

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 551 869**

51 Int. Cl.:

**D06M 13/148** (2006.01)

**C07C 41/00** (2006.01)

**C08G 65/00** (2006.01)

**D06M 13/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.01.2011 E 11700260 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.08.2015 EP 2534294**

54 Título: **Nuevos ésteres de poligliceroles y su uso**

30 Prioridad:

**12.02.2010 US 704708**

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

**24.11.2015**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**WENK, HANS HENNING;  
KOTTKE, ULRIKE y  
PONDER, JENNIFER BETH**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**Observaciones :**

**Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 551 869 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

Nuevos ésteres de poligliceroles y su uso

Campo del invento

5 El presente invento se refiere a unos ésteres parciales de poligliceroles de ácidos carboxílicos lineales, no sustituidos, con las condiciones de que el poliglicerol, que se ha obtenido por hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poligliceroles, ha de comprender un grado medio de polimerización de 2 a 8 y el índice de polidispersidad de dicho poliglicerol ha de ser mayor que 0,75.

10 Se conocen diversos usos para ciertos ésteres de poligliceroles ("PGEs"). Véanse, por ejemplo, los documentos de patente de los EE.UU. US 4.214.038 y de solicitud de patente de los EE.UU. US 2006/0276370. Los PGEs son unos ésteres que se obtienen típicamente haciendo reaccionar un poliglicerol y un ácido graso. Los poligliceroles se pueden preparar a partir de glicerina (glicerol) tal se describe en la bibliografía, por ejemplo tal como se describe en el documento US 6.620.904. En general, la oligomerización de la unidad de glicerol es una reacción intermolecular entre dos moléculas de glicerina para formar un diglicerol. También, dos de tales oligómeros se pueden hacer reaccionar conjuntamente, o un oligómero se puede hacer reaccionar con una cantidad adicional de glicerina para formar unos oligómeros todavía de más alto grado. Los poligliceroles pueden ser convertidos en ésteres de poligliceroles mediante unas típicas técnicas de esterificación, por ejemplo por intermedio de una reacción con ácidos grasos, cloruros de ácidos grasos, y compuestos similares. Los ácidos grasos que se usan en la esterificación pueden consistir en una mezcla de longitudes de cadenas de ácidos grasos, tal como, por ejemplo, las mezclas de ácidos grasos que se derivan de aceite de coco o de sebo. Los ácidos grasos pueden ser saturados o insaturados, y pueden contener de aproximadamente 12 a aproximadamente 22 átomos de carbono, o aproximadamente de 10 a 22 átomos de carbono. Las mezclas de ácidos grasos que se derivan de unas grasas y unos aceites naturales, tales como, por ejemplo, aceite de semilla de colza, aceite de cacahuete, tocino (manteca), sebo, aceite de coco y aceite de soja, pueden ser convertidas a la forma saturada mediante una hidrogenación, siendo tales procedimientos entendidos con facilidad por una persona que tenga una experiencia ordinaria en la especialidad.

Las composiciones para el tratamiento de telas por los consumidores son formuladas con frecuencia para proporcionar una sensación mejorada a las telas. Dichas composiciones se pueden formular, por ejemplo, como composiciones suavizantes líquidas, láminas para secadoras o formulaciones de detergentes. Desafortunadamente, dependiendo del tipo de material activo suavizante que se use, las existentes composiciones suavizantes de telas pueden padecer de una diversidad de desventajas. Por ejemplo, los materiales activos que se usan actualmente pueden resultar excesivamente costosos, pueden conferir una sensación grasienta a los materiales textiles y en algunos casos pueden dar lugar a que una tela tratada se vuelva hidrófoba. Además, algunos agentes suavizantes, tales como ciertos compuestos de amonio cuaternario, pueden ser difíciles de formular conjuntamente, en particular cuando ellos están combinados con unos agentes tensioactivos aniónicos, puesto que puede producirse una floculación o precipitación. Además, existe una necesidad de unos agentes suavizantes de telas que se puedan usar en unas formulaciones con bajo contenido de agua o compactadas, en contraste con los agentes suavizantes de telas que actualmente se usan, que pueden resultar difíciles de formular como unas composiciones con bajo contenido de agua.

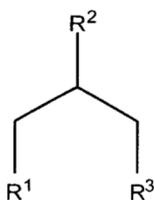
40 El uso de ésteres de poligliceroles en aplicaciones de suavización de telas, ha sido descrito por ejemplo en el documento de patente japonesa JP3886310, que reivindica un agente suavizante de fibras, que comprende una mezcla de ésteres de ácidos grasos de poligliceroles y de ésteres de ácidos grasos de sacarosa.

Existe, sin embargo, una demanda creciente de unas sustancias agentes suavizantes de telas que se puedan producir con facilidad sobre la base de unas fuentes renovables y que proporcionen una sensación excelente a la tela. Un objeto del invento fue proporcionar tales sustancias suavizadoras de telas.

45 Descripción del invento

Se ha encontrado ahora, de modo sorprendente, que los nuevos ésteres parciales de poligliceroles de la reivindicación 1 satisfacen los requisitos.

Por lo tanto, el presente invento se refiere a un éster parcial de poligliceroles que tiene la estructura de fórmula (I)



Fórmula (I)

50

siendo  $R^1$ ,  $R^2$  y  $R^3$ , de manera independiente unos de otros, iguales o diferentes, que están seleccionados entre el conjunto que se compone de

-OH,

-OR<sup>4</sup>, siendo R<sup>4</sup> un radical acilo lineal no sustituido que tiene una longitud de las cadenas de 16 a 22 átomos de carbono, con la condición de que los ácidos monocarboxílicos que se han obtenido a partir del radical acilo por saponificación, han de poseer un índice de yodo más pequeño que 50, de manera preferida más pequeño que 30, de manera más preferida de aproximadamente 1-25,

-OR<sup>5</sup>, siendo R<sup>5</sup> un radical que tiene la estructura de la Fórmula (I) en donde uno de los R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es un enlace directo con el oxígeno de -OR<sup>5</sup>

en donde cada molécula del éster parcial de poliglicerol comprende por lo menos uno de cada -OR<sup>4</sup> y -OR<sup>5</sup>, con las condiciones de que el poliglicerol que se ha obtenido por hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poliglicerol ha de comprender un grado medio de polimerización de 2 a 8 y de que el índice de polidispersidad de dicho poliglicerol ha de ser mayor que 0,75, de manera preferida mayor que 1,0, de manera particularmente preferida mayor que 1,2, tal como se especifica más abajo.

