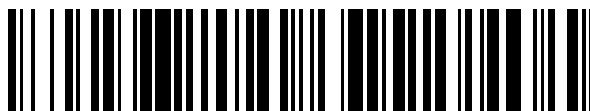


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 659 650**

51 Int. Cl.:

**C11D 1/28** (2006.01)  
**C07C 303/02** (2006.01)  
**A61K 8/46** (2006.01)  
**A61Q 5/02** (2006.01)  
**A61Q 19/10** (2006.01)  
**C07C 303/22** (2006.01)  
**C07C 309/12** (2006.01)  
**C07C 303/32** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.08.2004 PCT/US2004/025968**  
 87 Fecha y número de publicación internacional: **18.08.2005 WO05075623**  
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.08.2004 E 04780752 (4)**  
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.01.2018 EP 1706476**

54 Título: **Ésteres de acilalquilsetionato novedosos y aplicaciones en productos de consumo**

30 Prioridad:

**20.01.2004 US 537511 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**16.03.2018**

73 Titular/es:

**HUNTSMAN PETROCHEMICAL LLC (100.0%)  
 10003 WOODLOCH FOREST DRIVE  
 THE WOODLANDS, TX 77380, US**

72 Inventor/es:

**ANANTANENI, PRAKASA, R.;  
 GRAY, JOHN;  
 RENNER, MARTY, J.;  
 SMITH, GEORGE, A.;  
 LEWIS, DAVID, C.;  
 CHAMPION, DONALD, H. y  
 WHEWELL, CHRISTOPHER, J.**

74 Agente/Representante:

**LOZANO GANDIA, José**

ES 2 659 650 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).

**ÉSTERES DE ACILALQUILISETIONATO NOVEDOSOS Y APLICACIONES EN PRODUCTOS DE CONSUMO****DESCRIPCIÓN****5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a la preparación de sales de ésteres de acilalquilisetionato y se dan a conocer productos intermedios en su producción, y su aplicación en productos de consumo.

**10 Antecedentes de la invención**

Los ésteres de acilalquilisetionato son tensioactivos aniónicos que pueden usarse en una variedad de productos limpiadores para el cuidado personal tales como jabones, composiciones cosméticas y formulaciones de limpieza. Un éster de acilalquilisetionato, cocoil isetionato de sodio ("SCI"), es un éster que se usa hoy en día ampliamente en barras de jabón combinado (es decir, barras Syndet) debido a su baja solubilidad en agua y suavidad (es decir, no irritante) con la piel en comparación con barras de jabón de ácidos grasos más agresivas. Sin embargo, debido a su baja solubilidad en agua, el SCI no puede sustituirse para su uso en productos limpiadores líquidos. Un método para mejorar la solubilidad en agua limitada de SCI es combinar SCI con otros tensioactivos tales como taurato, anfoacetatos y betáinas. Sin embargo, esta combinación de tensioactivos aún produce una disolución turbia que tiende a separarse durante el almacenamiento. Por tanto, sería deseable producir ésteres de acilalquilisetionato que sean altamente solubles en agua, estables hidrolíticamente y no irritantes para su uso en productos de consumo acuosos así como no acuosos tales como productos limpiadores para el cuidado personal.

El documento WO 94/09763A da a conocer la provisión de una barra de tocador, que comprende como tensioactivo cocoil isetionato de sodio a.o. y lauroil-2-etil-isetionato de sodio.

El documento US 2820818 da a conocer procedimientos para preparar sales de ácidos hidroxialifáticos.

**Sumario de la invención**

Se dan a conocer sulfonatos de hidroxialquilo sustituidos con alquilo y métodos para preparar sulfonatos de hidroxialquilo sustituidos con alquilo. Los sulfonatos de hidroxialquilo sustituidos con alquilo pueden hacerse reaccionar con un ácido carboxílico para producir ésteres de acilalquilisetionato. Los ésteres de acilalquilisetionato pueden usarse como tensioactivo o agente surfactante en productos de consumo tales como productos limpiadores para el cuidado personal. Los ésteres de acilalquilisetionato dados a conocer son al menos tan suaves para la piel como el SCI. Además, al contrario que SCI, los ésteres de acilalquilisetionato dados a conocer son de baja formación de espuma, altamente solubles en agua, y estables hidrolíticamente, haciendo que los ésteres sean más fáciles de manejar, almacenar y componer. Debido a sus propiedades de solubilidad mejoradas, los ésteres de acilalquilisetionato sustituidos con alquilo pueden disolverse en agua o formar escamas en un concentrado de alta dispersión, haciendo por tanto su uso en la formulación de productos de consumo acuosos y no acuosos altamente deseable.

