

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 443 520**

51 Int. Cl.:

C08B 37/14 (2006.01)

A61K 8/73 (2006.01)

C11D 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.04.2007 E 07728174 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2013 EP 2084191**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de guar catiónico glioxalado**

30 Prioridad:

17.11.2006 IT VA20060068

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

19.02.2014

73 Titular/es:

**LAMBERTI SPA (100.0%)
UFFICIO BREVETTI VIA PIAVE 18
21041 ALBIZZATE (VA), IT**

72 Inventor/es:

**BALDARO, EVA;
TENCONI, MAURO y
LI BASSI, GIUSEPPE**

74 Agente/Representante:

MARTÍN SANTOS, Victoria Sofia

ES 2 443 520 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de guar catiónico glioxalado

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de guar catiónico glioxilado purificado que es soluble en un pH básico y adecuado para el uso en el campo de la cosmética y en productos de limpieza del hogar.

10 El guar catiónico obtenido por el procedimiento de la presente invención tiene la propiedad tecnológicamente útil de ser soluble en agua sólo en un pH básico, y por lo tanto para desarrollar la viscosidad sólo en soluciones acuosas que tienen un pH mayor que 7 y, además posee un grado de pureza que hace que sea adecuado para el campo de la cosmética.

15 Los polisacáridos catiónicos son derivados de origen natural, muy utilizados como aditivos industriales debido a sus propiedades de acondicionamiento (es decir, que mejoran las características del sustrato, generalmente de papel, piel, cabello o tejido, sobre los que se aplican).

20 Esta característica los hace industrialmente útiles para la preparación de champús, acondicionadores para el cabello, cremas, detergentes personales o cuidado del hogar y para suavizantes que confieren un tacto suave y propiedades antiestáticas a los tejidos (ver como un ejemplo Conditioning Agents for Hair & Skin, Ed. R. Schueller and P. Romanowski, Marcel Dekker Inc, NY, 1999).

25 Además de su potencia como acondicionadores, la capacidad de estos polisacáridos para espesar y regular la reología de las soluciones en las que se disuelven es industrialmente útil.

30 En particular, los poligalactomananos catiónicos, y entre estos derivados catiónicos de goma guar, han mostrado resultados óptimos en la mejora de la facilidad de peinado en húmedo y en seco del cabellos que se ha lavado con un champú formulado con el mismo.

35 Es bien sabido que, en las formulaciones cosméticas, la presencia de materiales no están expresamente añadidos y controlados, no predichos y variables de lote a lote, incluso si en cantidades mínimas, pueden crear problemas durante la preparación de la formulación, tales como la separación de fases y variaciones de la viscosidad.

40 Por otra parte, durante los últimos años, se ha puesto particular atención a la toxicidad de las materias primas utilizadas para la fabricación de productos cosméticos. La Directiva 76/768/CEE del Consejo Europeo y sus modificaciones posteriores, por ejemplo, limita o prohíbe la presencia de ciertas sustancias en las materias primas para cosméticos, con el objetivo de salvaguardar la salud de los consumidores.

45 En particular, la Directiva antes citada prohíbe la presencia en productos cosméticos de varias sustancias, que figuran en el anexo II, y clasificadas como carcinógenas, mutágenas o tóxicas para la reproducción, perteneciente a las categorías CMR 1, 2 ó 3, de acuerdo con la Directiva 67/548/CEE del Consejo Europeo; la presencia de otras sustancias, no necesariamente presentes como ingredientes, pero sólo como impurezas que resulten del proceso de producción de las materias primas, se somete a limitaciones de cantidad según la misma Directiva 76/768/CEE del Consejo Europeo (sustancias que figuran en el Anexo III).

50 Por lo tanto, es de fundamental importancia, para el uso en formulaciones cosméticas y en formulaciones que van a tener contacto directo con la piel, tales como en productos de limpieza doméstica, que los derivados catiónicos de guar sean tanto como sea posible desprovistos de impurezas, tanto para el consumidor de productos sanitarios y para los problemas tecnológicos relacionados con la producción de cosméticos.

55 Además, para el uso en formulaciones cosméticas o en los detergentes de uso doméstico que tiene un pH mayor que 7, es esencial que los derivados catiónicos de guar sean capaces de mostrar su acondicionamiento y capacidad espesante a pH básico.

Antecedentes de la invención

60 Derivados de guar catiónicos son conocidos desde principios de los años 70, cuando su uso se cita en la producción de papel resistente al agua (véase documento US 3,589,978).

