

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 537 557**

51 Int. Cl.:

**C08G 77/26** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.04.2005 E 05745026 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2015 EP 1765912**

54 Título: **Polisiloxanos modificados de pirrolidona-carboxílico que tienen solubilidad en agua y detergente y capacidad de emulsión de agua en aceite**

30 Prioridad:

**30.04.2004 US 567064 P**

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

**09.06.2015**

73 Titular/es:

**CRODA AMERICAS LLC (100.0%)  
1209 Orange Street, Wilmington  
New Castle DE 19801, US**

72 Inventor/es:

**GORMLEY, JOHN L.;  
PREMACHANDRAN, RAMANNAIR SARASAMMA y  
ANDERSON, STEVEN J.**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 537 557 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

Polisiloxanos modificados de pirrolidona-carboxílico que tienen solubilidad en agua y detergente y capacidad de emulsión de agua en aceite

La presente invención reconoce que las propiedades de polisiloxanos sustituidos con 2-pirrolidona-4-carboxílico pueden alterarse dramáticamente aumentando la presencia de la porción de monómero de pirrolidona sustituida con carboxílico del polisiloxano, de tal manera que el amidopolisiloxano resultante tiene un peso equivalente de ácido de aproximadamente 300-3.000 Dalton y un peso molecular  $P_M$  de aproximadamente 1.000-60.000 Dalton, dando como resultado solubilidades potenciadas en detergente y agua y la capacidad para formar emulsiones de agua en aceite.

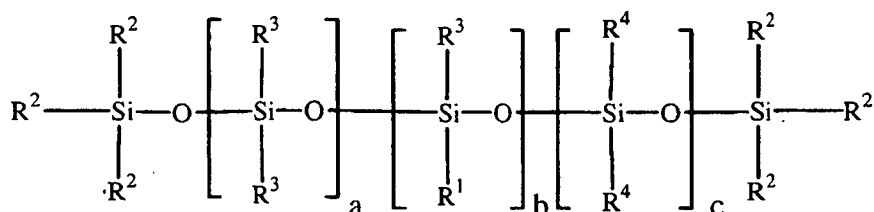
Los fluidos de organosilicona, incluyendo polidimetilsiloxanos, tienen una amplia variedad de propiedades incluyendo lubricidad, repulsión al agua, permeabilidad a gases, propiedades dieléctricas, baja tensión superficial y resistencia a altas temperaturas, deterioro y oxidación. En consecuencia, los fluidos de silicona se encuentran en un gran número de productos comerciales, incluyendo lubricantes, refrigerantes, recubrimientos protectos, repelentes de agua, tensioactivos, agentes humectantes, agentes antiespumantes para líquidos, fluidos de freno, productos de cuidado personal y otros cosméticos, adhesivos, fluidos dieléctricos, acabados textiles, barnices, agentes de liberación de moldes, sellantes y anticorrosivos.

Aunque los fluidos de silicona tienden a ser solubles en una gran variedad de aceites y disolventes orgánicos polares, no son miscibles o solubles en agua ni totalmente solubles a detergente, dando como resultado formulaciones transparentes. Sin embargo, hay muchos medios para modificar la estructura de silicona (copolimerización) para potenciar su hidrofiliidad y/o propiedades lipófilas. Los ejemplos incluyen modificar la estructura de silicona para modificar sus interacciones entre las fases de aceite y agua con la adición de: restos alcoxilquileno ( $C_2-C_3$ ), por ejemplo,  $-(CH_2)_n-EO_m-PO_p-OH$ ; restos de hidrocarburo alcoxilalifático ( $C_2-C_3$ ), por ejemplo,  $-(CH_2)_n-EO_m-PO_p-(CH_2)_x-CH_3$ ; o un hidrocarburo alifático, por ejemplo,  $-(CH_2)_x-CH_3$ ; donde n, m, p y x se refieren al número de sustituyentes indicados y son preferentemente números enteros de hasta aproximadamente 50. Los restos de óxido de etileno tienen a aumentar la hidrofiliidad, los restos de óxido de propileno tienden a aumentar o equilibrar la hidrofobicidad y los hidrocarburos alifáticos tienden a aumentar la hidrofobicidad y también pueden usarse para solidificar al siloxano. Sin embargo, la copolimerización de la silicona con restos etilenoxi y propilenoxi diluye esencialmente el efecto de silicona proporcionado por la estructura de polímero de siloxano.

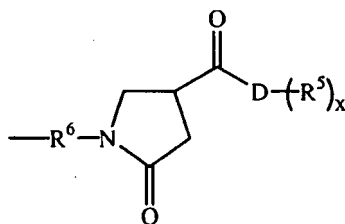
Las organosiliconas que tienen grupo pirrolidona sustituido con carboxilo o un derivado de amidoamina de los mismos se divulgan como parte de un amplio grupo de organosiliconas en el documento US 5.596.061. Sin embargo, estas composiciones no muestran directamente compatibilidad con agua o solubilidad en detergente (col. 1, líneas 31-42). Para obtener solubilidad en agua se requiere una reacción adicional para preparar, por ejemplo, un fosfolípido que contiene silicona (col. 1, líneas 38-42). Sin embargo, la silicona de fosfolípido Monasil PLN, disponible comercialmente a través de Uniqema, New Castle, Delaware, EE.UU., es un concentrado al veinticinco por ciento en agua que es una dispersión de dos fases traslúcida.

Para los fines de la presente invención, el peso molecular  $P_M$  es el número medio de peso molecular de polímero medido mediante cromatografía de permeación en gel (GPC). El peso molecular  $P_M$  es la media de peso molecular de polímero del polímero estimado mediante la correlación con la viscosidad del fluido de polidimetilsiloxano, una técnica aceptada por la industria. El valor de ácido total es el número de miligramos de hidróxido de potasio (KOH) necesarios para neutralizar los grupos ácidos en un gramo de polímero. El peso de ácido equivalente es la masa de polímero que contiene un mol de grupos ácidos expresado como gramos/mol y es aquella cantidad que podría combinarse con un mol de hidróxido de potasio. El detergente incluye tensioactivos, agentes activos de superficie y combinaciones de los mismos. Dispersión, o dispersable en detergente, se refiere a un sistema en dos fases donde el polisiloxano es una fase separada de la fase de agua y la dispersión no es transparente. La solubilidad en detergente se refiere a una composición donde la inclusión de los amidopolisiloxanos de carboxipirrolidona de la presente invención forma un sistema traslúcido en presencia de agua y un detergente. Las descripciones de detergentes (tensioactivos y agentes de superficie) se proporcionan más adelante. La solubilidad en agua se refiere a una composición donde los amidopolisiloxanos de carboxipirrolidona de esta invención están lo suficientemente ionizados como para formar un sistema transparente en un sistema acuoso, sin la presencia de detergente.

La composición de los polisiloxanos sustituidos con 2-pirrolidon-4-carboxílico de la presente invención, también denominada como amidopolisiloxanos, está representada por un polímero al azar de Fórmula 1 que comprende:



en la que: R<sup>1</sup> es un grupo funcional que contiene pirrolidona como se muestra en la Fórmula 2:



- 5 D es oxígeno o nitrógeno, en la que al menos el 50 % en una base molar de D es oxígeno;  
 R<sup>5</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>) o polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) de 2 a 200 unidades, en la que al menos el 50 % en una  
 base molar de R<sup>5</sup> es hidrógeno;  
 x es 1 o 2;  
 R<sup>6</sup> es alquilo (C<sub>1-20</sub>) ramificado o sin ramificar;  
 10 cada R<sup>2</sup>, que puede ser independientemente el mismo o diferente, se selecciona entre alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), fenilo u -OR<sup>7</sup>, en  
 el que R<sup>7</sup> es hidrógeno o alquilo (C<sub>1-6</sub>) inferior, en el que colectivamente R<sup>2</sup> es restos cerrados de manera sustancial; 2  
 cada R<sup>3</sup>, que puede ser independientemente el mismo o diferente, se selecciona entre alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) o fenilo;  
 cada R<sup>4</sup>, que puede ser independientemente el mismo o diferente, se selecciona entre fenilo, alquilo (C<sub>1-36</sub>) alquileo  
 C<sub>1-36</sub> y/o alquilo alquilo (C<sub>1-20</sub>) cerrado o sin cerrar con polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) de 2 a 200 unidades;  
 15 a es un número entero de 10 a 560;  
 b es un número entero de 1 a 40, en la que la relación absoluta de a a b es de aproximadamente 2,5 a  
 aproximadamente 35 y en la que la suma promedio de número entero a+b existe en el intervalo de 11 a 600 y  
 preferentemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 400 y más preferentemente de aproximadamente 150 a  
 aproximadamente 350;  
 20 c es un número entero de 0 a 10, en la que la relación absoluta de b a c no es menor de aproximadamente 4.

Como se conoce por los familiarizados con la química de silicona, la distribución de las subunidades de polímero a, b y c  
 de Fórmula 1 está dispuesta al azar, por lo tanto, se denomina un polímero al azar. La estructura pirrolidona carboxi de  
 Fórmula 1, se obtiene principalmente de la reacción de una fuente de amina primaria pendiente y ácido o éster  
 25 itacónico. Como tal, una porción de R<sup>1</sup> puede ser una amina primaria (-R<sup>6</sup>-NH<sub>2</sub>), esencialmente un subproducto sin  
 reaccionar que puede o puede no ser deseado en el producto final.

El término cerrado en referencia a R<sup>2</sup> es donde existe un enlace silicona-carbono, el cual no es fácilmente hidrolizable.  
 De manera similar, el término sin cerrar se refiere a R<sup>2</sup> cuando es -OR<sup>7</sup>, ya que puede hacerse reaccionar o  
 30 hidrolizarse o puede enlazarse a sustratos o incrementar el peso molecular del polímero por condensación. R<sub>2</sub> está  
 preferentemente cerrado con alquilo de manera sustancial. Las expresiones cerrado o sin cerrar con alquilo en  
 referencia a los polisialquilenos de R<sup>4</sup>, se refiere a la cadena de polisialquileo que termina en -OH (sin cerrar) o  
 continua con un enlace éter (cerrado).

35 Otro aspecto de Fórmula 1, comprende amidopolisiloxanos, en los que:

- R<sup>1</sup>, el grupo funcional que contiene pirrolidona,  
 D es oxígeno;  
 40 R<sup>5</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) o polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) de 1 a 6 unidades, en el que al menos el 50 % en una  
 base molar de R<sup>5</sup> es hidrógeno.  
 R<sup>6</sup> es un alquilo (C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>) ramificado o sin ramificar;  
 cada R<sup>2</sup> se selecciona entre metilo, fenilo, -OR<sup>7</sup>, en el que R<sup>7</sup> es metilo, etilo o hidrógeno y colectivamente R<sup>2</sup> es  
 restos cerrados de manera sustancial;  
 cada R<sup>3</sup> se selecciona entre metilo o fenilo;  
 45 cada R<sup>4</sup> se selecciona entre fenilo, metilo, alquilo (C<sub>1-36</sub>) o polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) cerrado o sin cerrar con alquilo  
 (C<sub>1-20</sub>) con de 1 a 30 unidades;  
 a es un número entero de 10 a 560;  
 b es un número entero de 1 a 40, en el que la relación absoluta de a a b es aproximadamente de 2,5 a  
 aproximadamente 35, con una relación preferida de 20-26; y la suma del número entero promedio de a+b existe en  
 50 el intervalo de 11 a 600 y de manera preferente de aproximadamente 11 a aproximadamente 400, y más  
 preferentemente de aproximadamente 150 a aproximadamente 350; y c es un número entero de 0 a 10,  
 en la que la relación absoluta de b a c no es menor de aproximadamente 4.

55 Otro aspecto de Fórmula 1, comprende amidopolisiloxanos, en los que:

- R<sup>2</sup> es metilo; R<sup>3</sup> es metilo; R<sup>5</sup> es hidrógeno; D es oxígeno; R<sup>6</sup> es propilo o isobutilo;  
 a es un número entero de 10 a 560; b es un número entero de 1 a 40, en el que la relación absoluta de a a b es  
 aproximadamente de 2,5 a aproximadamente 35, y la suma promedio de a+b existe en el intervalo de  
 aproximadamente 11 a aproximadamente 400, más preferentemente de aproximadamente 150 a

aproximadamente 350; y c es 0.