**Breve descripción de las figuras**

Para una compresión detallada y mejor apreciación de la presente invención, debe hacerse referencia a la siguiente descripción detallada de la invención, tomada junto con las figuras acompañantes.

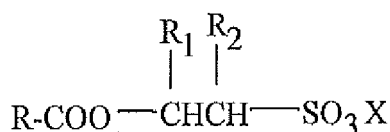
La figura 1 es un gráfico que representa la estabilidad hidrolítica de cocoil isetionato de sodio (SCI), cocoilmetilisetionato de sodio (SCMI) y cocoiltilisetionato de sodio (SCEI) durante un periodo de tiempo de 30 días;

la figura 2A representa las características de formación de espuma de SCMI; la figura 2B representa las características de formación de espuma de lauriletersulfato de sodio (SLES) y laurilsulfato de sodio (SLS); y

la figura 3 representa la solubilidad de disoluciones que contienen uno de SCI, SCMI y SCEI.

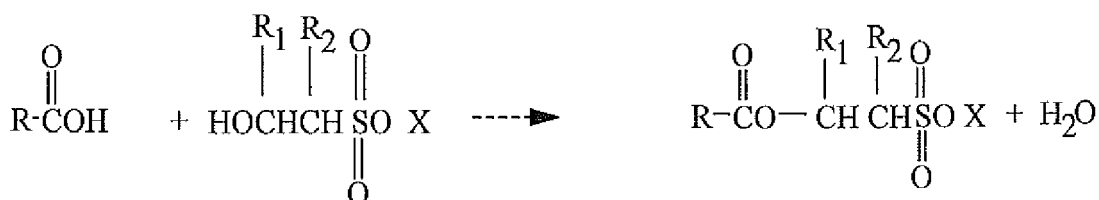
**Descripción detallada de la invención**

Se dan a conocer ésteres de acilalquilisetionato altamente solubles, estables hidrolíticamente, de alta formación de espuma, suaves (es decir, no irritantes) útiles como tensioactivo primario o secundario en productos de consumo acuosos y no acuosos tales como productos limpiadores para el cuidado personal. Un éster de acilalquilisetionato en el presente documento se refiere a un éster de acilalquilisetionato sustituido con alquilo en el que al menos un hidrógeno en la cadena de alquilo de la porción de isetionato de la molécula se sustituye por un grupo alquilo. Es decir, un grupo alquilo se sustituye en al menos un átomo de carbono de la porción de sulfonato de alcano del éster de acilalquilisetionato. Por ejemplo, en una realización, el éster de acilalquilisetionato sustituido con alquilo es un éster de aciltilisetionato sustituido con alquilo que tiene la siguiente fórmula general (I):



en la que R es cualquier grupo hidrocarburo que tiene entre 4 y 25 átomos de carbono; R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> se seleccionan cada uno independientemente del grupo que consiste en hidrógeno y un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> alifático ramificado o lineal sujeto a la condición de que sólo uno de R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> sea un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> alifático ramificado o lineal mientras que el R<sub>1</sub> o R<sub>2</sub> restante es hidrógeno; y X puede ser cualquier especie catiónica presente para la neutralidad de carga tal como hidrógeno, un metal alcalino tal como sodio, potasio y litio, calcio, magnesio, zinc, aluminio, amonio e iones amonio que se sustituyen con uno o más grupos orgánicos.

- 5
- 10 Los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo dados a conocer se preparan mediante esterificación de uno o más hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo con uno o más ácidos carboxílicos. La esterificación se produce mezclando hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo con ácido carboxílico y un catalizador de la esterificación en condiciones de esterificación. El hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo puede estar presente como sal del hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo o en su forma ácida. Por tanto, la esterificación para una
- 15 realización puede producirse según la reacción:



en la que R es cualquier grupo hidrocarburo que tiene entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25 átomos de carbono, incluyendo grupos hidrocarburo de cadena lineal, ramificados, saturados o insaturados; R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> pueden ser cada uno independientemente hidrógeno o un grupo alquilo seleccionado del grupo que consiste en: alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> alquilo, sujeto a la condición de que tanto R<sub>1</sub> como R<sub>2</sub> no sean simultáneamente hidrógeno y no sean simultáneamente tanto un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> como en el que X es una especie catiónica presente para la neutralidad de carga, que puede ser cualquier especie catiónica pero se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en: hidrógeno, metales alcalinos, metales alcalinotérreos, zinc, aluminio e iones amonio que se sustituyen con uno o más grupos orgánicos, que puede ser cualquier grupo orgánico. Cuando X es hidrógeno, el ácido alquilisetonico sustituido con alquilo está presente, que se ha encontrado sorprendentemente que era catalítico durante la esterificación. Puede hacerse que X esté presente como hidrógeno mediante adición de cualquier ácido fuerte; en la presente invención el ácido alquilisetonico sustituido con alquilo en sí en su forma pura se añade como catalizador de la esterificación.

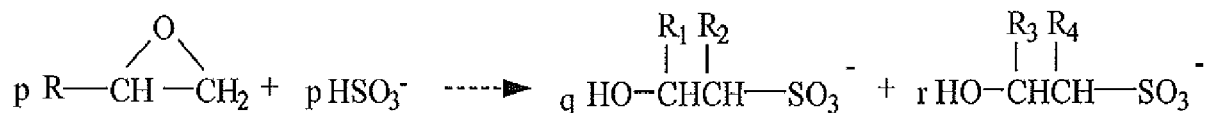
- 20
- 25
- 30

Los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo pueden prepararse haciendo reaccionar uno o más óxidos de alquileo con una disolución acuosa de bisulfito. Los óxidos de alquileo usados en la preparación de los hidroxialquilisetonatos pueden incluir, por ejemplo, óxido de propileno, óxido de butileno, y cualquier óxido de alquileo superior. La concentración de la disolución acuosa de bisulfito puede oscilar entre el 10% y el 70% en peso y puede incluir cualquier disolución acuosa de metal alcalino de bisulfito tal como sodio, potasio o amonio.

- 35

En una realización, el hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo es un hidroxietanosulfonato sustituido con alquilo producido por la siguiente reacción:

- 40



donde R es un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> se seleccionan cada uno independientemente del grupo de hidrógeno y un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> pero sólo uno de R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> es hidrógeno mientras que el otro es un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>; R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> se seleccionan cada uno independientemente del grupo de hidrógeno y un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> pero sólo uno de R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> es hidrógeno mientras que el otro es un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>; y q + r es igual a p. Por tanto, pueden producirse isómeros durante la reacción. Preferiblemente, uno o más cationes tales como sodio, potasio, litio, magnesio, calcio, e iones amonio están presentes en la disolución acuosa de bisulfito para mantener la neutralidad de carga, y de hecho, cualquier ion por el que puede lograrse neutralidad de carga está incluido de manera adecuada en la disolución acuosa, incluyendo iones monopositivos, iones dipositivos e iones tripositivos.

- 45
- 50

En otra realización, se hace reaccionar óxido de propileno con bisulfito de sodio para producir 2-metil-2-hidroxietanosulfonato de sodio y/o 1-metil-2-hidroxietanosulfonato de sodio o una mezcla de los mismos. En aún otra

realización, se hace reaccionar óxido de butileno con bisulfito de sodio para producir 2-etil-2-hidroxietanosulfonato de sodio y/o 1-etil-2-hidroxietanosulfonato de sodio o una mezcla de los mismos. En todavía otra realización, una mezcla de óxido de propileno y se hace reaccionar óxido de butileno con bisulfito de sodio para producir 2-metil-2-hidroxietanosulfonato de sodio, 2-etil-2-hidroxietanosulfonato de sodio, 1-metil-2-hidroxietanosulfonato de sodio, y/o 1-etil-2-hidroxietanosulfonato de sodio, o mezclas de los mismos. El óxido de propileno y óxido de butileno u óxido de etileno pueden combinarse en cualquier proporción para obtener las cantidades deseadas de cada hidroxietanosulfonato sustituido con alquilo.

En la producción de un éster de acilalquilisetonato mediante la reacción de un ácido carboxílico con un alquilisetonato, tal como un hidroxietanosulfonato sustituido con alquilo, el átomo de carbono de la porción de hidroxietanosulfonato de la molécula conectada con el átomo de oxígeno del enlace éster se denomina en el presente documento "átomo de carbono de enlace éster." Se ha encontrado sorprendentemente que cuando el alquilisetonato contiene un alto grado de carbonos de enlaces éster que son átomos de carbono secundarios, la estabilidad hidrolítica del producto de éster de acilalquilisetonato final aumenta sustancialmente. No se ha observado un aumento similar en la estabilidad hidrolítica con respecto a aumentar el contenido de carbono secundario del otro átomo de carbono unido directamente al átomo de azufre en el alquilisetonato. Por tanto, es altamente deseable producir un hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo que permita que un éster de acilalquilisetonato producido a partir de lo mismo posea un grado tan alto de carbonos de enlaces éster que son átomos de carbono secundarios como sea posible.