El invento se refiere además a unos métodos para preparar los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento.

Todavía más, el invento se refiere también al uso de los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento en agentes suavizantes de telas y a los agentes suavizantes de telas que comprenden los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento.

Una ventaja del presente invento reside en que los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento tienen excelentes propiedades emulsionantes.

Una ventaja más del presente invento reside en que la formulación que comprende los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento es estable a una alta temperatura. Todavía otra ventaja más del presente invento reside en que los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento tienen un efecto acrecentador de la viscosidad en las formulaciones.

Todavía otra ventaja más del presente invento reside en que los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento tienen una deposición intensificada en la presencia de un agente tensioactivo aniónico.

Otra ventaja reside en que los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento son biodegradables y tienen una baja toxicidad para los seres humanos y el medio ambiente.

Todavía otra ventaja más reside en que los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento son estables a un pH neutro, permitiendo efectuar una formulación con unos materiales que no son estables a un bajo valor del pH, tales como enzimas y ciertos perfumes.

Otra ventaja reside en que los ésteres parciales de poliglicerol de acuerdo con el invento proporcionan un control de las propiedades estáticas que es superior al de otros agentes suavizantes no iónicos.

Una persona experta en la especialidad reconocerá que los ésteres de poliglicerol, debido a su naturaleza polimérica y debido a los métodos por los que ellos se preparan, son unas mezclas estadísticas de diferentes estructuras.

Por lo tanto, una molécula de poliglicerol puede comprender unos enlaces de éteres entre dos posiciones primarias, entre una posición primaria y otra secundaria, o entre dos posiciones secundarias de las unidades de monómeros de glicerol. Pueden estar presentes también unas estructuras cíclicas que comprendan uno o más anillos cíclicos. Para el tetraglicerol y otros oligómeros de más alto grado, pueden estar presentes unas estructuras ramificadas que comprendan por lo menos una unidad de monómero de glicerol engarzada con otras tres unidades de monómeros de glicerol por intermedio de un enlace de éter. Una mezcla de poliglicerol puede contener diferentes oligómeros e isómeros de éstos, y puede ser caracterizada por la distribución de oligómeros, es decir por la proporción de estructuras de mono-, di-, tri-...-glicerol en la mezcla. Esta distribución se puede determinar, por ejemplo, por medio de una cromatografía de gases a alta temperatura de la mezcla de poliglicerol después de una derivatización. La síntesis de unos isómeros de oligoglicerol individuales se describe en la referencia de "Original synthesis of linear, branched and cyclic oligoglycerol standards" [Síntesis original de patrones de oligoglicerol lineales, ramificados y cíclicos], Cassel y colaboradores, Eur. J. Org. Chem. 2001, 875-896.

Adicionalmente, la esterificación de unas mezclas de poliglicerol da como resultado típicamente una distribución de un poliglicerol no esterificado, de monoésteres, de diésteres, de triésteres, etc., en donde el grado medio de esterificación es determinado por la relación del ácido graso (o de uno de sus derivados) al poliglicerol que se use en la síntesis. Si se usa una mezcla de diferentes ácidos grasos para la esterificación, más de unos residuos de ácidos grasos, iguales o diferentes, pueden ser engarzados a una molécula de poliglicerol por intermedio de un enlace de éster.

Para el presente invento es esencial que la cadena principal de poliglicerol del éster parcial de poliglicerol comprenda un grado medio de polimerización de 2 a 8, de manera preferida de 2,5-6, de manera particularmente preferida de aproximadamente 3 a 5.

Un método apropiado para determinar el grado medio de polimerización del poliglicerol en un éster parcial de poligliceroles dado comprende una hidrólisis o alcoholisis del éster parcial, una separación del resultante poliglicerol a partir de los compuestos de ácidos carboxílicos que se forman, y un análisis por cromatografía de gases (con el acrónimo GC, de Gas Chromatography) después de una derivatización. El método de GC permite también

5 diferenciar a las estructuras cíclicas de las no cíclicas para unos oligómeros que tienen hasta cuatro unidades de monómeros (es decir desde el glicerol hasta los tetragliceroles).

Para el cálculo del índice de polidispersidad que se describirá seguidamente, se añaden unas estructuras cíclicas y lineales, en donde p.ej. la proporción de digliceroles en una mezcla se compone de la proporción de estructuras de digliceroles lineales y cíclicos. Con esta finalidad, 0,6 g de un éster de poliglicerol se llevan a reflujo en 25 ml de un

10 KOH etanólico 0,5 N durante 30 minutos y se ajustan a un pH de 2-3 con ácido sulfúrico. Los ácidos grasos son separados mediante una extracción triple con un volumen equivalente de un éter de petróleo. Los extractos combinados son evaporados hasta dejar un volumen de aprox. 10 ml. Una parte alícuota de 0,5 ml es transferida a una ampolla automuestreadora y se analiza por GC después de la adición de 0,5 ml de MTBE y 1 ml de una solución de TMPAH (hidróxido de trimetilalanilinio en metanol) como agente de derivatización.

15 El análisis por CG de ácidos grasos se lleva a cabo con un cromatógrafo de gases que está equipado con un dispositivo inyector con o sin división de la muestra, una columna capilar y un detector de la ionización de la llama (FID).