Las composiciones de amidopolisiloxano de la presente invención tendrán un peso molecular promedio  $P_m$  de aproximadamente 1.000-60.000 Dalton y un peso equivalente de ácido de aproximadamente 300-3.000 Dalton. Variando estos parámetros dentro de estos intervalos, varias propiedades relacionadas con la solubilidad en detergente, solubilidad en agua y la capacidad para formar emulsiones de agua en aceite pueden afectarse. A veces, la neutralización de una porción o de todos los grupos carboxilo de la 2-pirrolidona que contiene polisiloxano, será necesaria para obtener algunas de estas propiedades. Estas propiedades, a su vez, proporcionan para varias formas físicas de los amidopolisiloxanos de Fórmula 1 propicias para diversos usos, por ejemplo, limpieza, lubricación, productos para cuidado personal, tales como, champús, acondicionadores, lociones, cremas, jabones, lavado corporal y antitranspirantes.

Estos polisiloxanos modificados con 2-pirrolidon-carboxílicos tienen la capacidad para (a) ser compatibles en aceites de hidrocarburo y silicio; (b) actuar como emulsificadores y permitir dispersarse fácilmente una solución acuosa en una fase oleosa que contienen aceites de silicona o de hidrocarburo o mezclas de los mismos como una emulsión de agua en aceite; (c) fácilmente compatible en detergentes y soluciones acuosas y (d) colocar el polisiloxano que contiene 2-pirrolidona en una forma física que permiten su incorporación en varios vehículos que proporcionan características deseables a limpiadores, acondicionadores de pelo, champús, lociones, cremas, antitranspirantes, otros productos y cosméticos para la piel y el cuero cabelludo, lubricantes, pulimentos y selladores.

Los amidopolisiloxanos funcional carboxilo y sus correspondientes derivados de éster y amida de la presente invención pueden prepararse por técnicas por técnicas conocidas en la materia. Véase, por ejemplo, el documento U.S. 6.228.967. Por ejemplo, unas composiciones de aminopolisilicona o fluidos correspondientes de Fórmula 1, pero en el que  $R^1$  es  $-R^6NH_2$ , se hace reaccionar con hasta un equivalente, preferentemente aproximadamente cantidades estequiométricas, o ácido itacónico o su éster por grupo o grupos funcionales de amina primaria, a una temperatura elevada durante el tiempo suficiente para que sustancialmente todo el ácido itacónico o su éster para hacer reaccionar con el grupo o grupos funcionales de amina primaria. En general, a partir de al menos aproximadamente 0,5, preferentemente de aproximadamente 0,9 a aproximadamente 1,1 equivalentes de ácido itacónico o su éster por grupo funcional de amina primaria, se hace reaccionar con el fluido de silicona, en el que sustancialmente todo el ácido itacónico y preferentemente todo el grupo o grupos funcionales de amina primaria, se hacen reaccionar dando como resultado la formación de amidopolisiloxanos de Fórmula 1. Los materiales de partida de amidopolisilicona son obtenibles comercialmente.

La reacción puede llevarse a cabo pura o en un disolvente inerte, tal como, un alcohol de alquilo inferior, tal como, isopropanol (IPA), disolvente de hidrocarburo o un disolvente de silicona, preferentemente aceptable cosméticamente (descrita a continuación) como se describe, a temperatura elevada de hasta 175 °C, preferentemente de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 130 °C durante aproximadamente una a cinco horas, preferentemente dos a tres horas. La reacción sucede fácilmente y es generalmente una reacción sustancialmente completa del ácido itacónico o su éster con el grupo o los grupos de amina primaria funcionales disponibles que sucede mediante la reacción de adición de Michael del doble enlace del ácido itacónico seguido de la ciclación inmediata para formar un grupo pirrolidona. Para determinar la finalización de la reacción se usan técnicas rutinarias analíticas para valores de amina y de ácido así como para controlar la evolución de agua y/o alcohol.

Ácido itacónico (ácido metilensuccínico) o su derivado de éster es un compuesto de la fórmula:  $CH_2 = C(COOR^9)CH_2COOR^9$  en la que  $R^9$  que puede ser el mismo o diferente, es hidrógeno o alquilo inferior (1-6 átomos de carbono). El compuesto de ácido itacónico está disponible comercialmente de Rhone Poulenc and Pfizer Chemicals Division, mientras que los derivados de éster de los mismos están disponibles de Morflex Inc., Greensboro, N.C. Los compuestos se producen por técnicas de fermentación conocidas aunque también son conocidos los métodos de síntesis química.

Al hacerse reaccionar los materiales de partida de amina de polisiloxano con ácido itacónico para formar las composiciones de la presente invención, la viscosidad del producto deseado es generalmente varias veces mayor. A veces, esto da como resultado composiciones que son demasiado viscosas (aproximadamente 1.000.000 mPa.s [cPs (centipondios)] o mayores midiendo con un viscosímetro Brookfields LVT usando un huso 4) para manejar fácilmente o para dispersar o solubilizar fácilmente. En consecuencia, en estos casos donde la viscosidad del producto final es demasiado elevada, se desea que el material de partida de amina de polisiloxano se disuelva en un disolvente y la reacción con el ácido itacónico se lleve a cabo en presencia del disolvente a una temperatura de aproximadamente 90 °C a 125 °C, preferentemente de 100 °C a 115 °C para obtener preferentemente la reacción sustancialmente completa de los grupos amina, generalmente un periodo de aproximadamente una a cinco horas, preferentemente dos a tres horas. Se prefiere seleccionar disolventes o combinaciones de disolventes, particularmente disolventes polares, con puntos de ebullición y reflujo a o aproximadamente la temperatura de reacción citada de 90-110 °C. La velocidad de reacción puede potenciarse mediante el uso de un reactor sellado para completar la reacción usando un bajo punto de ebullición (menos de aproximadamente 90 °C a presión atmosférica) a presión elevada en relación a la presión ambiental. Los disolventes polares, tales como ésteres de alquilo ( $C_6$ - $C_{18}$ ) de alcoholes ( $C_1$ - $C_6$ ) inferiores en combinación con alcoholes ( $C_2$  a  $C_6$ ) inferiores, y mezclas de los mismos, se prefieren ya que facilitan una mayor temperatura de reacción a presión ambiental, que potenciarán la velocidad de reacción y el grado de reacción.

Los alcoholes (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) inferiores se usan comúnmente como disolvente para el ácido itacónico; sin embargo, normalmente no se desea su presencia en el producto final, a medida que la concentración del alcohol aumenta, es más apto para romper una emulsión para la que el amidopolisiloxano final es un ingrediente. Los ésteres de alquilo (C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>) de alcoholes (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) inferiores, aunque no se conocen como disolventes para el ácido itacónico, son compatibles con el alcohol inferior y el amidopolisiloxano deseado. Por tanto, la mezcla del alcohol inferior y de los ésteres de alquilo de alcoholes inferiores permite una reducción en la presencia del alcohol en el producto final, potencia la velocidad de reacción y, a menudo, el amidopolisiloxano es menos viscoso que cuando se usa solo un alcohol como disolvente. En general, la proporción de los ésteres de alquilo (C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>) de alcoholes (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) a alcoholes (C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>) será de 1:1 a 10:1 en peso. Cuando se usa alcohol isopropílico, un disolvente común tanto para el ácido itacónico como para fluidos de silicona, los ésteres de alquilo de alcoholes preferidos incluyen éster de miristato de isopropilo, éster de palmitato de isopropilo y éster de laurato de isopropilo.

Los disolventes adecuados, aceites, diluyentes y aceites diluyentes para los amidopolisiloxanos de Fórmula 1 pueden seleccionarse entre una gran variedad de siliconas, siliconas organo-modificadas y/o aceites de hidrocarburos. Los ejemplos incluyen aceites isoparafínicos, tales como Isopar M (disponible a través de ExxonMobil); ésteres de alquilo (C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>) de alcoholes (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), por ejemplo, miristato de isopropilo, palmitato de isopropilo y laurato de isopropilo; dimeticonas que tienen ciclometiconas y cicloalquilmeticonas, tales como ciclotetradimeticona, ciclopentadimeticona, ciclohexadimeticona y cicloheptadimeticona, en los que la dimeticona, ciclometiconas y cicloalquilmeticonas tienen viscosidad cinética de menos de aproximadamente 20 centiestuquios; triglicéridos líquidos, tales como aceite de maíz, aceite de colza; emolientes, por ejemplo, escualenos; alcoholes de alquilo (C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub>) incluyendo propanol, e isopropanol, y otros aceites cosméticamente aceptables, en los que el polisiloxano que contiene 2-pirrolidona-carboxílico tiene preferentemente una solubilidad de al menos 50 gramos (g) por cada 100 gramos de disolvente a temperatura ambiente. Esta mezcla de reacción puede mezclarse posteriormente además con aceites compatibles, si fuese necesario. Cuando se usa el aceite como disolvente para la preparación de los amidopolisiloxanos de Fórmula 1, la temperatura generalmente no debería exceder la temperatura a la que el aceite sufre degradación química y física que preferentemente no es mayor de aproximadamente 120 °C (a presión atmosférica).

De los disolventes, aceites y diluyentes útiles para un amidopolisiloxano de la presente invención, se prefieren los que producen la viscosidad más baja y de uso más común para la aplicación final deseada particular.

Las variaciones en las propiedades de los polisiloxanos que contienen 2-pirrolidona sucede a lo largo de los intervalos donde a es un número entero de 10 a 560; b es un número entero de 1 a 40, la proporción absoluta de a a b es de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 35 y la suma media de números enteros de a+b existe en el intervalo de 11 a 600. Cuando se desea que el amidopolisiloxano tenga propiedades de solubilidad en agua o sea usado en una formulación limpiadora (soluble a detergente), el amidopolisiloxano necesita al menos una neutralización parcial de los grupos carboxílicos con una base adecuada.

En general, los amidopolisiloxanos de Fórmula 1 que son solubles a detergente tendrán una relación absoluta de a a b de aproximadamente 2,5 - 35 con entre 1 - 100 por ciento en base molar de los grupos carboxili neutralizados haciendo a la composición polimérica soluble a detergente. La claridad del amidopolisiloxano de la presente invención se ve afectada por la cantidad de subproductos de reacción en el polímero al azar. En el caso de la composición de polímero al azar puro de Fórmula 1, se espera que la solubilidad en detergente sea de hasta aproximadamente el 50 por ciento (peso/peso) para un detergente seleccionado de manera adecuada.

La propiedad de solubilidad en detergente será más evidente cuando se prepare la siguiente composición que comprende:

- i) del 90-99,9 % en peso de un sistema detergente donde dicho sistema puede seleccionarse entre una amplia variedad de tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfotéricos que solos o en combinación forman una sola fase transparente en agua. La descripción de los detergentes se proporciona más adelante. El tensioactivo (o los tensioactivos) forman de un 5 % a un 50 % en peso del sistema;
- ii) de aproximadamente un 0,1 a un 10 por ciento del amidopolisiloxano de Fórmula 1, preferentemente del 0,5 al 5 por ciento en peso en el que a es un número entero de 10 a 560; b es un número entero de 1 a 40, la relación absoluta de a a b es aproximadamente de 2,5 a aproximadamente 35, preferentemente aproximadamente 13 - 33, más preferentemente aproximadamente 20-26; y
- iii) una base orgánica o inorgánica, tal como se describe en más detalle más adelante, suficiente para neutralizar del 1 % al 100 %, preferentemente más del 50 %, en base molar de los grupos carboxílicos del amidopolisiloxano. La cantidad de neutralización depende de la alcalinidad o pH del sistema detergente antes de la adición del amidopolisiloxano y de la proporción absoluta de a a b del polímero que contiene carboxílico, que se relaciona con la polaridad del polímero. El pH de la solución será de aproximadamente 3,5-11; y preferentemente aproximadamente 4,5-8.

Los ejemplos de usos específicos son: limpiadores, incluyendo champús, limpiadores corporales, jabones, limpiadores faciales, limpiadores higiénicos y toallitas; como agentes dispersantes y humectantes; y polimerización de emulsión.

En general, los amidopolisiloxanos de Fórmula 1 que son solubles en agua tendrán una relación de a a b absoluta de

aproximadamente 2,5 - 13 con un 50 - 100 por ciento, preferentemente mayor del 75 por ciento, en base molar de los grupos carboxílicos se neutralizan haciendo que la composición sea soluble en agua. La solubilidad en agua del amidopolisiloxano de la presente invención se ve afectada por la cantidad de subproductos de reacción en el polímero al azar de Fórmula 1. En el caso de un polímero al azar puro de Fórmula 1, se espera que la solubilidad en agua sea hasta aproximadamente un 40-50 por ciento en peso/peso de agua.