Durante la producción de los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo, el pH de la disolución de reacción que comprende el óxido de alquilo y bisulfito puede oscilar entre aproximadamente 4,0 y 10,0. Sin embargo, para minimizar reacciones secundarias y productos secundarios tales como dioles, el pH de la disolución de reacción puede mantenerse dentro de un intervalo de desde 5,5 hasta 8,5. Además, el pH de la disolución de reacción puede mantenerse óptimamente a un pH de aproximadamente 7,0 para maximizar la producción de hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo que tienen un alto contenido de carbonos secundarios de enlaces éster. Para mantener el pH de la disolución de reacción en un intervalo de pH deseado durante toda la reacción, puede añadirse un ácido débil o ácido tamponante y/o más bisulfito a la disolución de reacción como sea necesario.

En otra realización, los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo se preparan haciendo el bisulfito *in situ* haciendo reaccionar una disolución de hidróxido, tal como hidróxido de sodio, con dióxido de azufre a presión. El alcóxido puede añadirse simultáneamente o después para producir los correspondientes hidroxialquilisetonatos e hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo.

Además, la temperatura y presión de la disolución de reacción durante producción de los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo puede oscilar entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 200°C y entre aproximadamente 68947,6 Pa (10 psi) y aproximadamente 689476 Pa (100 psi), respectivamente. La temperatura y presión de la disolución de reacción puede mantenerse constante durante toda la reacción o una o ambas pueden elevarse o reducirse en cualquier momento durante cualquier periodo de tiempo para producir el hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo deseado.

Además, los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo pueden prepararse como forma líquida o sólida. Por ejemplo, los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo pueden prepararse en primer lugar en forma líquida y después secarse por pulverización para dar una forma de polvo. Por tanto, en una realización los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo se preparan en forma líquida haciendo reaccionar óxido de propileno y/u óxido de butileno con bisulfito de sodio. Las sales líquidas del hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo entonces se secan por pulverización para dar su correspondiente forma de polvo. El hidroxialquilisetonato sustituido con polvos de alquilo se ha encontrado que es menos higroscópico y, por tanto, más fácil de manejar que polvos de isetonato no sustituido con alquilo haciendo su transporte más eficaz y menos costoso. Además, el uso del hidroxialquilisetonato sustituido con polvo de alquilo permite la eliminación de una etapa de retirada de agua, es decir, se requiere normalmente cuando se usa un hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo líquido durante esterificación directa.

Los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo pueden usarse entonces como material de partida junto con ácidos carboxílicos en la producción de los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo dados a conocer. Los ácidos carboxílicos empleados en la producción de los ésteres dados a conocer tienen la fórmula general (III): R-COOH donde R es cualquier grupo hidrocarburo que tiene entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25 átomos de carbono. El grupo hidrocarburo R puede ser saturado o insaturado, y de cadena lineal o ramificado. Generalmente, se usa un exceso de ácido carboxílico en la producción de los ésteres de la presente invención. Por tanto, la cantidad de ácido carboxílico usada puede oscilar entre una razón molar de ácido carboxílico con respecto a hidroxialquilisetonato de 1,3:1 a 1,1:1. Sin embargo, puede usarse un intervalo de razón molar de ácido carboxílico con respecto a hidroxialquilisetonato tan alto como 2:1 hasta tan bajo como 0,9:1 si se desea.

Los ejemplos de ácidos carboxílicos adecuados para su uso en la presente invención incluyen: ácido de coco; ácido butírico; ácido hexanoico; ácido caproico; ácido caprílico; ácido cáprico; ácido láurico; ácido mirístico; ácido palmítico; ácido palmitoleico; ácido esteárico; ácido oleico; ácido linoleico; ácido araquídico; ácido gadoleico; ácido

5 araquidónico; EPA; ácido behínico; ácido eruico; DHA; ácido lignocérico; ácidos grasos que se producen de manera natural tales como aceite de coco, sebo, aceite de palmiste, grasa de mantequilla, aceite de palma, aceite de oliva, aceite de maíz, aceite de linaza, aceite de cacahuete, aceite de pescado y aceite de colza; ácidos grasos sintéticos formados como cadenas de una única longitud o una distribución seleccionada de longitudes de cadena; y mezclas de cualquiera de lo siguiente.