65 El primer uso de derivados de guar catiónicos en cosméticos se remonta a 1977, cuando se usó un derivado catiónico de guar en la preparación de un denominado champú "dos en uno", que tiene características de acondicionamiento del cabello aparte del poder de detergente normal (véase US 4,061,602).

El derivado de guar catiónico utilizado en cosmética se conoce con la denominación INCI de cloruro de hidroxipropiltrimonio guar y, químicamente como, guar cloruro de éter 2-hidroxi-3(trimetilamonio)propilo.

5 Su síntesis se describe como un ejemplo en la patente citada.

El documento US 3,589,978, requiere la reacción de cloruro de trimetilamonio epoxipropil 2,3-epoxipropil o (3-cloro-2-hidroxipropil) cloruro de trimetilamonio en los grupos hidroxilo de guar, en presencia de catalizadores básicos (como por ejemplo hidróxido de sodio).

10 El reactivo cloruro de amonio 2,3-epoxipropil trimetil se clasifica como una sustancia cancerígena CMR 2; el reactivo cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxipropil, incluso si fuera menos tóxico que el epóxido correspondiente, se clasifica como CMR 3 y en un medio alcalino se convierte en cloruro de amonio 2,3-epoxipropil trimetil.

15 De acuerdo con lo que se describe en el documento US 3,589,978, la reacción se puede llevar a cabo en un disolvente tal como isopropanol, metanol, etanol y terc-butanol, a temperaturas entre 30 y 60°C; en el Ejemplo A de la misma patente, al final de la reacción y después de la neutralización de el exceso de álcali, el producto se seca, se muele y se lava con metanol, en el intento de eliminar el reactivo cuaternario sin reaccionar.

20 De nada se informa en el documento US 3,589,978 sobre las cantidades residuales de reactivo catiónico (cloruro de trimetil 2,3-epoxipropil amonio) en el producto final, pero podemos observar que el metanol es en sí mismo un producto tóxico.

25 En el documento US 4,031,307 se describe la preparación de derivados catiónicos de guar en un sistema bifásico, por reacción de guar sólido con un reactivo cationizador en una mezcla de agua y disolvente soluble en agua que contiene el catalizador básico; después de la reacción, el producto obtenido se separa por centrifugación o filtración y se purifica preferentemente por medio de un primer lavado con la mezcla de agua-disolvente utilizado en la síntesis y con un segundo lavado con una forma más anhidra del mismo disolvente.

30 En el documento US 2001051143, se describe la preparación de derivados catiónicos de guar que se obtienen al final de la reacción de un primer lavado con 85% en isopropanol acuoso peso y un segundo lavado con isopropanol puro; en el documento US 2001051140 se describe la preparación de derivado catiónico de guar que comprende, al final de la reacción, dos lavados con isopropanol acuoso al 85%.

35 En todas estas publicaciones, no se menciona ni el tipo ni la cantidad de impurezas presentes en el derivado de guar catiónico obtenido, las impurezas que se convertirán en parte del producto cosmético final en caso de que el derivado de guar catiónico se utilice como materia prima cosmética.

40 Por otra parte, los lavados de derivados de guar catiónicos llevados a cabo con agua y disolvente, cada uno implica necesariamente la eliminación de la mezcla de disolventes utilizado (por filtración, por ejemplo), lo que resulta económicamente gravoso, debido a la longitud de tiempo necesario, del tratamiento de residuos, de la disminución del rendimiento del proceso.

45 La mayor parte de los derivados de guar catiónicos actualmente en el mercado, con el fin de obviar la dificultad y la carga relacionada con la purificación mediante lavados con agua y disolventes, se purifican mediante lavado del producto, previamente reticulado con boratos, con sólo agua, como se describe por ejemplo en el documento CA 2,023,324, donde se añade bórax a la fase de reacción; los derivados de guar catiónicos así obtenidos contienen pequeñas cantidades de boro (polímeros de guar borados).

50 El objetivo de la reticulación con ácido bórico es para formar enlaces, a través de el anión borato, entre las cadenas de polisacáridos, que hacen que el producto sea insoluble en agua.

55 Estos enlaces son estables en un pH básico, y por lo tanto, en tales condiciones, el producto se puede lavar a partir de subproductos.

En condiciones ácidas se eliminan los enlaces con el borato, el producto es soluble y puede realizar sus propiedades espesantes y de acondicionado.