La propiedad de solubilidad en agua será más evidente cuando se prepare la siguiente composición que comprende:

- ii) 90 - 99.9 % en peso de un sistema acuoso transparente formado principalmente de agua y opcionalmente otros aditivos solubles en agua;
- ii) de aproximadamente un 0,1 a un 10 por ciento del amidopolisiloxano de Fórmula 1, preferentemente de un 0,5 a un 5 por ciento en peso, donde específicamente, a es un número entero de 10 a 560; b es un número entero de 1 a 40, en el que la relación absoluta de a a b es aproximadamente de 2,5 a aproximadamente 13; y
- iii) una base orgánica o inorgánica, tal como se describe en más detalle más adelante, suficiente para neutralizar del 50 % al 100 % en base molar de los grupos carboxílicos del amidopolisiloxano. La cantidad de neutralización depende de la alcalinidad o pH del sistema acuoso antes de la adición de polímero de polisiloxano y de la proporción absoluta, a a b, del polímero que contiene carboxílico, que se relaciona con la polaridad del polímero.

Los ejemplos de usos específicos para el producto acuoso soluble son; agentes de dispersión acuosa y humectantes; tratamiento de papel y textiles; y preparaciones acondicionadoras del cabello y piel.

La neutralización se refiere a formar el grupo de ácido carboxílico ionizado, en oposición a la forma protonada del ácido carboxílico, y se lleva a cabo mediante la adición de bases orgánicas o inorgánicas y/o sus sales, que representan un amplio espectro de especies monovalentes, divalentes y/o polivalentes surtidas. Los ejemplos incluyen hidróxidos de metales alcalinos y carbonatos, tales como carbonato de sodio, hidróxido de sodio e hidróxido potásico, hidróxido de amonio, hidróxido de aluminio, hidróxidos de metales alcalinotérreos, tales como hidróxido de calcio, hidróxido de magnesio, alcanolaminas, tales como MEA (monoetanolamina), DEA (dietanolamina) o TEA (trietanolamina), otras aminas, tales como aminas de silicio, lauril amina y aminas alifáticas (C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>) y mezclas de productos que contienen alcalinidad en exceso a partir de una o más bases en esta lista. La base se añade en una cantidad suficiente para solubilizar el amidopolisiloxano en una formulación transparente o una estabilidad de emulsión mejorada. En general, la neutralización completa necesitará de un pH de aproximadamente 6,5. Cuando la formulación o composición a la que se añade el amidopolisiloxano tiene un pH de mayor al neutro hasta aproximadamente 12, puede suceder la auto-neutralización. El pH final depende del uso deseado de la formulación.

En general, se descubrió que neutralizando los grupos carboxílicos se confirió espumación y (a) solubilidad en agua o (b) solubilidad en detergente potenciadas. Cuando no se neutralizaron los amidopolisiloxanos, mostraron las características anti-espumantes esperadas de las siliconas.

La neutralización puede suceder en cualquier etapa del proceso de incorporación de los amidopolisiloxanos, por ejemplo, puede dispersarse el polímero en un sistema acuoso o de detergente y después añadirse una base para formar el producto acuoso o detergente transparente; o el polímero puede neutralizarse previamente antes de la adición al sistema acuoso o detergente; o el pH de la fase acuosa ajustarse adecuadamente antes de la adición del polímero.

En general, las propiedades de emulsión de agua en aceite serán más evidentes cuando a sea un entero de 10 a 560; b es un número entero de 1 a 40, en el que la relación absoluta de a a b es aproximadamente de 13 a aproximadamente 35, preferentemente aproximadamente 15 - 33, más preferentemente aproximadamente 22 - 26; en el que la suma del número entero promedio de a+b existe en el intervalo de 11 a 600 y de manera preferente de aproximadamente 11 a aproximadamente 400 y más preferentemente de aproximadamente 150 a aproximadamente 350. Cuando c es cero y se usa el amidopolisiloxano en una emulsión de agua en aceite, la emulsión muestra una mejor sensación sensorial en comparación con los emulsionantes conocidos en la técnica que contienen funcionalidad alcoxilato dependiente del polisiloxano. La neutralización de una porción o de todos los grupos carboxílicos del amidopolisiloxano puede desearse para obtener las características de emulsión de agua en aceite óptimas. Los ejemplos de usos específicos son: barnices; agentes de liberación de moldes; toallitas; protectores solares; antitranspirantes; limpiadores de maquillaje; cremas y lociones para la piel; cremas para el cabello; cosméticos colorantes; vehículos de administración activos; y preparaciones para el color del cabello.

Los amidopolisiloxanos pueden formularse en emulsiones de agua en aceite que comprenden:

- (a) de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 5, preferentemente de 0,25 a aproximadamente 2, por ciento en peso/peso del amidopolisiloxano de Fórmula 1, en el que el grupo carboxílico puede contener algunos grupos funcionales éster y/o amida, pero está preferentemente en la forma de ácido libre;
- (b) de aproximadamente 8 a aproximadamente 60 por ciento en peso/peso de una fase de aceite compuesta de aceites que contienen silicona, organosilicona y/o hidrocarburos (tal como se ha descrito anteriormente); y
- (c) de aproximadamente 40 a aproximadamente 90 por ciento en peso/peso de una fase de agua de pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 12, que contiene de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 40 por

ciento en peso de electrolito añadido.

A medida que la cantidad del amidopolisiloxano comienza a exceder el 2 por ciento en peso, y se hace mayor, la emulsión se hace potencialmente menos estable. Más preferentemente, la emulsión de agua en aceite comprenderá aproximadamente 0,25 - 1 por ciento peso/peso del amidopolisiloxano y entre un 20 - 40 por ciento en peso/peso de aceite.

La cantidad de electrolito en la emulsión depende de la aplicación. Por ejemplo, una emulsión antitranspirante contiene generalmente aproximadamente un 20 - 30 por ciento en peso y una emulsión desodorante contiene generalmente aproximadamente un 10 - 15 por ciento en peso de electrolito. Los electrolitos y su uso se conocen fácilmente por los expertos en la técnica de emulsiones e incluyen sales de los Grupos IA e IIA de metales alcalinos, incluyendo sodio, potasio, magnesio, calcio, sales de metales del Grupo IVB, incluyendo titanio y circonio, sales de metales del Grupo IIB, incluyendo cinc y sales de metales del grupo 11 IA incluyendo aluminio y sus combinaciones, incluyendo aquellas acopladas con clorhidratos.

La emulsión se prepara mezclando el amidopolisiloxano con la fase de aceite y después añadiendo y mezclando en u homogenizando la fase de agua o acuosa. La emulsión de agua en aceite puede mezclarse a temperatura ambiental (ambiente) aplicando una cantidad mínima de energía de cizalla mecánica, de tal forma que se preparan emulsiones re-dispersables y/o estables.

Las fases de aceite (b) y/o de agua (c) pueden contener opcionalmente una amplia variedad de otros materiales activos e inactivos como saben aquellos expertos en la técnica de formular emulsiones. Los ejemplos incluyen principios activos de protectores solares, conservantes, vitaminas, pigmentos, tales como óxidos de titanio y cinc, colorantes y fragancias.

Otros aditivos compatibles con el aceite pueden también estar presente o añadirse a los aceites diluyentes que contienen el amidopolisiloxano, tal como un co-emulsionante, preferentemente no iónico que tiene un HLB (equilibrio de hidrófilo a lipófilo) de 4 a 12, incluyendo alcoholes de polioxietileno (POE), ésteres de sorbitán de POE, ésteres de polisorbato y ésteres de PEG (polietilenglicol), tales como Arlatone P135 (éster de PEG polihidroesteárico disponible a través de Uniqema, Delaware, EE.UU.); polímeros formadores de película, polímeros estabilizantes, conservantes, aceites esenciales, fragancias, colorantes, principios activos de fármacos, vitaminas, ceras, espesantes, y materiales activos frente a radiación UV, tales como protectores solares.

Los amidopolisiloxanos también pueden prepararse en lotes maestros que comprenden un componente de fase de aceite y el amidopolisiloxano, antes de combinar con la fase de agua para formar una emulsión. Un ejemplo de una técnica es la reacción de una cantidad equivalente de materiales de partida de amidopolisiloxano, basado en equivalente de amina, con aproximadamente un 0,5 a aproximadamente 1,10 equivalentes molares del ácido itacónico, preferentemente en presencia de una cantidad de diluyente de fase de aceite inerte compatible (según sea necesario cuando la reacción neta se hace demasiado espesa como para verterla libremente). Las condiciones de reacción son esencialmente como se describe anteriormente, en los Ejemplos 12 - 14 más adelante y en la serie de patentes asignadas a Mona Industries (por ejemplo, US 6.228.967, en la que las temperaturas de reacción de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 125 °C fueron suficientes para completar la reacción en solo unas pocas horas), de este modo preparando esencialmente toda la funcionalidad ácida en el grupo funcional R<sup>1</sup> que contiene pirrolidona.

Otro método para la preparación de un lote maestro es mezclando el amidopolisiloxano con un aceite diluyente primario o fase de aceite mezclada, preferentemente a temperaturas entre aproximadamente 20 °C y aproximadamente 90 °C; en el que la fase de aceite puede contener una amplia serie de fluidos que contienen silicona, silicona organo-modificada, y/o hidrocarburos, como se ha descrito previamente; y opcionalmente materiales funcionales compatibles con aceite, incluyendo, pero sin limitación, tensioactivos de co-emulsión de HLB bajo de 4-12 (por ejemplo, Arlatone P135), polímeros formadores de película, polímeros estabilizantes, conservantes, aceites esenciales, fragancias, colorantes, principios activos de fármacos, vitaminas, ceras, espesantes, y materiales activos frente a radiación UV, tales como protectores solares.

El pH y/o fuerza electrolítica de la fase acuosa pueden ajustarse a grados menores o mayores con ácidos, bases y/o sus sales orgánicas e inorgánicas, de este modo representando un amplio espectro de especies monovalentes, divalentes y/o polivalentes surtidas. Otros materiales funcionales compatibles con agua opcionales pueden incluir, pero sin limitación, glicoles solubles en agua, dioles, polioles, conservantes, colorantes, desodorantes, sales antitranspirantes, tensioactivos de lato HLB, principios activos de protectores solares, vitaminas, espesantes, hidrocoloides, fases dispersas (como arcillas de caolín) y similares. Los ajustes de la fase acuosa se efectuarán específicamente para influenciar las propiedades finales de la emulsión, incluyendo, pero sin limitación, estabilidad general de la emulsión, estructura interna de las microgotas y distribución de tamaños, sensación táctil, viscosidad, y estabilidad del ingrediente en la fase interna y cinética de dispensación.

Las amidopolisiloxanos de la presente invención pueden incorporarse en una amplia variedad de sistemas detergentes que incluyen uno o más tensioactivos y agentes de superficie activos. Los ejemplos de tensioactivos y agentes de

superficie activos incluyen tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfotéricos y zwitteriónicos tal como se describen en más detalle más adelante.

5 Los tensioactivos aniónicos incluyen sulfatos de alquilo y de éter de alquilo. Estos materiales tienen las fórmulas respectivas  $\text{ROSO}_3\text{M}$  y  $\text{RO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x \text{SO}_3\text{M}$ , en las que R es alquilo o alquenoilo de aproximadamente 8 a aproximadamente 30 átomos de carbono, x es de 1 a aproximadamente 10, y M es hidrógeno o un catión, tal como amonio, alcanolamonio (por ejemplo, trietanolamonio), o catión de metal monovalente (por ejemplo, sodio y potasio), o un catión de metal polivalente (por ejemplo, magnesio y calcio). De manera deseable, M debe seleccionarse de tal forma que el componente de tensioactivo aniónico sea soluble en agua. El tensioactivo o tensioactivos aniónicos  
10 deben seleccionarse de tal forma que la temperatura de Krafft se aproximadamente  $15\text{ }^\circ\text{C}$  o menos, preferentemente de aproximadamente  $10\text{ }^\circ\text{C}$  o menos, y más preferentemente de aproximadamente  $0\text{ }^\circ\text{C}$  o menos.

15 La temperatura de Krafft se refiere al punto en el que la solubilidad de un tensioactivo iónico viene determinada por la energía de latencia en cristal y el calor de hidratación, y corresponde a un punto en el que la solubilidad sufre un aumento pronunciado discontinuo con el aumento de temperatura. Cada tipo de tensioactivo tendrá su temperatura de Krafft característica. La temperatura de Krafft para los tensioactivos iónicos es, por lo general, bien conocida y entendida en la técnica- Un indicador visual de cuándo se ha alcanzado el punto de Krafft es cuando la solución se vuelve nebulosa a medida que disminuye la temperatura.