Condiciones:

20	Inyector	290 ° C, con división de la muestra de 30 ml
	Volumen de inyección:	1 µl
	Columna:	30 m *0,32 mm HP1 de 0,25 µm
	gas portador	helio, presión de cabeza 70 kPa
	programa de temperaturas	80 °C - 300 °C a razón de 8 °C/min;
	(acondicionamiento)	

25	Detector:	FID a	320 °C
		hidrógeno	35 ml / min
		aire	240 ml / min
		gas de reposición	35 ml / min

Aplicando estas condiciones, los ésteres metílicos de ácidos grasos son separados de acuerdo con su longitud de

30 cadena del alquilo.

El contenido relativo de los ácidos grasos individuales (la distribución de longitudes de las cadenas) se evalúa mediante el porcentaje de las áreas de los picos. El residuo después de una extracción con un éter de petróleo se ajusta a un pH de 7-8 mediante la adición de una solución de hidróxido de bario. El precipitado de sulfato de bario es

35 separado por centrifugación. El material sobrenadante se retira y el residuo se extrae tres veces con 20 ml de etanol. Los materiales sobrenadantes combinados se evaporan a 80 °C / 50 mbar. El residuo se disuelve en piridina. 500 µl de la solución se transfieren a una ampolla automuestreadora y se añade 1 ml de MSTFA (N-metil-N-trifluoroacetamida). La ampolla se cierra y se calienta a 80 °C durante 30 minutos.

Un análisis por GC del componente de poliglicerol (en la forma de su derivado con trimetilsililo) se lleva a cabo con un cromatógrafo de gas-líquido que está equipado con un inyector en la columna y un detector FID

40 Condiciones:

	Inyector:	en la columna, en la bandeja del horno
	Volumen de inyección:	0,1 µl
	Gas portador:	3 ml / min de hidrógeno (caudal constante)
45	Columna	SimDist 12 m x 0,32 mm x 0,1 µm
	(Varian)	
	Programa de temperaturas:	65 °C - 365 °C, 10 °C/min
	Detector (FID):	375 °C

En estas condiciones, los poligliceroles son separados de acuerdo con su grado de polimerización. Adicionalmente,

50 los isómeros cíclicos son separados de los lineales hasta llegar a un grado de polimerización de cuatro.

Las áreas de los picos de los oligómeros individuales son separadas mediante una perpendicular aplicada en el sitio más bajo del valle entre picos.

Puesto que es mala la resolución de oligómeros de grado más alto que el hexaglicerol, los picos de heptaglicerol y oligómeros superiores se compendian como "heptaglicerol y de grado más alto" y son considerados como un

55 heptaglicerol para la finalidad del cálculo del índice de polidispersidad. También, para el cálculo del índice de polidispersidad se compendian los isómeros lineales y cíclicos.

La relación relativa de los oligómeros e isómeros de poligliceroles individuales se calcula a partir del área de pico de la GC que se ha obtenido tal como se ha descrito.

Desde luego, los descritos análisis por CG del componente de ácido graso y del componente de poliglicerol se pueden realizar también en los materiales en bruto que se han usado para la preparación de los ésteres de

60 poligliceroles de acuerdo con el invento.

Para el presente invento es esencial que el poliglicerol, que se ha obtenido por hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poligliceroles de acuerdo con el invento, comprenda un índice de polidispersidad mayor que 0,75, de manera preferible mayor que 1,0, y de manera más preferible mayor que 1,5.

Para las finalidades del presente invento, el índice de polidispersidad es calculado como,

$$\sum_i |n_i - \langle n \rangle| \cdot x_i$$

5 en donde  $n_i$  es el grado de polimerización del oligómero individual  $i$ ,  $\langle n \rangle$  es el grado medio de polimerización de la mezcla de poligliceroles, y  $x_i$  es la proporción del oligómero  $i$  en la mezcla de poligliceroles, tal como se determina por el método de GC que más arriba se ha descrito. Para este cálculo, el grado medio de polimerización  $\langle n \rangle$  es calculado a partir del índice de hidroxilo (OHV, en mg de KOH/g) de acuerdo con la fórmula

10  $\langle n \rangle = (112200 - 18 \cdot \text{OHV}) / (74 \cdot \text{OHV} - 56100)$ .

Un poliglicerol, dependiendo de su modo de preparación, puede comprender diferentes porcentajes de estructuras cíclicas. Una visión de conjunto de algunas estructuras cíclicas que están presentes en unas mezclas comerciales de poligliceroles se presenta en la referencia "Original synthesis of linear, branched and cyclic oligoglycerol standards", Cassel y colaboradores, Eur. J. Org. Chem. 2001, 875-896. Para los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el presente invento, resulta ventajoso si el poliglicerol en la cadena principal de los poligliceroles del éster parcial comprenda por lo menos 1 %, de manera preferible por lo menos 2 % y de manera incluso más preferible por lo menos 3 % de unas estructuras cíclicas.

Los porcentajes dados no son porcentajes ni ponderales ni molares pero se determinan por el método de GC que más arriba se ha descrito y se basan en la cantidad de todos los poligliceroles.

20 Los radicales  $R^5$  en el éster parcial de poligliceroles pueden ser iguales o diferentes dentro de una misma molécula, de manera preferible ellos son diferentes.