60 La reacción con boratos es reversible con cambios de pH, por lo tanto, incluso si el producto es pre-solubilizado a pH ácido, puede volver de nuevo a condiciones alcalinas que causen un cambio en la viscosidad de la formulación, variando como consecuencia la calidad del producto.

65 El límite de derivados de guar catiónicos borados es su aplicabilidad exclusiva a los productos a ser utilizados en un pH ácido o ligeramente ácido, ya que los productos tratados con boratos no son solubles a pH mayor que 7.

Por otra parte, es preciso señalar que los derivados del ácido bórico se clasifican como sustancias tóxicas para la reproducción de las categorías CMR 2.

5 Los tintes para el cabello representan uno de los sectores del cuidado personal y doméstico de mayor expansión, son generalmente formulados a un pH superior a 8 y por lo tanto no es posible formularlos con derivados de guar catiónicos purificados por reticulación con ácido bórico.

10 La preparación de las barras de jabón sólido, que generalmente tienen un pH superior a 7,5 en solución acuosa y que normalmente contienen agentes suavizantes y acondicionadores para la piel, representan otro campo de gran interés para el uso de derivados de guar catiónicos no borados.

15 La preparación de las cremas depilatorias y la producción de detergentes en polvo para ropa, que tienen un pH generalmente básico y, que posiblemente, contienen ventajosamente un agente de co-formulación que tiene la función protectora de la piel, son otras formulaciones en las que derivados de guar catiónicos no borados se pueden utilizar.

20 En el documento EP 1,490,408 B1 el solicitante describe derivados purificados no catiónicos de guar, que contienen glioxal, que son solubles a pH básico, que tienen altas propiedades espesantes y que son útiles como aditivos para la industria de la construcción.

25 El procedimiento de glioxalación (reticulado con glioxal) de polímeros naturales que contienen funciones hidroxilo se conoce desde hace mucho tiempo: en el documento US 3,297,583 se describe un procedimiento para obtener sustancias macromoleculares que lleva una pluralidad de grupos hidroxilo de disolución rápida en agua, por medio de un tratamiento con glioxal y regulación del pH de la solución de agua entre 7 y 10.

En el documento US 3,350,386 se describe un método para purificar derivados de guar no catiónicos por reacción con glioxal, secado, lavado, y secado adicional.

30 El documento CA 2,063,365 describe un procedimiento para modificar divisiones de guar y sus derivados con glioxal; las divisiones constituyen el cotiledón de la semilla de guar y se obtienen a partir de la semilla de guar después de la eliminación de la cáscara externa y el germen.

35 El solicitante ha encontrado ahora un procedimiento para la preparación de guar catiónico glioxalado purificado, soluble a pH básico, libre de boro y con un contenido reducido de otras impurezas que puedan comprometer la estabilidad o las características de las formulaciones cosméticas sí mismos.

Descripción de la invención

40 Es por lo tanto, es objeto fundamental de la presente invención un procedimiento para la preparación de guar catiónico que tiene un GS comprendido entre 0,01 y 3 que comprende los siguientes pasos: a) Se hacen reaccionar 100 partes en peso de harina de guar con cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxipropil e hidróxido de sodio, en, de 5 a 500 partes de una mezcla de agua y alcohol que contiene de 20 a 50% en peso de agua, b) la mezcla se acidificó a un pH entre 4 y 6; c) se añaden de 2,2 a 3 partes en peso de glioxal, y la reacción se agita durante aproximadamente 30 minutos; d) se añaden de 300 a 1200 partes en peso de agua a temperatura ambiente y se mezclan durante 10 a 90 minutos; e) la mezcla se filtra en vacío y el producto se seca para obtener guar catiónico glioxalado purificado.

50 El guar catiónico glioxalado purificado obtenido por procedimiento de la invención es un objeto adicional de la presente invención.

La harina de guar utilizable para la invención es cualquier harina de guar disponible comercialmente, que contiene preferiblemente 10% en peso máximo de agua.

55 Con la expresión "guar catiónico" en el presente texto se entiende guar cloruro de éter 2-hidroxi-3(trimetilamonio)propilo.

60 Con el fin de obtener un guar catiónico que tiene un grado de sustitución (GS) comprendido entre 0,01 y 3 en la etapa a) la reacción se lleva a cabo, bajo agitación, con 2 a 600 partes en peso de cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio, y 0,4 a 160 partes en peso de hidróxido de sodio (o cantidad equivalente de otra base fuerte).

En el presente texto, con la expresión "grado de sustitución" (GS) se entiende la sustitución del grupo catiónico en los grupos hidroxilo de guar medido por medio de ¹H-RMN.