10 Los expertos en la técnica apreciarán que los ácidos grasos obtenidos de fuentes que se producen de manera natural son mezclas de ácidos que tienen diversas cadenas de carbono de diversas longitudes. Por tanto, está dentro del alcance de esta invención usar uno o más ácidos grasos que se producen de manera natural (incluyendo mezclas de los mismos), ácidos grasos sintéticos (incluyendo mezclas de los mismos) y mezclas de tanto ácidos grasos naturales como sintéticos. Además, "ácido de coco" o "ácido graso de coco" tal como se usa en el presente documento es una mezcla de ácidos grasos comercial que contiene una variedad de ácidos carboxílicos que tienen longitudes de cadena de entre aproximadamente C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub>, y algo de saturación que puede eliminarse mediante hidrogenación. Por tanto, el ácido de coco hidrogenado es una mezcla de ácidos carboxílicos que tienen longitudes de cadena de C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub>, principalmente ácidos láurico y mirístico, junto con algo de ácidos cáprico y caprílico, y contiene muy poca, si alguna, insaturación.

20 Para ayudar en la preparación de los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo, se emplea un catalizador de la esterificación y se combina con el hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo y ácido carboxílico. El catalizador de la esterificación puede emplearse en una cantidad de desde el 0,05 hasta el 2% en peso, preferiblemente de desde el 0,05 hasta el 1% en peso, basándose en el peso total de los reactivos.

25 En la presente invención el éster de acilalquilisetonato sustituido con alquilo se prepara usando la forma ácida de hidroxietanosulfonato sustituido con alquilo como catalizador de la esterificación. El ácido hidroxietanoisetonico sustituido con alquilo se añade en su forma pura o en una realización no parte de la invención, puede añadirse un ácido fuerte a la mezcla de reacción que contiene ácido carboxílico y sal del isetonato de hidroxietano sustituido con alquilo para convertir la sal isetonato en la forma ácida.

30 Se prefiere el uso dual del hidroxietanosulfonato sustituido con alquilo tanto como reactivo como catalizador puesto que no hay necesidad de extinguir o retirar el catalizador, no hay residuos de catalizador por lo que hay un cambio mínimo en la distribución del peso molecular del éster de acilalquilisetonato, se reducen los gastos de capital de fabricación y se disminuye el tiempo de procesamiento.

35 Los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer producidos a partir de los hidroxialquilisetonatos sustituidos con alquilo son mucho más estables hidrolíticamente que los ésteres de acilalquilisetonato producidos a partir de hidroxialquilisetonatos no sustituidos con alquilo, tales como SCI. Actualmente, los usuarios de SCI emplean una prueba para determinar la estabilidad hidrolítica de SCI sometiendo una disolución acuosa del SCI a una temperatura elevada de 55°C durante un periodo de tiempo de hasta 30 días, durante el cual se determina el grado de hidrólisis del SCI. Tal como se muestra en la figura 1, la presente divulgación atenúa el problema de hidrólisis. La figura 1 representa la estabilidad hidrolítica de una disolución acuosa al 10% de SCI y ésteres de acil-metil-isetonato preparadas a partir de ácidos grasos de coco e isetonato sustituido con metilo (hechos a partir de hacer reaccionar óxido de propileno y bisulfito de sodio) y ésteres de aciletilisetonato preparados a partir de ácidos grasos de coco e isetonato sustituido con etilo durante un periodo de 30 días a una temperatura de 56°C. El éster producido a partir de ácidos grasos de coco e isetonato sustituido con metilo se denomina "cocoilmetilisetonato de sodio" o "SCMI" en su forma abreviada. El éster producido a partir de ácidos grasos de coco e isetonato sustituido con etilo se denomina "cocoiletilisetonato de sodio" o "SCEI". Tal como se muestra en la figura 1, el éster de SCI experimenta hidrólisis mientras que tanto los ésteres de SCMI como de SCEI son estables hidrolíticamente durante el periodo de 30 días. Además, el éster de SCMI y SCEI fueron completamente solubles cuando se añadieron a agua formando, por tanto, una disolución de éster al 10% transparente. En comparación, la disolución de SCI al 10% era turbia y requería calentamiento para solubilizar el SCI en agua.