20 En los sulfatos de alquilo y de éter de alquilo descritos anteriormente, R tiene deseablemente de aproximadamente 12 a aproximadamente 18 átomos de carbono tanto en los sulfatos de alquilo como de éter de alquilo. Los sulfatos de éter de alquilo se preparan normalmente como productos de condensación de óxido de etileno y alcoholes monohídricos que tienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 24 átomos de carbono. Los alcoholes pueden derivarse de grasas, por ejemplo, aceite de coco, aceite de palma, sebo, o similares, o los alcoholes pueden ser sintéticos. Se hacen reaccionar dichos alcoholes con 1 a aproximadamente 10, y especialmente aproximadamente 3, proporciones molares de óxido de etileno y teniendo la mezcla resultante de especies moleculares, por ejemplo, una media de 3 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, se sulfatan y neutralizan.

30 Los ejemplos específicos de éter de alquilo que pueden usarse en la presente invención son sales de sodio y amonio de sulfato de éter de trietilenglicol de alquilo de coco; sulfato de éter de trietilenglicol de alquilo de sebo, y sulfato de hexaoxietileno de alquilo de sebo. Los sulfatos de éter de alquilo preferidos son aquellos que comprenden una mezcla de compuestos individuales, teniendo dicha mezcla una longitud media de cadena de alquilo de aproximadamente 12 a aproximadamente 16 átomos de carbono y un grado medio de etoxilación de desde 1 a aproximadamente 4 moles de óxido de etileno. dicha mezcla también comprende del 0 % a aproximadamente el 20 % en peso de compuestos  $\text{C}_{12-13}$ ; de aproximadamente un 60 % a aproximadamente un 100 % en peso de compuestos  $\text{C}_{14-16}$ , de un 0 % a aproximadamente un 20 % en peso de compuestos  $\text{C}_{17-19}$ ; de aproximadamente un 3 % a aproximadamente un 30 % en peso de compuestos que tienen un grado de etoxilación de 0; de aproximadamente un 45 % a aproximadamente un 90 % en peso de compuestos que tienen un grado de etoxilación desde 1 a aproximadamente 4; de aproximadamente un 10 % a aproximadamente un 25 % en peso de compuestos que tienen un grado de etoxilación desde aproximadamente 4 a aproximadamente 8; y desde aproximadamente un 0,1 % a aproximadamente un 15 % en peso de compuestos que tienen un grado de etoxilación mayor de 8.

45 Otros tensioactivos aniónicos adecuados son las sales solubles en agua de productos orgánicos de reacción con ácido sulfúrico de fórmula general  $[\text{R}_1\text{SO}_3\text{-M}]$  donde R, se selecciona del grupo que consiste en un radical hidrocarburo de cadena lineal o ramificada, saturada alifática que tiene de aproximadamente 1 a aproximadamente 24, preferentemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 18 átomos de carbono; y M es como se ha descrito anteriormente en esta sección. Los ejemplos de dichos tensioactivos son las sales de un producto de reacción orgánico de ácido sulfúrico de un hidrocarburo de la serie del metano, incluyendo iso-, neo-, y n-parafinas, que tienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 24 átomos de carbono, preferentemente de aproximadamente 12 a  
50 aproximadamente 18 átomos de carbono y un agente sulfonante, por ejemplo,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , obtenidos de acuerdo con métodos de sulfonación conocidos, incluyendo blanqueamiento e hidrólisis.

55 Otros tensioactivos aniónicos adecuados son los productos de reacción de ácidos grasos esterificados con ácido isetiónico y neutralizados con hidróxido de sodio, donde, por ejemplo, los ácidos grasos se derivan de aceite de coco o palma; o sales de sodio o potasio de amidas de ácidos grasos de taurida de metilo en la que los ácidos grasos, por ejemplo, se derivan de aceite de coco.

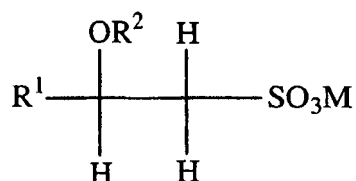
60 Los tensioactivos aniónicos adecuados adicionales son los succinatos, cuyos ejemplos incluyen N-octadecil-sulfasuccinato de disodio; lauril sulfosuccinato de disodio; lauril sulfosuccinato de diamonio; N-(1,2-dicarboxietil)-N-octadecilsulfosuccinato de tetrasodio; el éster de diamilo de ácido sulfosuccínico de sodio; el éster de diexilo de ácido sulfosuccínico de sodio; y el éster de dioctilo de ácido sulfosuccínico de sodio. Otros tensioactivos aniónicos adecuados son aquellos que se derivan de aminoácidos. Los ejemplos no limitantes de dichos tensioactivos incluyen N-acil-L-glutamato, N-acil-N-metil- $\beta$ -alanato, N-acilsarcosinato, y sus sales- Así como  
65 tensioactivos derivados de taurina, que también se conoce como ácido 2-aminoetanosulfónico. Un ejemplo de dicho ácido es taurato de N-acil-N-metilo.



También pueden usarse sulfonatos de olefina que tienen de aproximadamente 10 a aproximadamente 24 átomos de carbono como tensioactivo de la presente invención. La expresión "sulfonatos de olefina" se usa en el presente documento para referirse a compuestos que pueden producirse mediante la sulfonación de alfa-olefinas mediante trióxido de azufre no complejado, seguido de neutralización de la mezcla de reacción ácida en condiciones tales que cualquier sulfona que se haya formado en la reacción se hidroliza para dar los correspondientes hidroxialcanosulfonatos. El trióxido de azufre puede ser líquido o gaseoso, y normalmente, pero no necesariamente, se diluye en disolventes inertes, por ejemplo en SO<sub>2</sub> líquido, hidrocarburos clorados, etc., cuando se usa en forma líquida, o por aire, nitrógeno, SO<sub>2</sub> gaseoso, etc., cuando se usa en forma gaseosa. Las alfa-olefinas a partir de las cuales se derivan los sulfonatos de olefina son monoolefinas que tienen de aproximadamente 12 a aproximadamente 24 átomos de carbono, preferentemente de aproximadamente 14 a aproximadamente 16 átomos de carbono.

Además de los sulfonatos de alqueno auténticos y una proporción de hidroxialcanosulfonatos, los sulfonatos de olefina pueden contener cantidades menores de otros materiales, tales como disulfonatos de alqueno dependiendo de las condiciones de reacción, proporción de los reactivos, la naturaleza de las olefinas de partida y las impurezas en la solución madre de olefina y las reacciones accesorias durante el proceso de sulfonación.

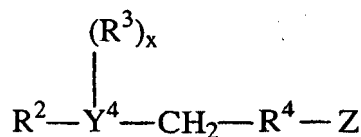
Otra clase de tensioactivos aniónicos adecuados son los sulfonatos de beta-alkiloxi alcano. Estos compuestos tienen la siguiente fórmula:



donde R<sup>1</sup> es un grupo alquilo de cadena lineal que tiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 20 átomos de carbono, R<sup>2</sup> es un grupo alquilo inferior que tiene de aproximadamente 1 a aproximadamente 3 átomos de carbono, y M es como se ha descrito anteriormente. Los tensioactivos aniónicos de uso frecuente que son útiles para la presente invención incluyen laurilsulfato de amonio, lauril éter sulfato de amonio, lauril sulfato de trietilamina, lauril éter sulfato de trietilamina, lauril sulfato de trietanolamina, lauril éter sulfato de trietanolamina, lauril sulfato de monoetanolamina, lauril éter sulfato de dietanolamina, lauril sulfato de dietanolamina, sulfato sódico de monoglicérido láurico, lauril sulfato sódico, lauril éter sulfato sódico, lauril sulfato potásico, lauril éter sulfato potásico, lauril sarcosinato sódico, lauroil sarcosinato sódico, lauril sarcosina, cocoil sarcosina, cocoil sulfato de amonio, lauroil sulfato de amonio, cocoil sulfato sódico, lauroil sulfato sódico, cocoil sulfato potásico, lauril sulfato potásico, lauril sulfato de trietanolamina, lauril sulfato de trietanolamina, cocoil sulfato de monoetanolamina, lauril sulfato de monoetanolamina, tidecibencenosulfonato sódico y docecibencenosulfonato sódico, N-lauroil-L-glutamato sódico, N-lauroil-L-glutamato de trietanol, N-lauroil-N-metil taurato sódico, N-lauroil-N-metil-o-aminopropionato sódico y mezclas de los mismos.

Los tensioactivos anfotéricos incluyen los derivados de aminas alifáticas secundarias y terciarias, en los que el radical alifático es lineal o ramificado y uno de los sustituyentes contiene de aproximadamente 8 a aproximadamente 18 átomos de carbono y uno contiene un grupo aniónico solubilizante en agua, por ejemplo, carboxi, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato.

Los tensioactivos zwitteriónicos incluyen los derivados de compuestos de amonio, fosfonio y sulfonio cuaternarios alifáticos, en los que los radicales alifáticos son lineales o ramificados, y en los que uno de los sustituyentes contiene de 8 a 18 átomos de carbono y uno contiene un grupo aniónico, por ejemplo, carboxi, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato. Una fórmula general para estos compuestos es:



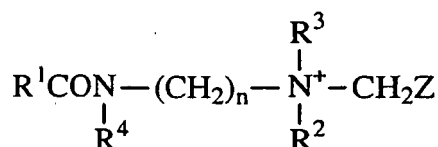
donde R<sup>2</sup> contiene un alquilo, alqueno, o radical hidroxialquilo de desde aproximadamente 8 a aproximadamente 18 átomos de carbono, de 0 a aproximadamente 10 restos de óxido de etileno y de 0 a aproximadamente 1 resto de glicerilo; Y se selecciona entre el grupo que consiste en átomos de nitrógeno, fósforo, y azufre; R<sup>3</sup> es un grupo alquilo o monohidroxialquilo que contiene 1 a aproximadamente 3 átomos de carbono; X es 1 si Y es un átomo de azufre, y 2 si Y es un átomo de nitrógeno o fósforo; R<sup>4</sup> es un alqueno o hidroxialqueno de 1 a aproximadamente 4 átomos de carbono y Z es un radical seleccionado entre el grupo que consiste en grupos carboxilato, sulfonato, sulfato, fosfonato, y fosfato.

Los ejemplos de tensioactivos anfotéricos y zwitteriónicos también incluyen sultainas y amidosultainas. Las sultainas, que incluyen amidosultainas, incluyen por ejemplo, cocodimetilpropilsultaina, estearildimetilpropilsultaina, lauril-bis-(2-hidroxiethyl)propilsultaina y similares; y las amidosultainas, tales como cocamidodimetilpropilsultaina, estearilamidodimetilpropilsultaina, laurilamidobis-(2-hidroxiethyl)propilsultaina y similares. Se prefieren amido-hidroxisultainas, tales como las hidrocarbilo C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> amidopropil hidroxisultainas, especialmente hidrocarbilo C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> amidopropil hidroxisultainas, por ejemplo, laurilamidopropil hidroxisultaina y cocamidopropil hidroxisultaina.

Otros tensioactivos anfotéricos son los aminoalcanoatos de la fórmula R-NH(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub> COOM, los iminodialcanoatos de la fórmula R-N[(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub> COOM]<sub>2</sub> y mezclas de los mismos; en la que n y m son números de 1 a aproximadamente 4, R es alquilo o alqueno C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>, y M es hidrógeno, metal alcalino, metal alcalinotérreo, amonio o alcanoamónio.

Los ejemplos de aminoalcanoatos incluyen n-alquilamino-propionatos y n-alquiliminodipropionatos, ejemplos específicos de los cuales incluyen ácido N-lauril-beta-amino propiónico o sales de los mismos, y ácido N-lauril-beta-imino-dipropiónico o sales de los mismos, y mezclas de los mismos.

Otros tensioactivos anfotéricos incluyen los representados por la fórmula : en la que R<sup>1</sup> es alquilo o alqueno C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>, preferentemente C<sub>12</sub>-C<sub>16</sub>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> se selecciona independientemente del grupo que consiste en hidrógeno, CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>M, CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>COOM o (CH<sub>2</sub> CH<sub>2</sub> O)<sub>m</sub> H

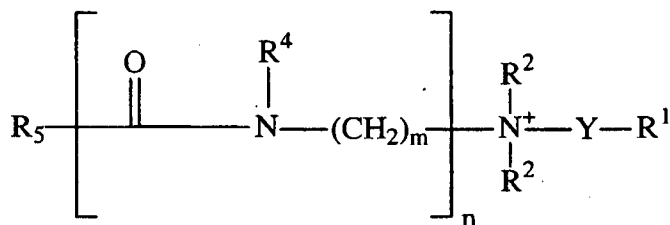


en la que m es un número entero de 1 a aproximadamente 25, y R<sup>4</sup> es hidrógeno, CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH o CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>COOM, Z es CO<sub>2</sub>M o CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>M, n es 2 o 3, preferentemente 2, M es hidrógeno o un catión, tal como, metal alcalino (por ejemplo, litio, sodio, potasio), metal alcalinotérreo (berilio, magnesio, calcio, estroncio, bario) o amonio. Este tipo de tensioactivo se clasifica algunas veces como un tensioactivo anfotérico tipo imidazolina, aunque se reconocerá que no tiene por qué derivarse necesariamente, directa o indirectamente, a través de un intermedio de imidazolina. Se entienden los materiales adecuados de este tipo para comprender una mezcla compleja de especies y pueden existir en especies protonadas y no protonadas dependiendo del pH con respecto a las especies que pueden tener un hidrógeno en R<sup>2</sup>. Se pretende abarcar todas esas variaciones y especies por la fórmula anterior.