Es evidente que el residuo  $-OR^4$  es determinado por el ácido monocarboxílico  $HOR^4$  que se usa en la reacción de esterificación para preparar el éster parcial de poligliceroles. Unos preferidos residuos  $-OR^4$  se derivan, de modo correspondiente, de los ácidos seleccionados entre el conjunto que se compone de ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico y ácido behénico. Se pueden usar también unas mezclas de diferentes ácidos, especialmente unas mezclas técnicas tales como por ejemplo unos ácidos grasos de palma total o parcialmente hidrogenados, unos ácidos grasos de pepita de palma, unos ácidos grasos de coco, unos ácidos grasos de soja, unos ácidos grasos de sebo, unos ácidos grasos de semillas de colza, unos ácidos grasos de semillas de colza con un alto contenido de ácido erúxico o unas fracciones destiladas de éstos, siempre y cuando que su índice de yodo sea más pequeño que 50, de manera preferida más pequeño que 30 y de manera todavía más preferida más pequeño que 25. Dependiendo del grado de hidrogenación y del material en bruto, estas mezclas técnicas pueden contener ciertas cantidades de unos ácidos grasos insaturados que entonces están contenidos en el éster parcial de poligliceroles de acuerdo con el invento. Unos ejemplos típicos de estos ácidos grasos insaturados son el ácido palmitoleico, el ácido oleico, el ácido elaidico, el ácido erúxico, el ácido linoleico y el ácido linolénico, en donde el ácido oleico y el ácido elaidico son encontrados de una manera más corriente como constituyentes de mezclas de ácidos grasos parcialmente hidrogenados. La cantidad de este producto secundario se puede determinar por medio del índice de yodo de los ácidos grasos que se han obtenido a partir del radical acilo por una saponificación del éster parcial de poligliceroles. Es esencial para el éster parcial de poligliceroles del presente invento que este índice de yodo sea más pequeño que 50, de manera más preferida más pequeño que 30 y de manera incluso más preferida de 1 a 25.

40 El índice de yodo se puede determinar por medio de la norma DIN 53241-1:1995-05.

Unos preferidos ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el presente invento comprenden un valor del balance hidrófilo-lipófilo (valor de HLB) de entre 2 y 10, de manera preferible entre 2,5 y 8, de manera más preferible entre 3 y 6. El valor de HLB es una medida del grado en el que la molécula es hidrófila o lipófila, que se determina calculando los valores para las diferentes regiones de la molécula. Para la finalidad del presente invento, el valor de HLB de los ésteres parciales de poligliceroles se calcula de la siguiente manera:

$$\text{HLB} = (\text{mp} / (\text{mp} + \text{ma})) \cdot 20,$$

50 en donde  $\text{mp}$  es la masa de poliglicerol, y  $\text{ma}$  es la masa de la mezcla de ácidos carboxílicos que se ha usado en la síntesis del éster de poliglicerol. Por ejemplo, una esterificación de 100 g de un poliglicerol con 100 g de ácidos grasos dará como resultado un valor de HLB de  $(100 \text{ g} / (100 \text{ g} + 100 \text{ g})) \cdot 20 = 10$ , que es independiente del grado de polimerización de los poligliceroles y del tipo de los ácidos carboxílicos que se usen.

Unos preferidos ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el invento están caracterizados porque ellos tienen un punto de fusión de por lo menos 25 °C, de manera preferible de por lo menos 35 °C, de manera más preferible de por lo menos 40 °C y de manera incluso más preferible de 40 °C a 75 °C.

Los ésteres parciales de acuerdo con el presente invento son obtenibles por un procedimiento de esterificación de a) una mezcla de poligliceroles, que comprende un grado medio de polimerización de 2 a 8, de manera preferida de 2,5-6, de manera particularmente preferida de aproximadamente 3 a 5, y un índice de polidispersidad mayor que 0,75, de manera preferida mayor que 1,0, de manera más preferida mayor que 1,5, con

5 b) por lo menos un ácido monocarboxílico que comprende un ácido carboxílico HOR<sup>4</sup>, siendo R<sup>4</sup> un radical acilo lineal, no sustituido, que tiene una longitud de cadena de 16 a 22 átomos de carbono con la condición de que el por lo menos un ácido carboxílico ha de poseer un índice de yodo más pequeño que 50, de manera preferida más pequeño que 30, de manera más preferida de aproximadamente 1-25.

10 Puede ser beneficioso emplear un catalizador (p.ej. unos hidróxidos o carbonatos de metales alcalinos; unos hidróxidos de metales alcalino-térreos; unos catalizadores del tipo de ácidos sulfónicos tales como el ácido p-toluenosulfónico; el ácido metanosulfónico o el ácido trifluorometanosulfónico; unos óxidos metálicos tales como el óxido de zinc(II) o el óxido de estaño(II)) en el proceso de esterificación, sin embargo, la reacción se puede llevar a cabo sin la adición de ningún catalizador. La reacción de esterificación es realizada típicamente a unas temperaturas comprendidas entre 160 y 270 °C, de manera preferida entre 180 y 250 °C. Un apropiado intervalo de presiones para la reacción es el de desde aproximadamente 50 mbar hasta aproximadamente 1.200 mbar, de manera preferida desde aproximadamente 600 mbar hasta la presión del medio ambiente. La presión más baja aplicable está limitada por la pérdida de ácidos carboxílicos a partir de la mezcla de reacción por destilación.

El índice de yodo y el grado medio de polimerización se pueden determinar tal como se ha descrito más arriba.

20 Es evidente que en vez de los ácidos monocarboxílicos b) se pueden usar unos apropiados derivados, tales como sus anhídridos, sus halogenuros y sus ésteres, de manera preferida sus ésteres con unos alcoholes de cadena corta tales como metanol o etanol, para obtener los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el invento.

Los preferidos poligliceroles que se usan en el procedimiento para obtener el éster parcial de poligliceroles de acuerdo con el presente invento, comprenden un grado medio de polimerización de 2,5 a 6, de manera particularmente preferida de 3 a 4,5.

