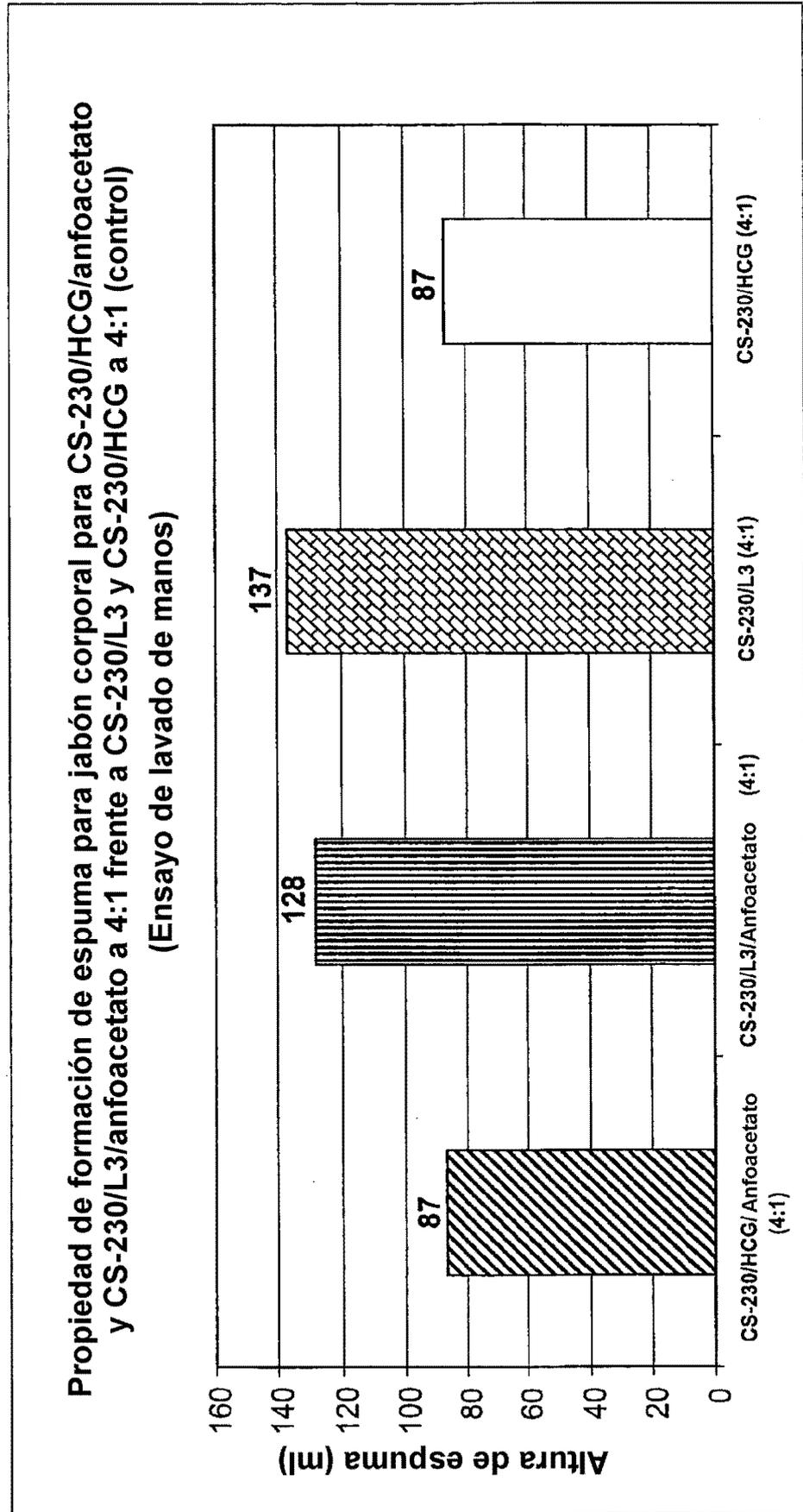


Figura 21
Resultados de formación de espuma