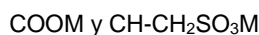
Los ejemplos de tensioactivos de la fórmula anterior son monocarboxilatos y dicarboxilatos. Los ejemplos de estos materiales incluyen cocoanfocarboxipropionato, ácido cocoanfocarboxipropiónico, cocoanfocarboxiglicinato (alternativamente denominado como cocoanfodiacetato) y cocoanfocacetato.

Los tensioactivos anfotéricos comerciales incluyen los vendidos bajo los nombres comerciales Miranol C2M Conc. N.P., Miranol C2M Conc. O.P., Miranol C2M Sf, Miranol CM Special (Miranol, Inc.; Alkateric 2CIB (Alkaril Chemicals); AmphoterGE W-2 (Lonza, Inc.); Monateric CDX-38, Monateric CSH-32 (Mona Industries); Rewoteric AM-2C (Rewo Chemical Group); y Schercoteric MS-2 (Scher Chemicals).

Los tensioactivos de betaína, es decir, tensioactivos zwitteriónicos, son los representados por la fórmula:



en la que: R<sup>1</sup> es un miembro seleccionado entre el grupo que consiste en



R<sup>2</sup> es alquilo inferior o hidroxialquilo; R<sub>3</sub> es alquilo inferior o hidroxialquilo; R<sup>4</sup> es un miembro seleccionado entre el grupo que consiste en hidrógeno y alquilo inferior; R<sup>5</sup> es alquilo superior o alqueno; Y es alquilo inferior, preferentemente metilo; c es un número entero de 2 a 7, preferentemente de 2 a 3; n es el número entero 1 o 0. M es hidrógeno o un catión, como se ha descrito previamente, tal como, metal alcalino, metal alcalinotérreo, o amonio. La expresión "alquilo inferior" o "hidroxialquilo" significa radicales hidrocarburo de cadena lineal o ramificada, saturados, alifáticos y radicales hidrocarburo sustituido que tienen de uno a aproximadamente tres átomos de carbono, tales como, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, hidroxipropilo, hidroxietilo y similares. La expresión "alquili

superior" o "alqueno" significa radicales hidrocarburo lineales o ramificados saturados (es decir, "alquilo superior") y no saturados (es decir, "alqueno superior") alifáticos que tienen de aproximadamente ocho a aproximadamente 20 átomos de carbono, tales como, por ejemplo, laurilo, cetilo, estearilo, oleilo y similares. Se debe entender que la expresión "alquilo superior o alqueno" incluye mezclas de radicales que pueden contener uno o más enlaces intermedios, tales como, enlaces éter o poliéter o sustituyentes no funcionales, tales como, radicales hidroxilo o halógeno en el que el radical permanece de carácter hidrófobo.

Los ejemplos de betaínas tensioactivas de la fórmula anterior, en la que n es cero, incluyen las alquilbetaínas, tales como, cocodimetilcarboximetilbetaína, laurildimetilcarboximetilbetaína, laurildimetil-alfa-carboxietilbetaína, cetildimetil-carboximetilbetaína, lauril-bis-(2-hidroxietil) carboximetilbetaína, estearil-bis-(2-hidroxipropil)carboximetilbetaína, oleildimetil-gamma-carboxipropilbetaína, lauril-bis-(2-hidroxipropil)alfa-carboxietilbetaína, etc. Las sulfobetaínas pueden estar representadas por cocodimetilsulfopropilbetaína, estearildimetilsulfopropilbetaína, lauril-bis-(2-hidroxietil) sulfopropilbetaína, y similares.

Los ejemplos específicos de amidobetaínas y amidosulfobetaínas incluyen, las amidocarboxibetaínas, tales como, cocamidopropilbetaína, cocamidodimetilcarboximetilbetaína, laurilamidodimetilcarboximetilbetaína, cetilamidodimetilcarboximetilbetaína, laurilamido-bis - (2-hidroxietil) - carboximetilbetaína, cocamido-bis-(2-hidroxietil) - carboximetilbetaína, etc. Las amidosulfobetaínas pueden estar representadas por cocamidodimetilsulfopropilbetaína, estearilamidodimetilsulfopropilbetaína, laurilamido-bis-(2-hidroxietil)-sulfopropilbetaína y similares.

Los tensioactivos no iónicos incluyen aquellos compuestos producidos por condensación de grupos óxido de alqueno, de naturaleza hidrófila, con un compuesto hidrófobo, que puede ser alifático o alquilo aromático en la naturaleza. Los tensioactivos no iónicos incluyen, pero sin limitación,

(1) óxidos de polietileno condensados de alquil fenoles, por ejemplo, los productos de condensación de alquil fenoles que tienen un grupo alquilo que contiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 20 átomos de carbono tanto en una configuración de cadena lineal o cadena ramificada, con óxido de etileno, estando dicho óxido de etileno presente en cantidades igual a de aproximadamente 10 a aproximadamente 60 moles de óxido de etileno por mol de alquil fenol;

(2) aquellos obtenidos a partir de la condensación de óxido de etileno con el producto resultante de la reacción de óxido de propileno y productod dr diamina etileno;

(3) óxidos de amina terciaria de cadena larga de la fórmula  $[R_1 R_2 R_3 N \rightarrow O]$ , en la que  $R_1$  contiene un radical alquilo, alqueno o monohidroxialquilo de aproximadamente 8 a aproximadamente 18 átomos de carbono, desde 0 a aproximadamente 10 restos de óxido de etileno, y de 0 a aproximadamente 1 resto glicerilo, y  $R_2$  y  $R_3$  contienen de aproximadamente 1 a aproximadamente 3 átomos de carbono y de aproximadamente 0 a aproximadamente 1 grupo hidroxilo, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, hidroxietilo o radicales hidroxipropilo;

(4) óxidos de fosfina terciarios de cadena larga de fórmula  $[RR'R''P \rightarrow O]$  donde R contiene un radical alquilo, alqueno o monohidroxialquilo en el intervalo de aproximadamente 8 a aproximadamente 18 átomos de carbono de longitud de cadena, de 0 a aproximadamente 10 restos de óxido de etileno y de 0 a 1 restos de glicerilo y  $R'$  y  $R''$  son cada uno grupos alquilo o monohidroxialquilo que contienen de 1 a aproximadamente 3 átomos de carbono;

(5) dialquil sulfóxidos de cadena larga que contiene un alquilo de cadena corta o un radical hidroxialquilo de 1 a aproximadamente 3 átomos de carbono (normalmente metilo) y una cadena hidrofóbica larga que incluye radicales alquilo, alqueno, hidroxialquilo o cetoalquilo que contienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 20 átomos de carbono, de 0 a aproximadamente 10 restos de óxido de etileno y de 0 a 1 resto de glicerilo; y

(6) tensioactivos de alquil polisacárido (APS) (por ejemplo, alquil poliglicósidos) que tienen un grupo hidrofóbico con aproximadamente 6 a aproximadamente 30 átomos de carbono y un polisacárido (por ejemplo, poliglicósido) como el grupo hidrofílico; opcionalmente, pueden ser un grupo óxido de polialqueno que unen los restos hidrofóbicos e hidrofílicos; y el grupo alquilo (es decir, el resto hidrofóbico) puede estar saturado o insaturado, ramificado o sin ramificar y sin sustituir o sustituido (por ejemplo, con anillos hidroxilo o cíclicos).

(7) Los alcoholes grasos etoxilados seleccionados que tiene un resto de óxido de etileno correspondiente a la fórmula  $(OCH_2CH_2)_n$ , en la que n es de aproximadamente 5 a aproximadamente 150, preferentemente de aproximadamente 6 a aproximadamente 31 y más preferentemente de aproximadamente 7 a aproximadamente 21 moles de etoxilación. Además, los alcoholes grasos etoxilados útiles en el presente documento son aquellos que tienen de aproximadamente 6 a aproximadamente 30 átomos de carbono, preferentemente de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono y más preferentemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 19 átomos de carbono. Estos alcoholes grasos pueden ser alcoholes de cadena lineal o ramificada y pueden estar ramificados o sin ramificar. Los ejemplos de alcoholes grasos etoxilados adecuados para sus uso en composiciones de limpieza, incluyen alcoholes grasos etoxilados obtenidos a partir de alcoholes grasos, las series ceteh de compuestos, tales como, ceteth-5 a ceteth-45, que son éteres de etilenglicol de alcohol cetílico, en el que la denominación numérica indica el número de restos de óxidos de etileno presentes; las series esteareth de compuestos, tales como, esteareth-5 a esteareth-100, que son éteres de etilenglicol de alcohol esteareth, en el que la denominación numérica indica el número de restos de óxidos de etileno presentes; las series laureth de compuestos, tales como, laureth-5 a laureth-40, que son éteres de etilenglicol de lauril alcohol, en el que la denominación numérica indica el número de restos de óxidos de etileno presentes; cetareth-5 a cetareth-50, que son éteres de etilenglicol de alcohol cetareth, es decir, una mezcla de alcoholes grasos que contienen predominantemente alcohol cetílico y estearílico, en el que la denominación numérica indica el número de restos

de óxidos de etileno presentes; ésteres de alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub> de los compuestos ceteth, esteareth y cetareth que se acaban de describir; las series pareth de compuestos, tales como, pareth-5 a pareth-40, que son éteres de etilenglicol de alcoholes grasos sintéticos que contienen ambas fracciones de cadenas de longitud par e impar de carbono, en el que la denominación numérica indica el número de restos de óxidos de etileno presentes; y mezclas de los mismos. Los ejemplos específicos de alcoholes grasos etoxilados son los seleccionados entre el grupo que consiste en ceteth-10, ceteth-20, esteareth-10, esteareth-20, esteareth-21, esteareth-100, laureth-12, laureth-23, cetareth-20, pareth-7 C12-13, pareth-9 C12-15, pareth-13 C14-15 y mezclas de los mismos.

(8) Alcanolamidas alcoxiladas, tales como PPG<sub>2</sub> hidroxietil cocamida (Promidium CO, disponible a través de Uniqema), PPG<sub>15</sub>, hidroxietil isoestearamida, PPG<sub>3</sub> hidroxietil sojamida (Promidium SY, disponible a través de Uniqema), PPG-2 hidroxietil coco/isoestearamida (Promidium-2 disponible a través de Uniqema).

Los tensioactivos usados de manera frecuente incluyen óxidos de amina, amidas de ácidos polihidroxi grasos, sulfatos de alquilo etoxilados, etoxilatos de alquilo, sulfatos de alquilo, sulfonatos de alquilbenceno, carboxilatos de éter de alquilo, glucósidos de alquilo, ésteres de metil glucosa, y betainas, tales como lauril sulfato sódico, lauril éter sulfato sódico, lauril sulfato de amonio, lauril éter sulfato de amonio, sulfonatos de alcano secundario C<sub>14-17</sub> (SAS), sulfonato de alqueno 2-(C<sub>14</sub>-C<sub>16</sub>), hidroxí 3-(C<sub>14</sub>-C<sub>16</sub>) sulfonato de alqueno (C<sub>14</sub>-C<sub>16</sub>), sulfonato de 4-hidroxialqueno, cocoamidopropil betaína, alcanolamidas alcoxiladas, y combinaciones de los mismos.

### Ejemplos

La Fórmula 3 y la Tabla 3 proporcionan un resumen de las composiciones de los polidiloxanos de los ejemplos.

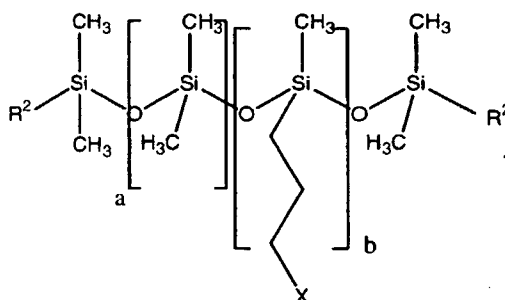


Tabla 1

Ej	Aminopolisiloxano X	P <sub>M</sub> *	P <sub>n</sub> *	Amidopolisiloxano X	R <sup>2</sup>	a:b	Pt Equiv. de ácido
1	-nh <sub>2</sub>	20.000	7.500		Me	66:1	4400
2	-nh <sub>2</sub>	40.000	20.000		Me	25,4:1	2250
3	-nh <sub>2</sub>	50.000	30.000		Me con EtO al 40 %	25,6:1	2300
4	-nh <sub>2</sub>	3000	910		Me	4,5:1	450
5	-nh <sub>2</sub>	10000	3400		Me	29,4:1	2410

\* P<sub>w</sub> y P<sub>n</sub> del material de partida del aminopolisiloxano.