25 Unos poligliceroles particularmente preferidos, que se usan en el procedimiento para obtener el éster parcial de poligliceroles de acuerdo con el presente invento, se seleccionan entre el conjunto que se compone de unos poligliceroles en los que

cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 2,5-2,75, entonces la proporción de diglicerol es mayor que 40 % en peso y la proporción de pentaglicerol y de oligómeros de mayor grado es mayor que 7 % en peso,

30 cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 2,75-3,25, entonces la proporción de diglicerol es mayor que 35 % en peso y la proporción de pentaglicerol y de oligómeros de mayor grado es mayor que 10 % en peso,

cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 3,25-3,75, entonces la proporción de diglicerol es mayor que 30 % en peso y la proporción de pentaglicerol y de oligómeros de mayor grado es mayor que 15 % en peso,

35 cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 3,75-4,5, entonces la proporción de diglicerol es mayor que 25 % en peso y la proporción de pentaglicerol y de oligómeros de mayor grado es mayor que 20 % en peso, y que

cuando el grado de polimerización está en el intervalo de 4,5-6,0, entonces la proporción de diglicerol es mayor que 20 % en peso y la proporción de pentaglicerol y de oligómeros de mayor grado es mayor que 30 % en peso, en donde el % en peso se refiere a la cantidad total de poliglicerol.

40 El poliglicerol que se usa en el procedimiento de esterificación que más arriba se ha descrito se puede producir por diversos métodos.

Unos métodos apropiados para la producción de un poliglicerol incluyen

la polimerización de glicidol (p.ej. con catálisis por medio de una base),

45 la polimerización de epiclorhidrina (p.ej. en la presencia de cantidades equimolares de una base tal como NaOH), o la policondensación de glicerol.

El método preferido para la finalidad de este invento es la condensación de glicerol, en particular en la presencia de unas cantidades catalíticas de una base, de manera preferida NaOH o KOH. Unas condiciones de reacción apropiadas incluyen unas temperaturas de 220-260 °C y una presión reducida (de 20-800 mbar, de manera preferida de 50-500 mbar) con el fin de facilitar la retirada del agua de reacción desde la mezcla. El progreso de la reacción de condensación puede ser vigilado midiendo el índice de refracción, la viscosidad o el índice de hidroxilo del producto de reacción.

Un método particularmente preferido, que da como resultado una deseada polidispersidad más ancha del producto, comprende las etapas de

55 - hacer reaccionar glicerol en una reacción de condensación en la presencia de una cantidad catalítica (0,2-5 % en peso) de una base a una temperatura de aproximadamente 220-260 °C a una presión comprendida entre 250 y 1.000 mbar, mientras que se retira por destilación el agua de reacción hasta que la mezcla de reacción contenga menos de 70 % (de manera preferida menos de 60 %) de glicerol

- continuar la reacción de condensación a una presión más baja, comprendida entre 20 y 200 mbar, mientras que se retiran por destilación el agua de reacción y el glicerol hasta que el índice de hidroxilo de la mezcla de reacción sea más bajo que 1.400 (de manera preferida más bajo que 1.200), y

60 - opcionalmente neutralizar el catalizador con un ácido.

El índice de yodo y el índice de polidispersidad se pueden determinar tal como se ha descrito más arriba.

Un método preferido para la preparación de los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el invento hace uso de la condición de que la relación en peso de la mezcla de poligliceroles al ácido monocarboxílico ha de estar en el intervalo de 0,11 a 1, de manera preferida en el intervalo de 0,1 a 0,67.

- 5 Puesto que los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el invento se pueden manipular con mayor facilidad cuando ellos están disueltos en un disolvente, otra parte más del invento la constituye un concentrado de ésteres parciales de poligliceroles, en el que está presente un disolvente que se compone de
- 10 A) por lo menos 50 % en peso, de manera preferida por lo menos 60 % en peso, de manera incluso más preferida por lo menos 70 % en peso de ésteres parciales de por lo menos un poliglicerol de acuerdo con el invento,
- 10 B) hasta 50 % en peso del disolvente y opcionalmente
- 10 C) de 0,1 % en peso a 5 % en peso de un conservante,
- en donde el % en peso se refiere al peso total del concentrado y los % en peso de todos los componentes se suman hasta llegar a 100 % en peso.
- 15 De manera preferida, el disolvente está presente en una proporción de 0,1 % en peso a 50 % en peso, de manera más preferida en una proporción de 5 % en peso a 50 % en peso.
- Unos apropiados disolventes son etanol, isopropanol, propilenglicol, 1,3-propanodiol, butilenglicol, pentilenglicol : unos aceites naturales tales como aceite de coco, aceite de semilla de colza y otros similares.

#### Ejemplos:

- 20 Para mostrar el superior rendimiento de los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el presente invento, se aplicaron los siguientes ensayos para determinar las capacidades de reducción de la energía de extracción (en inglés extraction energy reduction con el acrónimo EER):

- 25 Los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el presente invento son en primer lugar emulsionados para obtener una concentración final de 25 % en peso de un PGE, 5 % en peso de cloruro de cetil trimetil amonio (CTMAC) y 3,2 % en peso de Tergitol TMN-6 (un agente tensioactivo no iónico que está disponible a partir de Dow Chemical). Si fuese necesario, el material en bruto de PGE fue calentado hasta justamente por encima de su punto de fusión y luego se mezcló con el TMN-6 y se agitó hasta quedar uniformemente mezclado. Esta mezcla se añadió luego lentamente a un recipiente calentado (a la temperatura de fusión del PGE) que contenía CTMAC y se mezcló con un mezclador situado en la cabeza (de IKA Labor Technik, modelo # RWZODZM-N) a 1.500 rpm hasta que se hubiera añadido la totalidad de la mezcla de PGE y TMN-6 y se obtuviese una emulsión cremosa de color blanco. Se
- 30 añadió lentamente agua desionizada mientras que se estaba agitando a 1.500 rpm (revoluciones por minuto) para obtener la deseada concentración final. La mezcla se enfrió en un baño de hielo hasta llegar a la temperatura ambiente.