65 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, en la etapa a) de la reacción se utilizan de 10 a 100 partes en peso de cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio y de 2 a 27 partes en peso de hidróxido

de sodio, para obtener al final de la preparación un guar catiónico que tiene un GS comprendido entre 0,05 y 0,5; este grado de sustitución permite obtener el mejor rendimiento de acondicionado.

5 Por lo general, de acuerdo con lo que es bien conocido en la materia, en la etapa a) la reacción se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 40 y 80°C durante 0,5-4 horas; la acidificación de la etapa b) y la reacción de la etapa c) se llevan a cabo a una temperatura comprendida entre 20 y 45°C; el secado de la etapa e) se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 60 y 90°C y después de la filtración de la etapa e) el guar catiónico purificado se muele.

10 El alcohol útil para el procedimiento de la invención es el etanol, isopropanol, o mezclas de los mismos.

Preferiblemente en la etapa a) del procedimiento se utilizan de 50 a 200 partes en peso de mezcla de agua y alcohol.

15 El lavado con agua de las etapas d) y e) permite eliminar al menos el 90% de las impurezas (excluidos residuos de agua y alcohol) y obtener un guar catiónico glioxalado purificado.

20 El producto obtenido por medio del procedimiento de la presente invención es insoluble a un pH menor que 7 y de forma rápida y completamente soluble a un pH superior a 8.

El glioxalado y purificado guar cloruro de éter 2-hidroxi-3(trimetilamonio)propilo de la invención contiene de 0,3 a 1,5% en peso, preferiblemente entre 0,3 y 0,8% en peso de glioxal, que es soluble a un pH superior a 8 y que tiene un grado de sustitución catiónico (GS) comprendido entre 0,01 y 3,0, preferiblemente entre 0,05 y 0,5.

25 El glioxal contenido en el guar catiónico glioxalado purificado de la invención no influye en modo alguno su aplicabilidad en el ámbito del hogar y del cuidado personal.

30 El guar catiónico, de hecho, muestra sus características acondicionantes y viscosificantes cuando se administra en concentraciones bastante bajas, típicamente comprendidas entre 0,01% y 0,5% de la cosmética formulada; el glioxal, que está posiblemente presente en el cosmético formulado cuando se utiliza el guar catiónico de la invención como ingrediente, esta por lo tanto, muy por debajo del límite de 100 ppm de la legislación vigente.

35 El guar catiónico de la invención está libre de boro, disolventes tóxicos, cloruro de 3-cloro-2-hidroxi-2-propiltrimetilamonio y tiene contenido mínimo de cloruro de trimetilamonio 2,3-dihidroxi-2-propilo (posiblemente formados por la reacción de cloruro de 3-cloro-2-hidroxi-2-propiltrimetilamonio con agua durante la reacción catiónica).

40 Una ventaja del procedimiento según la invención es que permite obtener el guar catiónico purificado con altos rendimientos, debido al hecho de que al pH de lavado del producto es completamente insoluble en agua.

El uso de la cantidad indicada de glioxal es esencial para este propósito, ya que garantiza la insolubilidad del producto durante el lavado de la etapa d), y una disolución rápida y completa del guar catiónico glioxalado purificado a pH mayor que 8.

45 La determinación del residuo reactivo catiónico y su correlacionado glicol se lleva a cabo por medio de cromatografía de intercambio iónico, por el uso de una columna de intercambio catiónico y elución con solución de ácido metanosulfónico.

50 Con la expresión "libre de cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxi-2-propil" queremos decir que en el guar catiónico de la invención, la concentración de cloruro de trimetilamonio de 3-cloro-2-hidroxi-2-propil está por debajo del límite de detección del método descrito anteriormente (en este caso por debajo de 0,15%).

55 El producto obtenido por medio del procedimiento de la invención se puede utilizar en las más diversas formulaciones cosméticas, donde se explota su capacidad de obligar a través de sus cargas positivas a sustratos que tienen cargas negativas débiles, junto con su capacidad para espesar y para regular la reología de las soluciones de agua.

60 Una ventaja adicional del procedimiento de la invención es que el guar catiónico así obtenido contiene menos de 2% en peso de sales inorgánicas (cantidad determinada por calcinación a 700°C) y, en particular, menos de 1% en peso de cloruro de sodio, cuya presencia, como es bien sabido, influye en la eficacia de los espesantes comúnmente utilizados en el campo cosmético.

65 Se cree que en el procedimiento de la invención el uso de guar en forma de harina es fundamental con el fin de obtener las características de pureza que son típicas del guar catiónico de la invención.