50 Por tanto, se ha encontrado sorprendentemente que sustituyendo hidrógeno con grupos alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> en uno o ambos de los átomos de carbono de la porción de sulfonato de etano de un éster de acilalquilisetonato, la estabilidad hidrolítica y la solubilidad en agua del éster de acilalquilisetonato mejoran drásticamente. Es decir, proporcionando un C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> en uno o ambos de los átomos de carbono del ácido isetonico (o sal de isetonato) el material de partida usado en la producción del éster de aciletilisetonato, mejoran la solubilidad en agua y estabilidad hidrolítica del éster modificado. Este resultado es totalmente inesperado en vista del conocimiento común en la técnica de que aumentar el carácter de hidrocarburo de un material da como resultado generalmente una reducción de la solubilidad en agua. Como resultado de esta solubilidad y estabilidad hidrolítica mejoradas, los acilalquilisetonatos dados a conocer son adecuados para su uso en agentes limpiadores de cuidado personal líquidos y no se limitan a barras de jabón.

65 En detalle general, la reacción de esterificación puede llevarse a cabo cargando el ácido carboxílico, hidroxialquilisetonato sustituido con alquilo, y el catalizador de la esterificación a presión atmosférica o a vacío en un recipiente de reacción. El recipiente de reacción se purga concienzudamente con gas inerte seco, tal como nitrógeno. Se lleva a cabo esterificación directa calentando la mezcla de reacción hasta la temperatura de reacción

con agitación. El agua que puede introducirse en la mezcla de reacción con los componentes de partida y el agua que se forma como resultado de la reacción de esterificación se descarga del recipiente de reacción. Además, también puede requerirse eliminar por destilación algo del exceso de ácido carboxílico durante el transcurso de la reacción de esterificación. El tiempo de reacción para completar la esterificación variará entre 1 y 12 horas según la temperatura de reacción, y la cantidad de catalizador de la esterificación. El producto de éster de acilalquilisetonato sustituido con alquilo final puede entonces suministrarse en forma líquida o sólida, tal como un polvo o pasta, para su uso como material de partida en la formulación de productos limpiadores para el cuidado personal.

La reacción de esterificación puede realizarse en un recipiente de reacción a presión atmosférica. Sin embargo, para ayudar a eliminar agua, puede aplicarse un vacío ligero (66650 Pa- 73315 Pa (500-550 mm Hg)) durante el comienzo de la carga de los reactivos o en cualquier momento durante la reacción. Aplicar un vacío ligero también permite la eliminación de agua sin destilación del ácido carboxílico. Preferiblemente, no se permite que el vacío aplicado caiga por debajo de 66650 Pa (500 mm Hg) para impedir la destilación de ácido carboxílico cuando no se desee.

Generalmente, el recipiente de reacción se calienta hasta un único intervalo de temperatura de reacción. Sin embargo, el procedimiento puede emplear más de un intervalo de temperatura de reacción. Por ejemplo, el recipiente de reacción puede calentarse hasta un primer intervalo de temperatura de reacción y mantenerse a ese intervalo de temperatura durante un periodo de tiempo para eliminar agua, luego se calienta posteriormente de manera adicional hasta un segundo intervalo de temperatura mayor que el primero y se mantiene durante un periodo de tiempo. Los intervalos de temperatura de reacción empleados durante la reacción de esterificación pueden oscilar entre aproximadamente 200°C y aproximadamente 240°C. Sin embargo, se ha encontrado sorprendentemente que si se usa ácido hidroxietanoisetonico sustituido con alquilo como catalizador, la temperatura de reacción puede reducirse hasta un intervalo de temperatura de aproximadamente 90°C a aproximadamente 180°C, de manera preferible de aproximadamente 120°C a aproximadamente 160°C.