- 35 La tela usada para el presente invento era una tela para toallas de color blanco con unas dimensiones de 13 pulgadas x 13 pulgadas, fabricada por Standard Textile. El nombre de marca es Eurotouch y se compone de 100 % de algodón. El número de producto universal es 63491624859. La dirección para correspondencia de Standard Textile es One Knollcrest Drive, Cincinnati, Ohio 45237.

- 40 Para llevar a cabo un método normalizado de revestimiento de telas para toallas con deposición forzada, la emulsión de PGE que más arriba se ha descrito fue diluida con agua desionizada hasta llegar a la apropiada concentración (0,3 % basada en el peso). La emulsión de PGE diluida fue añadida a una bandeja de vidrio para tortas con unas dimensiones de 13" x 15" de manera tal que ella sea 1X (una vez) el peso de la tela para toallas que se está utilizando (~ 55 g dependiendo de la tela para toallas). El recipiente usado para medir la emulsión de PGE fue enjuagado con una cantidad igual de agua desionizada, este material de enjuague se añadió a la misma bandeja para tortas. La bandeja para tortas fue agitada hasta que la solución apareciese como homogénea. El lado con
- 45 etiqueta de la tela para toallas fue extendido de modo aplanado dentro de la bandeja para toallas. Los bordes que no se acoplan dentro de la bandeja fueron plegados hacia el centro de la tela para toallas. La tela para toallas fue amontonada y exprimida con ambas manos, - distribuyendo el material de una manera uniforme sobre la tela para toallas. Todo el material en exceso en la bandeja para tortas fue empapado con la tela para toallas. Las telas fueron secadas por volteo durante 55 min en un material de algodón / de ajuste elevado / desecación temporizada con un secador Kenmore 80 Series Dryer, modelo 110.64832400. La bandeja para tortas se lavó entre muestras con un frotador con alcohol. Las muestras testigos se prepararon de un modo correspondiente, pero en lugar de las emulsiones de PGE se usó un agua desionizada pura.

- 50 Los procesos de medición con un Phabrometer se llevaron a cabo de la siguiente manera:  
Los siguientes procesos de medición están adaptados para el Phabrometer Fabric Evaluation System FES-2 [Sistema de evaluación de telas con un Phabrometer FES-2], fabricado por Nu Cybertek, Inc, Davis, California.
- 55 Instrument - -  
Phabrometer Fabric Evaluation System , FES-2 con un software de la versión 1.1.3 para la evaluación de telas.

El peso circular que comprime a la tela para toallas durante el funcionamiento del Phabrometer tenía una masa de 1.466 gramos. El peso comprende dos mitades idénticas, cada una de las cuales pesa 733 gramos. La tela para toallas fue empujada a través de un anillo que tenía un diámetro interno de 37,93 mm. Tanto el peso como el anillo se compraron de Nu Cybertek.

- 5 Antes de la medición, las telas fueron cortadas con un troquel a la forma de unos círculos que tenían un diámetro de 11,0 cm. Las telas tuvieron que equilibrarse en un recinto a temperatura constante (acrónimo CT) durante 24 horas antes de la medición. La temperatura en el recinto CT es de 70°F con una humedad relativa de 50 %. Entre cada una de las mediciones de telas, el fondo del peso, el lado interior del anillo y la base en la que está asentado el anillo, se limpiaron con un frotador con alcohol que tiene 70 % de alcohol isopropílico y 30 % de agua desionizada.
- 10 Los frotadores con alcohol fueron adquiridos de VWR International. La dirección de VWR es 1310 Goshen Parkway, West Chester, PA 19380. El número de catálogo es 21910-110. El peso y el anillo se dejaron secar completamente antes de la siguiente medición. Una vez usado, una muestra de tela no puede ser vuelta a medir.

- 15 Para el análisis de datos, todos los datos en bruto fueron exportados a un Microsoft Excel 2007. Hay 108 puntos de datos en cada curva exportada, pero solamente se usan los primeros 100. Cada curva es integrada desde 1 hasta 100 y se informa de la suma como la "energía de extracción" adimensional. Para cada tratamiento de ensayo se evalúan un mínimo de 6 réplicas de tela (muestreo a partir de tantas telas para toallas diferentes como sea posible) y se calcula una Desviación Típica de la muestra. "La reducción de la energía de extracción" (EER) se obtiene restando la energía de extracción media de las muestras testigos (un mínimo de 6) desde la energía media de extracción de las muestras de tela que han sido tratadas con los materiales de poligliceroles más arriba divulgados
- 20 (con un mínimo de 6 por cada tratamiento).  
Cuanto más alto sea el valor de EER, más suave será la tela. Un valor de aproximadamente 7 a 9 representa un efecto suavizante débil. De acuerdo con el proceso más arriba mencionado, un típico agente suavizante de telas, tal como el Downy, alcanza un valor de EER de aproximadamente 15.

*Ejemplo comparativo 1: PGE 3 (con un bajo índice de polidispersidad)*

- 25 El PGE del ejemplo comparativo 1 ("Compare 1") comprende un poliglicerol con un bajo índice de polidispersidad y se preparó de la siguiente manera:  
500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar, mientras que se burbujeaba nitrógeno a través de la mezcla. El agua de reacción fue destilada de un modo continuo a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó el valor de 1,4920, la mezcla de reacción se enfrió y se sometió a una destilación de película delgada a una temperatura de 250 °C y a una presión de 4 mbar.
- 30 El residuo de destilación tenía un índice de hidroxilo de 1.150 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 0,71 y contenía 1,5 % de poligliceroles.  
240 g de este producto se hicieron reaccionar con 551,6 g de un ácido graso de sebo (de C16/18) parcialmente hidrogenado, que tenía un índice de yodo de 20 a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno.
- 35 El agua de reacción fue destilada de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor < 1 mg de KOH/g, la reacción fue detenida por medio de un enfriamiento.  
Índice de hidroxilo: 216 mg de KOH/g  
Índice de ácido: 0,4 mg de KOH/g  
Índice de saponificación: 149 mg de KOH/g
- 40 HLB (calculado): 6,1  
EER 11,6