### Ejemplo 1

El polisiloxano sustituido con carboxi pirrolidona del documento U.S. 5.807.955, se preparó usando fluido amino lateral (pendiente) de silicona funcional que tiene un peso molecular medio (por amina primaria) de aproximadamente 4400 obtenido a partir de Shin-Etsu bajo la denominación de producto de KF-865. Se mezclaron 88 gramos (0,02 moles) del fluido de silicona con 2,6 gramos de ácido itacónico (0,02 moles) y se calentó a una temperatura de 120 °C para obtener una masa fundida transparente. Se continuó calentando durante 2 horas más, con el producto formado con un número ácido de 13 mg de hidróxido potásico por gramo, peso molecular medio (Pm) de aproximadamente 20.000 y número de peso molecular medio (Pm) de aproximadamente 7500. Este material está disponible en el mercado como Monasil PCA, (Uniqema, New Castle, Delaware.)

### Ejemplo 2

Se mezclaron 100,0 gramos (0,05 moles) de un fluido amino lateral (pendiente) de silicona funcional que tiene un peso molecular medio (por amina primaria) de aproximadamente 2250 y conforme lo descrito en la Tabla 1, con 6,5 gramos de ácido itacónico (0,05 moles) y se calentó a una temperatura de 120 °C para obtener una masa fundida transparente. Se continuó calentando durante 2 horas más, con el producto formado con un número ácido de 28 mg de hidróxido potásico por gramo, peso molecular medio (Pm) de aproximadamente 40.000 y número de peso molecular medio (Nm)

de aproximadamente 20.000.

### **Ejemplo 3**

5 Se mezclaron 100,0 gramos (0,045 moles) de un fluido amino lateral de silicona funcional que tiene un peso molecular medio (por amina primaria) de aproximadamente 2300 y conforme lo descrito en la Tabla 1, con 5,6 gramos de ácido itacónico (0,045 moles) y se calentó a una temperatura de 120 °C para obtener una masa fundida transparente. Se continuó calentando durante 2 horas más, con el producto formado con un número ácido de 26 mg de hidróxido potásico por gramo, peso molecular medio (Pm) de aproximadamente 50.000 y número de peso molecular medio (Nm) de aproximadamente 30.000.

### **Ejemplo 4**

15 Se obtuvieron y se mezclaron 100,0 gramos (0,22 moles) de un fluido amino lateral (pendiente) de silicona funcional que tiene un peso equivalente (por amina primaria) de aproximadamente 450 y conforme lo descrito en la Tabla 1, con 28,0 gramos de ácido itacónico (0,22 moles) y se calentó a una temperatura de 120 °C para obtener una masa fundida transparente. Se continuó calentando durante 2 horas más, con el producto formado con un número ácido de 128 mg de hidróxido potásico por gramo, un peso molecular medio (Pm) de aproximadamente 3000 y un número de peso molecular medio (Nm) de aproximadamente 900. El material preparado no era soluble en agua.

### **Ejemplo 5**

25 Se mezclaron 100,0 gramos (0,05 moles) de un fluido amino lateral (pendiente) de silicona funcional que tiene un peso equivalente (por amina primaria) de aproximadamente 2000 y conforme lo descrito en la Tabla 1, con 6,5 gramos de ácido itacónico (0,05 moles) y se calentó a una temperatura de 120 °C para obtener una masa fundida transparente. Se continuó calentando durante 2 horas más, con el producto formado que tiene un número ácido de 28 mg de hidróxido potásico por gramo de polisiloxano, un peso molecular medio (Pm) de aproximadamente 10.000 y un número de peso molecular medio (Nm) de aproximadamente 3300.

### **Ejemplos 6-11**

30 Se prepararon polisiloxanos modificados con pirrolidona adicional. Los materiales, disolventes y cantidades se muestran en la Tabla 2. La solución de ácido itacónico usada en estos ejemplos se prepararon añadiendo ácido itacónico (ITA) a isopropanol en exceso y calentando de aproximadamente 40 °C a 50 °C hasta que el ITA se disolvió en el alcohol, después se dejó enfriar. El ácido itacónico se disolvió en se disolvió en isopropanol (IPA) a 50 °C para dar una solución activa al 15 % en peso/peso, lo que equivale a 55,15 g IPA. La cantidad que se añadió de ITA se basó en la cantidad y número de álcali del material de partida de polisiloxano de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$40 \quad \text{Ácido itacónico (g)} = \frac{\text{[material de partida de aminopolisiloxano (g)} \bullet \text{valor de alcalinidad del aminopolisiloxano]}}{[\text{valor de ácido ITA} \bullet 2]}$$

45 (Dado que el agua generada por la cuenta de reacción solo representa el 0,2 % de la carga total, se ignoró del cálculo del porcentaje sólido.)

50 El material de partida de polisiloxano amino se cargó al reactor y después, se añadió el disolvente y el agitador de partida. El agua enfriada en un condensador a reflujo se y el reactor se calentó lentamente a 85 °C ±5 °C. Una vez a temperatura de reacción, la solución ITA se añadió lentamente de una manera por la que la temperatura de reacción no cayó más que 3 °C durante la adición. En estos ejemplos la solución ITA se añadió en incrementos con dos tercios, siendo añadidos primero y se hicieron reaccionar durante 10 minutos y después se probó la viscosidad. Cuando la viscosidad estaba en el intervalo de 300 a 1000 cPs a 50 °C, se añadió la siguiente adición de una novena parte de la solución the ITA y se hizo reaccionar durante 10 minutos. Después, se probó la viscosidad y cuando estaba en el intervalo de 300 a 1300 mPa.s (cPs) a 50 °C, después, se añadió la siguiente novena parte de la solución ITA durante 55 30 minutos y se hizo reaccionar durante 10 minutos más, antes de medir de nuevo la viscosidad. Cuando la viscosidad estaba en el intervalo de 300 a 1500 mPa. s (cPs) a 50 °C, se añadió el último noveno de la solución ITA durante 20 minutos. Después de estar la viscosidad en el intervalo de 1500 a 1200 cPs a 50 °C, la mezcla se mantuvo a temperatura de reacción y se tomaron muestras para la viscosidad cada dos horas, valores de ácido y números de alcali hasta que reunieron las especificaciones dseadas. Después se dejó enfriar a aproximadamente 50 °C y se filtró.

60

Tabla 2

Ej	Silicona Amino de partida	Amino Silicona #	Moles de Amina Primaria	Moles de Ácido Itacónico	Disolvente	Masa Disolvente	% de Amina sin reaccionar	Ácido Final #	1 o 2 Fase
6	Igual que Ej. 5	25,60	0,077	0,075	D5*	178,60	1,37	11,90	1
7	Igual que Ej. 5	25,60	0,077	0,075	Isopar M*	178,60	1,21	12,10	1
8	Igual que Ej. 4	137,10	0,333	0,333	D5	177,90	<1 %	53,30	1
9	Igual que Ej. 4	137,10	0,333	0,326	Isopar M	179,00	<1 %	57,00	2
10	Igual que Ej. 1	28,00	0,083	0,084	D5	177,90	<1 %	13,50	1
11	Igual que Ej. 1	28,00	0,083	0,084	Isopar M	177,90	<1 %	13,80	1

\* D<sup>5</sup> es ciclopentadimeticona y es de polaridad media  
 \* Isopar M es un disolvente de hidrocarburo isoparafínico ramificado de ExxonMobil que es verdaderamente no polar.

5 El Ejemplo 9 ilustra la importancia de hacer coincidir la polaridad del disolvente con el producto final. En este ejemplo, el producto es demasiado polar debido a una alta incorporación de carboxilato de pirrolidona, para permanecer en fase con el disolvente isoparafínico al enfriar. Se prefieren los disolventes polares, tales como, ésteres de alquilo C<sub>6-12</sub> de alcoholes inferiores o alcoholes inferiores y también mejora la velocidad de reacción.

### Ejemplo 12

10 Se obtuvo una premezcla en la que el ácido itacónico se disolvió en isopropanol (IPA) a 50 °C para dar una solución activa al 15 % en peso/peso, lo que equivale a 55 g de IPA. A continuación, se calculó la cantidad de disolvente requerido para dar un producto final activo al 50 % en peso/peso y se muestra en la Tabla 3.

15 Se cargaron a un matraz de reacción 150 g de un material de partida de aminosilicona, el mismo que se usó para el Ejemplo 2 de la Tabla 1. Su valor amina se calculó para determinar la cantidad de ácido itacónico necesario para una reacción estequiométrica. En este ejemplo, la aminopolisilicona de partida tiene un valor de amina medido de 28 mg KOH/g, después, 150 g contienen 0,07487 moles de amina que equivale a 9,73 g de ácido itacónico.

20 Después, se añadieron 105 g de isopropanol a la aminosilicona en el reactor como disolvente y se llevó a una temperatura de reacción de 86 °C. A temperatura de reacción, se añadió lentamente la mezcla ácido itacónico/IPA durante aproximadamente una hora mediante goteo produciendo 160 g en total de disolvente IPA a reflujo.

25 La reacción se controló mediante los valores de ácido y amina hasta que la reacción alcanzó el punto final deseado de menos que el 1 % de amina restante. En esta etapa, el calor se retiró y la reacción se enfrió a temperatura ambiente. Se requirió un total de 10 horas a reflujo.

30 El Ejemplo 13 se hizo usando el mismo proceso general, usando los materiales y condiciones descritos en la Tabla 3, excepto miristato de isopropilo (IPM), se usó como parte del sistema de disolvente para elevar la temperatura de reflujo y el tiempo de reacción fue inferior a 6 horas.

El Ejemplo 14 usa IPA como disolvente en un reflujo cerrado a 2 Bar gauge pressure para reducir adicionalmente el tiempo del ciclo de reacción.

Tabla 3

Ej.	Silicona Amino (g)	Ácido Itacónico (g)	Disolvente IPM (g)	Disolvente IPA (g)	Temp. de Reacción °C	Tiempo de Adición de la Soln ITA (h)	Tiempo de Reacción Total (h)
12	150	9,73	0	160	86	1	10
13	151	9,8	102	55	100	1	6
14	150	9,7	0	160	115	1	4*

\*a 2 BarG de presión

35

### Ejemplo 15 (Emulsión fallida usando un Carboxi-Polisiloxano de la técnica anterior)

Preparación de la Fase oleosa: Un gramo del producto de polisiloxano del Ejemplo 1 cerrado con trimetilsiloxi se mezcló suavemente durante una hora a temperatura ambiente con 19 gramos de decametilsiloxano.

40 Preparación de la fase acuosa: Se disolvieron 0,70 gramos de sulfato de magnesio en 78,30 gramos de agua destilada.

La fase acuosa se combinó lentamente a homogeneización moderada (2000 rpm), seguido posteriormente de 2

minutos de homogeneización a 10.000 rpm. La fase producto se separó inmediatamente.

**Ejemplo 16** (Emulsión)

5 Preparación de la Fase oleosa: Un gramo del producto de polisiloxano del Ejemplo 2 cerrado con trimetilsiloxi se mezcló suavemente durante una hora a temperatura ambiente con 19 gramos de decametilciclopentasiloxano.

La preparación de la fase acuosa y el método de combinar las dos fases, fue como se ha descrito en el Ejemplo 15 anteriormente.

10 El producto resultante fue una emulsión de agua en aceite un poco viscosa que no mostró señal de separación de fase después de dos semanas a 45 °C y aún era estable después de 6 meses a 25 °C.

**Ejemplo 17**

15 Se usó la misma composición y método que en el Ejemplo 16 con la adición de 0,25 gramos de ácido glicólico a la fase acuosa antes de la emulsificación. La fase producto fue una emulsión de agua en aceite medio viscosa [aproximadamente 10.000 mPa.s (cPs)] que no mostró señal de separación de fase después de dos semanas a 45 °C y aún era estable después de 6 meses a 25 °C.

**Ejemplo 18**

Los ingredientes de la siguiente fase de aceite se combinaron a 25 °C y se mezclaron completamente.