En una realización, el éster de acilalquilisetonato se produce combinando uno o más ácidos carboxílicos y una o más sales de sodio del isetonato de hidroxialcano sustituido con alquilo con un catalizador de ácido hidroxietanoisetonico sustituido con alquilo en un recipiente de reacción. El recipiente de reacción se purga usando nitrógeno y la mezcla de reacción se calienta aun primer intervalo de temperatura de aproximadamente 120°C a aproximadamente 130°C durante 30 minutos para eliminar agua de los componentes de reacción. La mezcla de reacción se calienta entonces posteriormente hasta un intervalo de aproximadamente 140°C a aproximadamente 150°C para iniciar la reacción de esterificación. Se aplica un vacío ligero (66650 Pa - 73315 Pa (500-550 mm Hg)) durante la reacción de esterificación para ayudar a eliminar agua y la mezcla de reacción se calienta de manera continua hasta que cesa la destilación de agua. El vacío puede ajustarse durante la reacción para impedir que el ácido carboxílico se destile. Tras completarse la esterificación, el ácido hidroxietanoisetonico sustituido con alquilo residual presente como catalizador puede neutralizarse con un álcali tal como sosa cáustica, amina, amoníaco o compuestos de amonio sustituidos tales como mono, di y triaminas, y alcanolamina tal como etanolamina. El ácido graso en exceso puede eliminarse convenientemente mediante destilación a vacío a temperaturas y presiones que varían entre 100°-250°C y 133,3 Pa - 26660 Pa (1-200 mm Hg) para hacer que el producto esté sustancialmente libre de ácidos grasos.

Una vez formados, los ésteres de acilalquilisetonato pueden usarse como tensioactivo o agente surfactante en una variedad de productos limpiadores para el cuidado personal. Los productos limpiadores para el cuidado personal incluyen, pero no se limitan a: jabones líquidos, champús, geles de ducha, burbujas de baño, barras combinadas de jabón sintético, limpiadores para el acné, champús anticasma, desmaquillantes, exfoliantes faciales, toallitas para bebé y toallitas para niño. Por tanto, los compuestos dados a conocer pueden usarse en cualquier composición de limpieza de cuidado personal tal como pueden conocer los expertos en la técnica.

Los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer pueden usarse en productos limpiadores para el cuidado personal como tensioactivo primario a niveles que oscilan entre el 1% y el 60% en peso. Además, los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer pueden combinarse con otros tensioactivos y materiales que se usan en productos limpiadores para el cuidado personal a niveles de éster de acilalquilisetonato que oscilan hasta aproximadamente el 60% en peso. En la medida en que puedan usarse otros tensioactivos en combinación con los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer en la formación de sistemas activos binarios, sistemas activos ternarios etc., el éster de acilalquilisetonato puede comprender la mayor parte del sistema surfactante (si se requiere más de un activo) en el que se denomina tensioactivo primario, o puede comprender menos de la mayor parte del sistema surfactante en el que se denomina tensioactivo secundario.

Otros tensioactivos y materiales que pueden usarse en combinación con los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo en la formación del agente limpiador de cuidado personal incluyen tensioactivos anfotéricos/zwitteriónicos; tensioactivos aniónicos; tensioactivos no iónicos; tensioactivos catiónicos; y componentes opcionales.

Los tensioactivos anfotéricos útiles en la divulgación pueden describirse ampliamente como un agente surfactante que contiene al menos un grupo aniónico y uno catiónico y pueden actuar o bien como ácidos o bien como bases