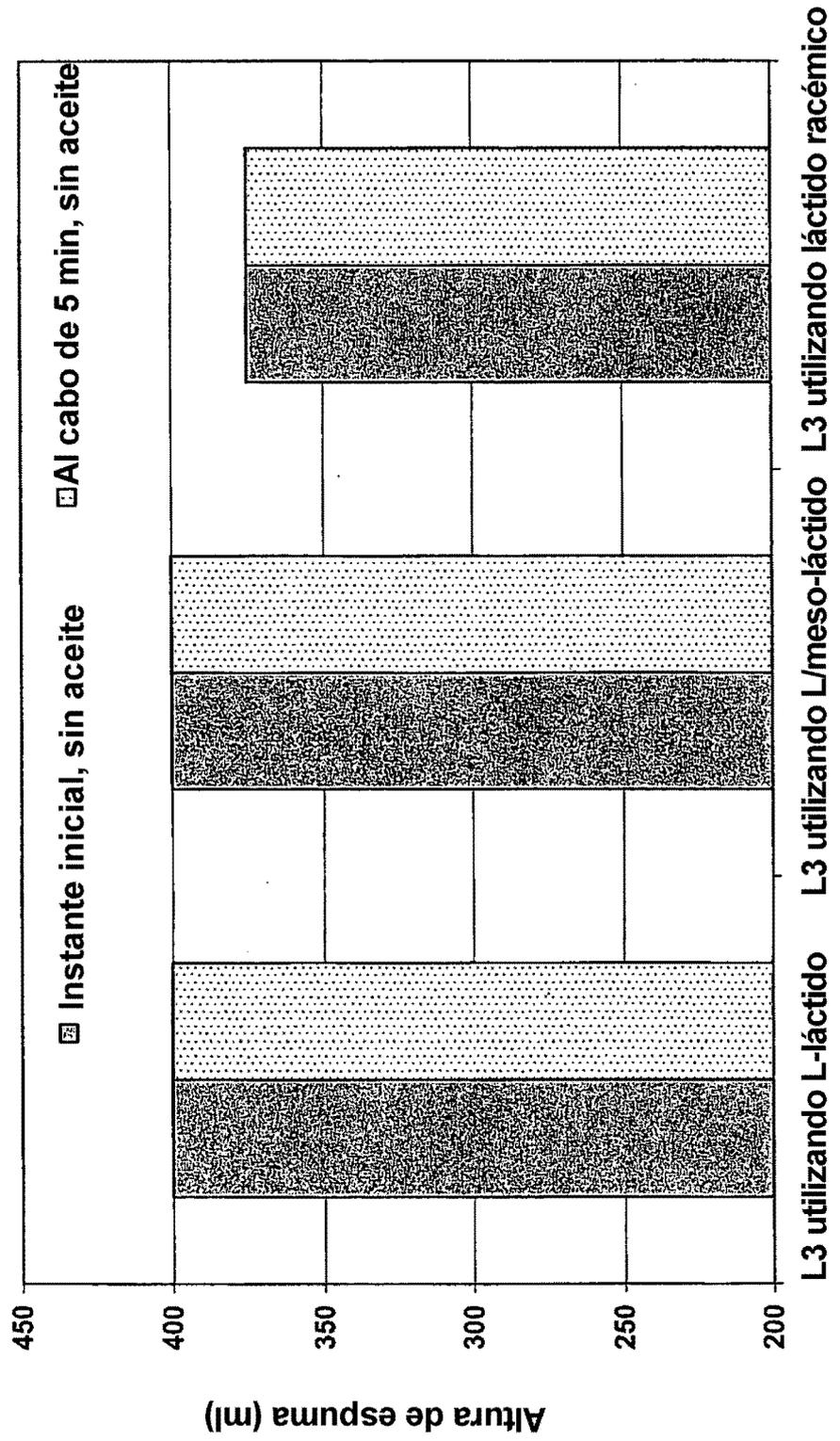


Figura 22
Resultados de viscosidad frente a % de NaCl