El guar catiónico de la invención también es útil en otros campos industriales, donde las características de pureza del producto son de especial importancia, como por ejemplo en el cuidado del hogar.

5 EJEMPLO 1

10 En un reactor agitado de 5 litros, se cargan 800 g de harina de guar a temperatura ambiente, la atmósfera de reacción se hace inerte por medio de lavados de nitrógeno al vacío, y bajo agitación vigorosa se añaden 50 g de hidróxido de sodio disueltos en 450 g en 1/9 de una solución de agua/isopropanol. Se continuó la agitación durante 30 minutos a una temperatura de 50-60°C; se añaden 224 g de 3-cloro-2-hidroxipropil cloruro de trimetilamonio 85% diluido en 100 g de agua. Después de 2 horas a la misma temperatura de la reacción se enfrió a 40°C y se neutralizó por adición de ácido acético a un pH de aproximadamente 5.

15 Se añadieron 46 g de glioxal (40% en agua), y se dejaron reaccionar durante aproximadamente 1 hora manteniendo la temperatura a aproximadamente 40°C.

20 Se dispersa la mezcla de reacción así obtenida (guar catiónico glioxilado en bruto), en 2.900 g de agua del grifo a un pH por debajo de 7, se dejó en agitación durante 10 minutos, después se filtró en vacío (0,4-0,5 atm) en un filtro de tela.

El producto filtrado se lavó con 1.900 g de agua del grifo a un pH por debajo de 7, añadiendo este último lavado directamente en el producto húmedo presente en el filtro y aplicando vacío.

25 El producto (2,3% guar catiónico glioxalado purificado) es secado en un secador de lecho fluido con aire caliente hasta que el contenido de humedad es de aproximadamente 3% en peso, se molió y se analizó.

30 El contenido de glioxal enlazado se determina mediante reacción con clorhidrato de 3-dihidro-3-metilbenzotiazol, 2-hidrazono-2, de acuerdo con el método descrito en "Kunststoffe im Lebensmittelverkehr" Ed. Carl Heymanns Verlag KG, 1999, página 228-231 y es 0,37% en peso.

EJEMPLO 2

35 En un reactor agitado de 5 litros, se cargan 800 g de harina de guar a temperatura ambiente, la atmósfera de reacción se hace inerte por medio de lavados nitrógeno al vacío, a continuación, bajo vigorosa agitación, se añaden 120 g de hidróxido de sodio disueltos en 500 g de 1/9 de una solución de agua/isopropanol. La agitación se lleva a cabo durante 30 minutos a una temperatura de 50-60°C y se añaden 560 g de cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxipropil 85% diluido en 100 g de agua. Después de 2 horas a la misma temperatura la reacción se enfrió a 40°C y la reacción se neutralizó por medio de ácido acético a un pH de aproximadamente 5.

40 Se añadieron 46 g de glioxal (40% en agua), y se dejaron reaccionar durante aproximadamente 1 hora manteniendo la temperatura a aproximadamente 40°C.

45 La mezcla de reacción así obtenida (guar catiónico glioxalado en bruto), se lavó y se secó como en el Ejemplo 1 y después se analizó.

El contenido de glioxal es 0,50%.

EJEMPLO 3 (comparativo)

50 En un reactor agitado de 5 litros, se cargan 800 g de harina de guar y 2 g de bórax a temperatura ambiente, la atmósfera de reacción se hace inerte por medio de lavados de nitrógeno al vacío, a continuación, bajo buena agitación se añaden 50 g de hidróxido de sodio disueltos en 450 g de una solución de 1/9 de agua/isopropanol. La agitación se lleva a cabo durante 30 minutos a una temperatura de 50-60°C; se añaden 224 g de cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxipropil 85% diluido en 100 g de agua. Después de 2 horas a la misma temperatura la reacción se enfrió.

60 La mezcla de reacción así obtenida (guar catiónico bórico en bruto) se dispersa en 2.900 g de agua del grifo, se dejó en agitación durante 10 minutos y se filtró en vacío (0,4-0,5 atm) en un filtro de tela. A continuación el producto filtrado se lava con 1900 g de agua del grifo, la añadiendo este último lavado directamente en el producto húmedo presente en el filtro y aplicando el vacío.

65 El producto (guar catiónico bórico purificado) se secó en un secador de lecho fluido con aire caliente hasta un contenido de humedad de aproximadamente 3% en peso, se blanqueó y analizó

El contenido del enlace de boro se determina por microanálisis y se indica como contenido de ácido bórico.