*Ejemplo comparativo 2: PGE 31 (con un bajo índice de polidispersidad)*

- 45 El PGE del ejemplo comparativo 2 ("Compare 2") comprende un poliglicerol que tiene un bajo índice de polidispersidad y se preparó de la siguiente manera:  
240 g de un triglicerol comercial (que tenía un índice de polidispersidad de 0,17) se hicieron reaccionar con 551,6 g de un ácido graso de sebo parcialmente hidrogenado (de C16/18) que tenía un índice de yodo de 20 a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor < 1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por medio de un enfriamiento.
- 50 Índice de hidroxilo: 243 mg de KOH/g  
Índice de ácido: 0,6 mg de KOH/g  
Índice de saponificación: 129 mg de KOH/g  
HLB (calculado): 6,1  
EER 10,3

55 Ejemplo 1: PGE 24

- 500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó el valor de 1,4910 la reacción se detuvo por enfriamiento.  
El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.170 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,33 y contenía 5,5 % de poligliceroles cíclicos.
- 60

240 g de este producto se hicieron reaccionar con 551,6 g de un ácido graso de sebo parcialmente hidrogenado (de C16/18) que tenía un índice de yodo de 20 a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor < 1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento

- 5 Índice de hidroxilo: 210 mg de KOH/g  
 Índice de ácido: 1,1 mg de KOH/g  
 Índice de saponificación: 153 mg de KOH/g  
 HLB (calculado): 6,1  
 EER 17,1

10 *Ejemplo 2: PGE 25*

500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó el valor de 1,4840, la presión fue disminuida hasta 50 mbar y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras que el glicerol se destilaba a partir del producto.

- 15 El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17 y contenía 5,2 % de poligliceroles cíclicos.

240 g de este producto se hicieron reaccionar con 275,8 g de un ácido graso de sebo parcialmente hidrogenado (de C16/18) que tenía un índice de yodo de 20 a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor < 1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento.

- 20 Índice de hidroxilo: 191 mg de KOH/g  
 Índice de ácido: 0,1 mg de KOH/g  
 Índice de saponificación: 156 mg de KOH/g  
 HLB (calculado): 9,8  
 25 EER 15,9

La siguiente tabla muestra el superior rendimiento de los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el presente invento en los métodos de ensayo que más arriba se han descrito. Es evidente que el índice de polidispersidad correcto del componente de poliglicerol es de extrema importancia para que el PGE sea útil como agente suavizante de telas.

30

PGE	Comentario	EER
Compare 1	baja polidispersidad	11,6
Compare 2	baja polidispersidad	10,3
Ejemplo 1		17,1
Ejemplo 2		15,9

*Ejemplo comparativo 3: PGE 20*

El PGE del ejemplo comparativo 3 ("Compare 3") comprende un radical acilo R<sup>4</sup> con menos de 16 átomos de carbono y se preparó de la siguiente manera:

- 35 500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó el valor de 1,4840, la presión fue disminuida hasta 50 mbar y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras que el glicerol se destilaba a partir del producto.

El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17 y contenía 5,2 % de poligliceroles cíclicos.

- 40 282 g de este producto [poliglicerol] se hicieron reaccionar con 518 g de un ácido graso de aceite de coco despuntado y endurecido (de C12-18) a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor < 2 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento.

- 45 Índice de hidroxilo: 241 mg de KOH/g  
 Índice de ácido: 1,1 mg de KOH/g  
 Índice de saponificación: 177 mg de KOH/g  
 HLB (calculado): 7,0  
 EER 3,4

*Ejemplo comparativo 4: PGE 21*

- 50 El PGE del ejemplo comparativo 4 ("Compare 4") comprende un radical acilo R<sup>4</sup> ramificado y se preparó de la siguiente manera:

500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó un valor de 1,4840, la presión fue disminuida hasta 50 mbar y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras que el glicerol se destilaba a partir del producto.

55

El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17 y contenía 5,2 % de poligliceroles cíclicos..

234.2 g de este producto se hicieron reaccionar con 565.8 g de ácido isoesteárico (Emersol 847, de Cognis) a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor < 1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 182 mg de KOH/g

Índice de ácido: 0,5 mg de KOH/g

Índice de saponificación: 149 mg de KOH/g

HLB (calculado): 5,9

EER 5.4

#### *Ejemplo comparativo 5: PGE 22*

El PGE del ejemplo comparativo 5 ("Compare 5") comprende un radical acilo R<sup>4</sup> insaturado que tiene un alto valor de la IV (viscosidad intrínseca) y se preparó de la siguiente manera:

500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó un valor de 1,4840, la presión fue disminuida hasta 50 mbar y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras que el glicerol se destilaba a partir del producto.

El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17 y contenía 5,2 % de poligliceroles cíclicos.

243 g de este producto se hicieron reaccionar con 567 g de un ácido oleico al 70+ % comercial (que tenía un índice de yodo de 95 mg de KOH/g) a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 193 mg de KOH/g

Índice de ácido: 0,6 mg de KOH/g

Índice de saponificación: 149 mg de KOH/g

HLB (calculado): 6,0

EER 2,4

#### *Ejemplo comparativo 6: PGE 23*

El PGE del ejemplo comparativo 6 ("Compare 6") comprende un radical acilo R<sup>4</sup> sustituido con hidroxilo y se preparó de la siguiente manera:

500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó un valor de 1,4840, la presión fue disminuida hasta 50 mbar y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras que el glicerol se destilaba a partir del producto.

El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17 y contenía 5,2 % de poligliceroles cíclicos.