25

**Tabla 4**

Mezcla de la fase de aceite	Gramos
Fluido ciclopentasiloxano DC345 (D5)	4,35
Arlamol HD (isohexadecano)	52,17
Arlamol E (PPG 15 estearil éter)	13,05
Estol 1512 (Miristato de isopropilo)	30,43

Después se combinó esta fase de aceite con producto de carboxi polisiloxano del polímero del Ejemplo 2 y se mezclaron juntos hasta la uniformidad para preparar la Fase de Aceite A con emulsionante mostrada en la Tabla 5.

30

**Tabla 5**

Agua en una emulsión mixta de fluido de silicona/aceite de hidrocarburo	
A: Fase oleosa con Emulsionante	Gramos
Mezcla de la Fase oleosa, anterior	19,0
Polímero de Silicona del Ejemplo 2	1,0
B: Premezcla de la Fase Acuosa:	
DI agua a pH 5,5	74,8
MgSO4.7H2O	0,2
Glicerina	4,0
Germaben II	1,0

Los componentes de la fase acuosa B de la Tabla 5 se añadieron y juntos y se mezclaron hasta que fueron transparentes. La fase acuosa se combinó lentamente a la fase oleosa en homogeneización moderada (2000 rpm), seguido posteriormente de 2 minutos de homogenización a 10.000 rpm dando como resultado una emulsión de agua en aceite que aún era estable después de cinco ciclos de congelación-descongelación de -20 °C a 25 °C.

35

**Ejemplo 19**

Se preparó una emulsión de agua en aceite de protección solar de tipo orgánico con una muestra del fluido de polisiloxano cerrado con trimetilsiloxi del Ejemplo 2.

40

**Tabla 6**

Agua en una emulsión mixta de fluido de silicona/aceite de hidrocarburo	
A: Fase oleosa con Emulsionante	Gramos
Mezcla de la fase de aceite del Ejemplo 18	12,0
Polímero de Silicona del Ejemplo 2	1,0

Benzofenona-3	5,0
Finsolv TN (Éster de benzoato de alquilo mezclado)	2,0
<b>B: Premezcla de la Fase Acuosa:</b>	
agua DI a pH 5,5 (HCl)	72,0
MgSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	1,0
Glicerina	4,0
propilenglicol	2,0
Germaben II (Conservante)	1,0

La fase acuosa se combinó en la fase de aceite usando el método descrito en el Ejemplo 18 anteriormente. Se obtuvo una crema estable, pseudoplástica (espesada) con buenas propiedades sensoriales.

5 **Ejemplo 20**

Se preparó una emulsión de agua en aceite con loción orgánica tanto en fase acuosa como oleosa con una muestra del fluido de polisiloxano del Ejemplo 2 cerrado con trimetilsiloxi.

10

**Tabla 7**

<b>Agua en una emulsión mixta de fluido de silicona/aceite de hidrocarburo</b>	
<b>Parte A: Fase de aceite con emulsionante</b>	<b>Gramos</b>
D5	13,0
Ejemplo 2 polímero	1,0
Benzofenona-3	2,5
Finsolv TN (Éster de benzoato de alquilo mezclado)	3,5
<b>Parte B: Premezcla de la Fase Acuosa</b>	
Parsol* HS (Vitaminas Roche)	2,5
agua DI a pH 5,5 (HCl)	69,5
MgSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	1,0
Glicerina	4,0
propilenglicol	2,0
Conservante (Germaben II)	1,0
♦ Parsol es butilmetoxidibenzoilmetano.	

La fase acuosa se combinó en la fase oleosa usando el método descrito en el Ejemplo 18 anteriormente. Se obtuvo una crema estable, pseudoplástica (espesada) con buenas propiedades sensoriales.

15 **Ejemplo 21**

Una composición tipo antitranspirante/desodorante se preparó combinando primero, la mezcla de fase de aceite del Ejemplo 18 con el producto polimérico del Ejemplo 4 y mezclando hasta la uniformidad para preparar la fase de aceite A con un emulsionante; seguido de la combinación de los componentes de la fase acuosa B y mezclando hasta que fue uniforme; después de lo cual la fase acuosa se combinó con la fase de aceite usando el método descrito en el Ejemplo 18 anterior.

20

**Tabla 8**

<b>Agua en una emulsión mixta de fluido de silicona/aceite de hidrocarburo</b>	
<b>A: Fase oleosa con Emulsionante</b>	<b>Gramos</b>
Mezcla de la fase de aceite del Ejemplo 18	19,7
Polímero de Silicona del Ejemplo 4	0,3
<b>B: Premezcla de la Fase Acuosa:</b>	
Agua Desionizada	74,8
Sal de Glicinato de Aluminio y Circonio (Westwood)	13,0

25 La viscosidad del producto de emulsión fue en el mismo intervalo que como generalmente se encuentran en productos roll-on comerciales. El producto de emulsión fue estable durante más de seis meses a temperatura ambiente y se



ilustra que incluso cantidades pequeñas de polímero pueden afectar en gran medida a la estabilidad. La misma formulación se hizo sin el polímero y se separó inmediatamente.

### **Ejemplo 22**

5 Las composiciones antitranspirantes translúcidas se prepararon combinando primero el aceite de silicona con partes iguales de polímeros del Ejemplo 1 y el Ejemplo 4 y se mezclaron hasta la uniformidad para preparar la fase de aceite A.

10 Los ingredientes de la fase acuosa B se mezclaron y se homogenizaron hasta la uniformidad. Ambas fases se calentaron a aproximadamente 50 °C, después de lo cual la fase acuosa se combinó a la fase oleosa usando el método descrito en el Ejemplo 18 anterior (mientras que se observaba, se espesó dramáticamente y se volvió transparente). Ambos productos de ejemplo se enfriaron a una pasta translúcida estable. Estos ejemplos no se consideran optimizados en términos de claridad y se anticipa una coincidencia adicional del índice de refracción, como saben los expertos en la materia, producirán un producto transparente a temperatura ambiente. La emulsión translúcida apareció  
15 transparente y sin blanqueamiento cuando se aplicó a la piel.

**Tabla 9**

<b>Formulaciones de emulsión de gel translúcidos antitranspirante</b>		
	<b>22</b>	<b>23</b>
<b>A: Fase Oleosa</b>	Gramos	Gramos
Ciclopentadimeticona (D5)	20,0	20,0
Ejemplo 1 Polímero	0,75	0,75
Ejemplo 1 Polímero	0,75	0,75
<b>B: Fase Acuosa</b>		
Tween-80	0,25	0,25
Glicerol	3	3
propilenglicol	12	12
Sal de Glicinato de Aluminio y Circonio Reach AZP-90B (Reheis)	20	30
DI agua (agua desionizada)	43,25	33,25

### **Ejemplo 24**

20 Un esmalte de emulsión de agua en aceite lubricante con componentes orgánicos no volátiles (VOC cero, Compuesto orgánico Volátil) se preparó usando las técnicas descritas en los ejemplos de emulsión anteriores. PDMS en Tabla 10 se refiere a polidimetilsiloxano que proporciona las propiedades de esmalte lubricante.

25

**Tabla 10**

<b>Agua en emulsión mixta de fluidos de silicona de baja/alta viscosidad</b>	
<b>A: Fluidos de silicona con emulsionador</b>	Gramos
D5 (ciclopentadimeticona)	12
350 cSt fluido PDMS (DC-200)*	4
1000 cSt fluido PDMS (DC-200)	2
10.000 cSt fluido PDMS (DC-200)	1
Ejemplo 4 polímero	1
<b>B: Fase Acuosa</b>	
Agua Desionizada	74
MgSO4	1
Glicerol	4
Conservante (Germaben II)	1
* Marca registrada de Dow Corning.	

30 La emulsión se separó fácilmente cuando se abrillantaban superficies duras y por lo tanto se consideró que era fácil de aplicar. Repelía el agua, estaba libre de suciedad atraída y todavía estaba extremadamente brillante y suave un mes después. Se siente que esta clase de emulsiones puede ser útil en muchas aplicaciones abrillantadoras y/o lubricantes, particularmente aquellas relacionadas con las industrias de la automoción, metalurgia, mobiliario y de superficies duras.

**Ejemplo 25**

Se preparó un limpiador de prueba mezclando juntos los ingredientes enumerados en la Tabla 11.

5

**Tabla 11**

LIMPIADOR DE PRUEBA	FUENTE	ACTIVO
Lauril éter sulfato sódico	Standapol ES-2, Cognis	9,0 %
Lauril sulfato sódico	Standapol WAQ-LC, Cognis	5,0 %
Monateric CAB-L	Uniqema	2,0 %
Tensioactivo Promidium 2	Uniqema	2,0 %
Agua		81,5 %
Ácido cítrico para ajustar a pH 6		
Cloruro sódico		0,5 %

Se mezcló el polímero activo del Ejemplo 4 al 20 % en peso 4 (equivalente en peso de 450 g/mol) con agua desionizada para preparar una dispersión de dos fases. Después, esta dispersión se neutralizó con NaOH (inorgánico), TEA (muy hidrofílico) o cocodimetil amina (CDA) (hidrófobo moderado) a -pH 6, seguido mezclando cada uno con una porción del limpiador de prueba como se indica en la Tabla 12 a continuación. La estabilidad de los limpiadores de prueba resultantes se observó y se indicó en la Tabla 12.

10

**Tabla 12**

Solubilidad en el limpiador de prueba		Se ajustaron todos los pH con ácido cítrico			
Mezclas (en gramos)			Lecturas		
Ej. 4 Polímero con NaOH	% Limpiador	% Polímero Activo	25 °C	5 °C	Punto de Krafft
0,00	10 (control)	0	Transparente	Transparente	<5 °C
0,10	9,90	0,2	Transparente	Transparente	<5 °C
0,50	9,50	1,0	Transparente	Transparente	<5 °C
Ej. 4 Polímero con TEA					
0,10	9,90	0,2	Transparente	Transparente	<5 °C
0,50	9,50	1,0	Transparente	Transparente	<5 °C
Ej. 4 Polímero con CDA					
0,50	9,50	10,00	Transparente	Transparente	<5 °C
0,50	9,50	10,00	Transparente	Transparente	<5 °C

15

Independientemente del par de iones o sal formada, el amidopolisiloxano de la presente invención del ejemplo 4 es completamente compatible en el sistema limpiador y se señaló para espumar bien, en contraste con los polímeros de silicona que actúan como antiespumantes en la técnica.

**Ejemplo 26**

Se añadió miristato de isoprilo al 25 % en peso al polímero del del Ejemplo 2 al 75 % en peso para diluir ligeramente el polímero, tal que se redujo la viscosidad. La mezcla se mezcló en una relación 50:50 en peso con SLES-2 (un tensioactivo hidrofóbico de lauril éter-2 sulfato sódico) y después se neutralizó a pH 6 con NaOH (actividad del polímero final al 38 %). El producto era fino y transparente antes de la neutralización pero se formó un gel transparente después de la neutralización de NaOH. La mezcla no neutralizada era transparente y fácil de manejar, por lo que se seleccionó para su uso, Parte II de la Tabla 13, en la siguiente etapa.

25

**Ejemplo 26A-D**

La muestra del ejemplo 26 se añadió al limpiador de prueba, pero el proceso fue lento y difícil debido al bajo tiempo de disolución del polímero de silicona en el limpiador. En consecuencia, el orden de la adición se alteró preparando la base de limpiador solo con tensioactivos, dejando así la carga final de agua hasta después de añadir la premezcla de polímero. Por tanto, la Premezcla Tensioactiva, Parte I, y la Adición del Polímero, Parte II, de la Tabla 13 se mezclaron y el agua, sal y pH de la Parte III se añadieron después mezclando. Para cada muestra, las Partes, I, II y III se mezclaron en las cantidades proporcionadas en la Tabla 14.

30

35

Tabla 13

Limpiador de prueba, nuevo orden de adición	Bases activas (% en peso)	Cantidad actual (g)	Agua actual (g)
<b>Parte I - Premezcla tensioactiva</b>			
Lauril éter sulfato sódico (Standapol ES-2, de Cognis)	9,0	34,61	25,61
Lauril sulfato sódico (Standapol WAQ-LC, de Cognis)	5,0	17,24	12,24
Monateric CAB-LC (de Uniqema)	2,0	5,71	3,71 (incl. NaCl)
Promidium 2 tensioactivo (de Uniqema)	1	1	0
<b>Parte II - Adición de polímero</b>			
Ejemplo 26 (polímero al 50:50: Premezcla SLES) (polímero activo al 38 %)	0 a 10	0 – 4.4	
<b>Parte III (final)</b>			
Agua	c.s.	c.s. a 100 g	
Ácido cítrico o NaOH para ajustar el pH final a 5,8-5,9	c.s.	0,1	
Cloruro sódico	0,7	0,7	

Tabla 14

Fórmula	Parte I (g)	Parte II (g)	Parte III (g)	Polímero de silicona activo (% en peso)	25 °C Apariencia / Turbidez	Punto de Krafft
Ejemplo 26A	6,00	0,26	4,0	1,0	Transparente < 10 NTU	< 5 °C
Ejemplo 26 B	6,00	0,53	4,0	1,9	Transparente < 10 NTU	< 5 °C
Ejemplo 26C	6,00	0,79	4,0	2,8	Transparente < 10 NTU	< 5 °C
Ejemplo 26D	6,00	1,32	4,0	4,4	Transparente < 10 NTU	< 5 °C

Todos los pH se ajustaron a ~6,5  
 No se añade sal  
 La turbidez puede ser una clasificación de aspecto (nublada o transparente) o un número estandarizado en NTU (Unidad de turbidez nefelométrica).