EJEMPLO 4 (comparativo)

5 En un reactor agitado de 5 litros, se cargan 800 g de harina de guar a temperatura ambiente, la atmósfera de reacción se hace inerte por medio de lavados de nitrógeno al vacío, a continuación, bajo buena agitación se añaden 50 g de hidróxido de sodio disueltos en 450 g de 1/9 de una solución de agua/isopropanol. La agitación se lleva a cabo durante 30 minutos a una temperatura de 50-60°C; se añaden 224 g de cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxiopropil 85% diluidos en 100 g de agua. Después de 2 horas a la misma temperatura la reacción se enfrió y la reacción se neutralizó con ácido acético. El producto así obtenido (guar catiónico en bruto), es
 10 secado en un secador de lecho fluido con aire caliente hasta un contenido de humedad de aproximadamente 3% en peso, blanqueado y analizado.

15 En la Tabla 1 se presentan los valores de las determinaciones analíticas realizadas en los productos preparados en los Ejemplos 1-4.

Tabla 1

Ejm.	Producto Guar	GS	Cenizas %	Cloridrina *	Glicol *	Ácido bórico
1	Guar catiónico purificado glioxalado	0,15	0,8%	ausente	0,3%	-
2	Guar catiónico purificado glioxalado	0,3	1,2%	ausente	0,3%	-
3	Guar catiónico bórico purificado	0,15	1,0%	ausente	0,3%	0,2%
4	Guar catiónico sin procesar	0.3	7,0%	0,39%	2,66%	-

20

* Cloridrina = cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxiopropil

* Glicol = cloruro de trimetilamonio 2,3-dihidroxiopropil

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación de guar catiónico que tiene un GS comprendido entre 0,01 y 3 que comprende los siguientes pasos: a) se hacen reaccionar 100 partes en peso de harina de guar con cloruro de trimetilamonio 3-cloro-2-hidroxipropil e hidróxido de sodio en, de 5 a 500 partes de una mezcla de agua y alcohol que contienen de 20 a 50% en peso de agua; b) la mezcla se acidifica a un pH entre 4 y 6; c) se añaden de 2,2 a 3 partes en peso de glioxal, y la reacción se agita durante aproximadamente 30 minutos; d) se añaden de 300 a 1200 partes en peso de agua a temperatura ambiente y se mezclan durante 10 a 90 minutos; e) la mezcla se filtra en vacío y el producto se seca para obtener guar catiónico glioxalado purificado.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, donde en el paso a) la reacción se lleva a cabo, bajo agitación, usando 2 a 600 partes en peso de cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio y de 0,4 a 160 partes en peso de hidróxido de sodio, a una temperatura comprendida entre 40 y 80°C durante 0,5-4 horas; la acidificación de la etapa b) y la reacción de la etapa c) se llevan a cabo a una temperatura comprendida entre 20 y 45°C; el secado de la etapa e) se realiza a una temperatura comprendida entre 60 y 90°C.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la reacción de la etapa a) se lleva a cabo en, de 50 a 200 partes en peso de la mezcla de agua y alcohol.
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 3, donde el alcohol es etanol o isopropanol, o mezclas de los mismos.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, donde en la etapa a) se utilizan de 10 a 100 partes en peso de cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio y de 2 a 27 partes en peso de hidróxido de sodio.
- 25 6. Procedimiento según la reivindicación 5, donde durante la filtración de la etapa e), el producto se lava con, entre 100 y 400 partes en peso de agua.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, donde después de la filtración de la etapa e) el guar catiónico purificado se muele.
- 30 8. Guar cloruro de éter 2-hidroxi-3(trimetilamonio)propilo que tiene un grado catiónico de sustitución (GS) comprendido entre 0,01 y 3,0, caracterizado por el hecho de que contiene de 0,3 a 1,5% en peso de glioxal, de que es soluble a un pH>8 e insoluble a un pH<7, de que está libre de boro y libre de cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio y que contiene menos de 2% en peso de sales inorgánicas y, en particular, menos de 1% en peso de cloruro de sodio.
- 35 9. El uso de guar cloruro de éter 2-hidroxi-3(trimetilamonio)propilo de acuerdo con la reivindicación 8 en la preparación de formulaciones cosméticas.
- 40 10. El uso de guar cloruro de éter 2-hidroxi-3(trimetilamonio)propilo de acuerdo con la reivindicación 8 en la preparación de productos de limpieza del hogar.