233,3 g de este producto se hicieron reaccionar con 576,7 g de ácido 12-hidroxi-esteárico a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 300 mg de KOH/g

Índice de ácido: 0,3 mg de KOH/g

Índice de saponificación: 134 mg de KOH/g

HLB (calculado): 5,6

EER 8,3

#### *Ejemplo 3: PGE 17*

500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó un valor de 1,4840, la presión fue disminuida hasta 50 mbar y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras que el glicerol se destilaba a partir del producto.

El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17 y contenía 5,2 % de poligliceroles cíclicos.

254,8 g de este producto se hicieron reaccionar con 545,2 g de ácido palmítico (C16) a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 209 mg de KOH/g

Índice de ácido: 0,6 mg de KOH/g

Índice de saponificación: 160 mg de KOH/g

HLB (calculado): 6,4

EER 14,7

*Ejemplo 4: PGE 18*

500 g de glicerol y 2,5 g de hidróxido de potasio se calentaron hasta 240 °C a una presión de 400 mbar mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla de reacción. Cuando el índice de refracción alcanzó un valor de 1,4840, la presión fue disminuida hasta 50 mbar y la reacción de condensación se continuó durante 1,5 h mientras que el glicerol se destilaba a partir del producto.

El producto tenía un índice de hidroxilo de 1.156 mg de KOH/g, un índice de polidispersidad de 1,17 y contenía 5,2 % de poligliceroles cíclicos.

236,3 g de este producto se hicieron reaccionar con 563,7 g de ácido esteárico (de C18) a una temperatura de 240 °C mientras que se rociaba con nitrógeno. El agua de reacción se destiló de una manera continua a partir de la mezcla. Cuando el índice de ácido alcanzó un valor <1 mg de KOH/g, la reacción se detuvo por enfriamiento.

Índice de hidroxilo: 194 mg de KOH/g

Índice de ácido: 0,6 mg de KOH/g

Índice de saponificación: 147 mg de KOH/g

HLB (calculado): 5,9

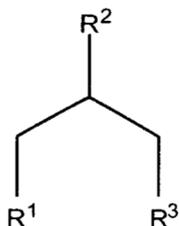
EER 16,6

La siguiente tabla muestra el superior rendimiento de los ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con el presente invento en los métodos de ensayo que más arriba se han descrito. Es evidente que es de extrema importancia que el PGE comprenda unos radicales acilo R<sup>4</sup> no ramificados, sin sustituir, con 16 a 22 átomos de carbono y una IV más pequeña que 50 para ser útil como agente suavizante de telas.

PGE	Comentario	EER
Compare 3	R <sup>4</sup> corto	3,4
Compare 4	R <sup>4</sup> ramificado	5,4
Compare 5	R <sup>4</sup> insaturado	2,4
Compare 6	R <sup>4</sup> sustituido	8,3
Ejemplo 2		15,9
Ejemplo 3		14,7
Ejemplo 4		16,6

## REIVINDICACIONES

1. Un éster parcial de poligliceroles que tiene la estructura de la fórmula (I)



Fórmula (I)

5 siendo  $R^1$ ,  $R^2$  y  $R^3$ , de manera independiente unos de otros, iguales o diferentes, que están seleccionados entre el conjunto que se compone de

-OH,

-OR<sup>4</sup>, siendo R<sup>4</sup> un radical acilo lineal no sustituido que tiene una longitud de las cadenas de 16 a 22 átomos de carbono, con la condición de que los ácidos monocarboxílicos que se han obtenido a partir del radical acilo por saponificación, han de poseer un índice de yodo más pequeño que 50, de manera preferida más pequeño que 30, de manera más preferida de aproximadamente 1-25,

10 -OR<sup>5</sup>, siendo R<sup>5</sup> un radical que tiene la estructura de la Fórmula (I) en donde uno de los R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es un enlace directo con el oxígeno de -OR<sup>5</sup>

15 en donde cada molécula del éster parcial de poligliceroles comprende por lo menos uno de cada -OR<sup>4</sup> y -OR<sup>5</sup>, con las condiciones de que el poliglicerol obtenido por hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poligliceroles ha de comprender un grado medio de polimerización de 2 a 8 y de que el índice de polidispersidad de dicho poliglicerol ha de ser mayor que 1,0,

20 caracterizado por que por lo menos 1 % del poliglicerol obtenido por hidrólisis o alcoholisis del éster parcial de poligliceroles comprende unas estructuras cíclicas, habiendo sido determinados el índice de polidispersidad y el contenido de estructuras cíclicas mediante un análisis por CG, tal como se describe en las páginas 6-9 de la presente descripción.

2. Un éster parcial de poligliceroles de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 estando caracterizado el éster parcial de poligliceroles por que comprende un valor de HLB de 2 a 10.

3. Un éster parcial de poligliceroles de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 caracterizado por que él tiene un punto de fusión de por lo menos 25 °C.

25 4. Un método para la preparación de ésteres parciales de poligliceroles de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende el proceso de esterificación de

a) una mezcla de poligliceroles, que comprende un grado medio de polimerización de 2 a 8 y un índice de polidispersidad mayor que 1,0, con

30 b) por lo menos un ácido monocarboxílico que comprende un ácido carboxílico HOR<sup>4</sup>, siendo R<sup>4</sup> un radical acilo lineal, sin sustituir, con una longitud de cadena de 16 a 22 átomos de carbono

con la condición de que el por lo menos un ácido carboxílico ha de poseer un índice de yodo más pequeño que 50.

5. Un concentrado de ésteres parciales de poligliceroles en el que está presente un disolvente que consiste en

A) por lo menos 50 % en peso de ésteres parciales de por lo menos un poliglicerol de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 4,

35 B) hasta 50 % en peso de un disolvente, y opcionalmente

C) de 0,1 % en peso a 5 % en peso de un conservante,

en donde el % en peso se refiere al peso total del concentrado y los % en peso de todos los componentes se suman hasta llegar a 100 % en peso.