5 Incluso por encima del 4 % en peso de polímero, la claridad fue sorprendentemente transparente. Este resultado se compara muy favorablemente, considerando que la mayoría de los polímeros de silicona comercial son de peso molecular bajo (-750-1000 Dalton) y normalmente etoxilados altamente para lograr este resultado. La limpieza y espumado fueron buenos y el producto dejó una sensación acondicionada deseable a las manos sin sensación de apelmazamiento del producto.

10 Usando la prueba de Espuma de Ross Miles convencional de la industria a 40 °C, la formulación de 26A se ensayó frente a un control (misma formulación con el polisiloxano del Ejemplo 2). La espuma tenía una densidad (en milímetros, mm) por debajo de la obtenida tomando la altura real de la espuma y restándolo del licor de drenaje de 50-70 mm (milímetros).

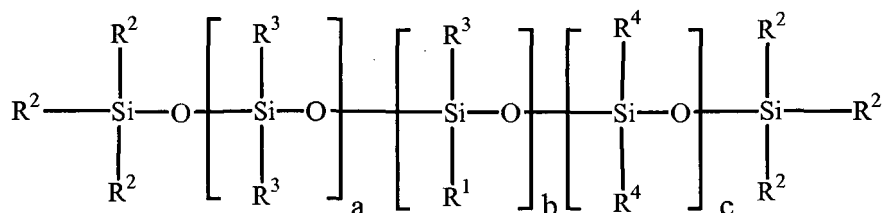
15

Formulación	Tiempo (minutos)		
	0	1	5
Control	260 mm,	230 mm,	227 mm,
Ej. 2 polímero al 1%	220 mm,	200 mm,	195 mm,

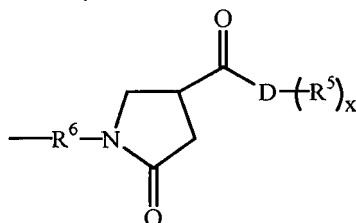
El amidopolisiloxano del Ejemplo 2 puede formularse simplemente en un sistema limpiador transparente sin afectar en gran medida a la espuma. La alcalinidad de los surfactantes tiende a autoneutralizar al amidopolisiloxano.

## REIVINDICACIONES

1. Un polisiloxano sustituido con 2-pirrolidona-4-carboxílico, representado por el polímero estadístico de Fórmula 1 que comprende:



en la que: R<sup>1</sup> es un grupo funcional que contiene pirrolidona como se muestra en la Fórmula 2:



D es oxígeno o nitrógeno, en donde al menos el 50 % en una base molar de D es oxígeno;  
R<sup>5</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>) o polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) de 2 a 200 unidades, en donde al menos el 50 % en una base molar de R<sup>5</sup> es hidrógeno.

x es 1 o 2;

R<sup>6</sup> es alquilo (C<sub>1-20</sub>) ramificado o sin ramificar;

15 cada R<sup>2</sup>, que puede ser independientemente el mismo o diferente, se selecciona entre alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), fenilo o -OR<sup>7</sup>, en donde R<sup>7</sup> es H o alquilo C<sub>1-6</sub>;

20 cada R<sup>3</sup>, que puede ser independientemente el mismo o diferente, se selecciona entre alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) o fenilo; cada R<sup>4</sup>, que puede ser independientemente el mismo o diferente, se selecciona entre fenilo, alquilo (C<sub>1-36</sub>) alquileo C<sub>1-36</sub> y/o polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) de 2 a 200 unidades cerrado o sin cerrar con alquilo (C<sub>1-20</sub>); a es un número entero de 10 a 560;

b es un número entero de 1 a 40, en donde la relación absoluta de a a b es 2,5 a 35 y en donde la suma promedio de número entero a+b existe en el intervalo de 11 a 600 y preferentemente de 11 a 400 y más preferentemente de 150 a 350;

c es un número entero de 0 a 10, en donde la relación absoluta de b a c no es menor de 4.

25 2. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 1, en el que

R<sup>1</sup>, grupo funcional que contiene tepirrolidona,

D es oxígeno;

R<sup>5</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) o polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) de 1 a 6 unidades;

30 R<sup>6</sup> es un alquilo (C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>) ramificado o sin ramificar;

cada R<sup>2</sup> se selecciona entre metilo, fenilo, -OR<sup>7</sup>, donde R<sup>7</sup> es metilo, etilo o hidrógeno, y en donde colectivamente R<sup>2</sup> está sustancialmente cerrado;

cada R<sup>3</sup> se selecciona entre metilo o fenilo;

35 cada R<sup>4</sup> se selecciona entre fenilo, metilo, alquilo (C<sub>1-36</sub>) o polioxi-alquileo (C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>) de 2 a 30 unidades, cerrado o sin cerrar con alquilo (C<sub>1-20</sub>);

a es un número entero de 10 a 560;

b es un número entero de 1 a 40, en donde la relación absoluta de a a b es de 2,5 a 35;

y la suma promedio de a+b existe en el intervalo de 11 a 400,

c es un número entero de 0 a 10, y la relación absoluta de b a c no es menor de 4.

40 3. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 2, en el que:

R<sup>2</sup> es metilo; R<sup>3</sup> es metilo; R<sup>5</sup> es hidrógeno; D es oxígeno; R<sup>6</sup> es propilo o isobutilo;

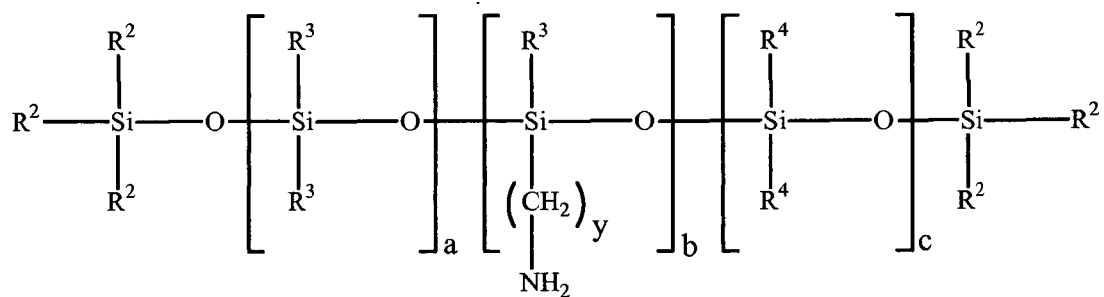
45 a es un número entero de 10 a 560; b es un número entero de 1 a 40, en donde la relación absoluta de a a b es de 2,5 a 35, y

la suma promedio de a+b existe en el intervalo de 11 a 350; y

c es 0.

50 4. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 1, en el que la relación absoluta de a a b es 2,5 - 35 y del 1 - 100 por ciento en una base molar de los grupos carboxilo, formado a partir de los sustituyentes D y R<sup>5</sup>, se neutralizan haciendo la composición de polisiloxano soluble en detergente.

5. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 1 en el que la relación absoluta de a a b es 13-33 y del 50-100 por ciento en una base molar de los grupos carboxilo, formado a partir de los sustituyentes D y R<sup>5</sup>, se neutralizan a un pH de solución de 3,5 - 11.
- 5 6. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 3, en el que la relación absoluta de a a b es 15 - 33 y el peso molecular medio ponderado Pm es de 15.000 - 25.000 Dalton.
7. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 2 o en la reivindicación 3, en el que la relación absoluta de a a b es 13-33 y del 50 - 100 por ciento en una base molar de los grupos carboxilo, formado a partir de los sustituyentes D y R<sup>5</sup>, se neutraliza a un pH de solución de 4,5 - 8.
- 10 8. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 2, en el que R<sup>6</sup> es propilo y la relación de a a b es 20 - 26.
9. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 1, en el que la relación absoluta de a a b es 2,5 - 13 y del 50 - 100 por ciento en una base molar de los grupos carboxilo, formado a partir de los sustituyentes D y R<sup>5</sup>, se neutralizan haciendo la composición de polisiloxano soluble en agua.
- 15 10. Un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 2 o en la reivindicación 3, en el que la relación absoluta de a a b es 2,5 - 13 y del 50 - 100 por ciento en una base molar de los grupos carboxilo, formado a partir de los sustituyentes D y R<sup>5</sup>, se neutralizan haciendo la composición de polisiloxano soluble en agua.
- 20 11. Una composición de polisiloxano que comprende:
- i) 0,1 a 10 por ciento en peso del polisiloxano reivindicado en la reivindicación 4;
- 25 ii) 90 - 99.9 por ciento en peso de un sistema de detergente, en el que el detergente se selecciona entre tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfotéricos y mezclas de los mismos, que forman una fase transparente en agua, en donde los tensioactivos comprenden del 5 por ciento en peso al 50 por ciento del sistema de detergente.
- 30 12. Una composición de polisiloxano que comprende
- i) 0,1 a 10 por ciento en peso del polisiloxano reivindicado en la reivindicación 9; y
- 35 ii) 90 - 99.9 % en peso de un sistema acuoso transparente formado principalmente por agua y opcionalmente otros aditivos solubles en agua.
13. Un polisiloxano que contiene una emulsión de agua en aceite que comprende:
- (a) 0,1 a 5 en peso/peso por ciento de un polisiloxano como se reivindica en la reivindicación 2 o en la reivindicación 3, en donde la relación absoluta de a a b es 13-35;
- 40 (b) 8 a 60 en peso/peso por ciento de una fase oleosa seleccionada entre aceite de silicona, aceite de hidrocarburo y mezclas de los mismos; y
- (c) 40 a 90 en peso/peso por ciento de una fase acuosa que tiene un pH de solución de 2 a 12, con un 0,1 a 40 por ciento en peso de electrolito añadido.
- 45 14. Una emulsión de agua en aceite como se reivindica en la reivindicación 13, que comprende adicionalmente el polisiloxano de la reivindicación 3 que tienen una relación absoluta de a a b de 20 - 26 y un peso molecular medio Pm de 15.000 - 25.000 Dalton.
- 50 15. Una emulsión de agua en aceite como se reivindica en la reivindicación 13, en la que la fase oleosa comprende del 20 - 40 por ciento en peso de la emulsión, el aceite se selecciona entre cicloteticonas, cicloalquilmeticonas, triglicéridos líquidos, ésteres de alquilo (C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>) de alcoholes (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) y mezclas de los mismos; y la composición de polisiloxano comprende el 0,25 - 2 por ciento en peso de la emulsión.
- 55 16. Una emulsión de agua en aceite como se reivindica en la reivindicación 15, que además comprende sales de aluminio circonio como parte de la fase acuosa.
17. Una emulsión de agua en aceite como se indica en la reivindicación 15, que además comprende una loción.
- 60 18. Un proceso para preparar el polisiloxano de la reivindicación 1, que comprende hacer reaccionar ácido itacónico con un aminopolisiloxano de la fórmula:



en la que  $\text{R}^2$ ,  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$ , a, b y c son como se han definido para el polisiloxano reivindicado en la reivindicación 1,  $(-\text{CH}_2)_y$  es un grupo alquileo ramificado o sin ramificar e y es de 1-20,

5 en presencia de un sistema de disolvente que comprende un alcohol ( $\text{C}_1\text{-C}_6$ ) y un éster de alquilo ( $\text{C}_6\text{-C}_{18}$ ) de un alcohol ( $\text{C}_1\text{-C}_6$ ).

19. Un proceso como se reivindica en la reivindicación 18, en el que la reacción se ejecuta a una temperatura de 90 a 110 °C para un tiempo de reacción de dos a tres horas y el sistema de disolvente comprende un alcohol seleccionado entre isopropanol, propanol y mezclas de los mismos y un éster de alquilo ( $\text{C}_6\text{-C}_{18}$ ) seleccionado entre éster de miristato de isopropilo, éster de palmitato de isopropilo, éster de laurato de isopropilo y combinaciones de los mismos, y c es cero.

20. Un proceso como se reivindica en la reivindicación 19, en el que el sistema de disolvente comprende una combinación de miristato de isopropilo e isopropanol a una relación de 1:1 a 10:1 en peso.

15