- 5 según el pH. Algunos de estos compuestos son derivados alifáticos de aminas secundarias y terciarias heterocíclicas en las que el radical alifático puede ser lineal o ramificado y en los que uno de los sustituyentes alifáticos contiene desde aproximadamente 6 hasta aproximadamente 20, preferiblemente de 8 a 18, átomos de carbono y al menos uno contiene un grupo aniónico soluble en agua, por ejemplo, carboxilo, fosfonato, fosfato, sulfonato, sulfato.
- 10 Los tensioactivos zwitteriónicos pueden describirse ampliamente como agentes surfactantes que tienen una carga positiva y negativa en la misma molécula, cuya molécula es zwitteriónica a todos los pH. Los tensioactivos zwitteriónicos pueden ilustrarse mejor mediante betaínas y sultainas. Los compuestos zwitteriónicos contienen generalmente un resto de amonio cuaternario, fosfonio cuaternario o sulfonio terciario. El átomo catiónico en el compuesto cuaternario puede ser parte de un anillo heterocíclico. En todos estos compuestos hay al menos un grupo alifático, de cadena lineal o ramificada, que contiene desde aproximadamente 6 hasta 20, preferiblemente de 8 a 18, átomos de carbono y al menos un sustituyente alifático que contiene un grupo aniónico soluble en agua, por ejemplo, carboxilo, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato.
- 15 Los ejemplos de tensioactivos anfotéricos y zwitteriónicos adecuados incluyen las sales de metal alcalino, metal alcalinotérreo, amonio o amonio sustituido de anfocarboxiglicinatos de alquilo y anfocarboxipropionatos de alquilo, anfodipropionatos de alquilo, monoacetato de alquilo, diacetatos de alquilo, anfoglicinatos de alquilo y anfopropionatos de alquilo en los que alquilo representa un grupo alquilo que tiene desde 6 hasta aproximadamente 20 átomos de carbono. Otros tensioactivos adecuados incluyen monoacetatos de alquilimino, diacetatos de alquilimino, propionatos de alquilimino, dipropionatos de alquilimino y anfopropilsulfonatos de alquilo que tienen entre 12 y 18 átomos de carbono, alquil-betaínas y alquilamidoalquilen-betaínas y alquil-sultainas y alquilamidoalquilenhidroxi-sulfonatos.
- 20 Los tensioactivos aniónicos que pueden usarse en la presente divulgación son aquellos compuestos de tensioactivo que contienen un grupo hidrocarburo hidrófobo de cadena larga en su estructura molecular y un grupo hidrófilo, incluyendo sales tales como grupos carboxilato, sulfonato, sulfato o fosfato. Las sales pueden ser sales de sodio, potasio, calcio, magnesio, bario, hierro, amonio y amina de tales tensioactivos.
- 25 Los tensioactivos aniónicos incluyen las sales de metal alcalino, amonio y alcanolamónio de productos de reacción sulfúricos orgánicos que tienen en su estructura molecular un grupo alquilo o alcarilo que contiene desde 8 hasta 22 átomos de carbono y un grupo éster de ácido sulfónico o sulfúrico.
- 30 Los ejemplos de tales tensioactivos aniónicos incluyen sales solubles en agua de sulfonatos de alquilbenceno que tienen entre 8 y 22 átomos de carbono en el grupo alquilo, sulfatos de alquil éter que tienen entre 8 y 22 átomos de carbono en el grupo alquilo y de 2 a 9 moles de óxido de etileno en el grupo éter. Otros tensioactivos aniónicos que pueden mencionarse incluyen sulfosuccinatos de alquilo, sulfosuccinatos de alquil éter, sulfonatos de olefina, sarcosinatos de alquilo, alquil-sulfatos de monoglicérido y sulfatos de éter, carboxilatos de alquil éter, sulfonatos parafínicos, ésteres de mono y dialquilsulfato y derivados etoxilados, acilmetil tauratos, jabones de ácidos grasos, derivados de hidrosilato de colágeno, sulfoacetatos, lactatos de acilo, disulfonatos de arilóxido, sulfosucinamidas, condensados de naftaleno-formaldehído y similares. Los grupos arilo incluyen generalmente uno y dos anillos, alquilo incluye generalmente desde 8 hasta 22 átomos de carbono y los grupos éter oscilan generalmente entre 1 y 9 moles de óxido de etileno (EO) y/o PO, preferiblemente EO.
- 35 Los tensioactivos aniónicos específicos que pueden seleccionarse incluyen sulfonatos de alquilbenceno lineales tales como sulfonato de decilbenceno, sulfonato de undecilbenceno, sulfonato de dodecilbenceno, sulfonato de tridecilbenceno, sulfato de nonilbenceno y las sales de sodio, potasio, amonio, trietanolamónio e isopropilamónio de los mismos.
- 40 También pueden usarse tensioactivos no iónicos en combinación con los ésteres de acilalquilsetionato sustituidos con alquilo dados a conocer. El/los tensioactivo(s) no iónico(s) no es/son críticos y puede(n) ser cualquiera de los tensioactivos no iónicos conocidos que se seleccionan generalmente en base a la compatibilidad, eficacia y economía.
- 45 Los ejemplos de tensioactivos no iónicos útiles incluyen condensados de óxido de etileno con un resto hidrófobo que tiene un equilibrio lipolítico hidrófilo promedio (HLB) de entre aproximadamente 8 y aproximadamente 16, y preferiblemente de entre aproximadamente 10 y aproximadamente 12,5. Los tensioactivos incluyen los alcoholes alifáticos primarios o secundarios etoxilados que tienen desde aproximadamente 8 hasta aproximadamente 24 átomos de carbono, en configuración de cadena o bien lineal o bien ramificada, con desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 40, y preferiblemente entre aproximadamente 2 y aproximadamente 9 moles de óxido de etileno por mol de alcohol.
- 50 Otros tensioactivos no iónicos adecuados incluyen los productos de condensación de desde aproximadamente 6 hasta aproximadamente 12 átomos de carbono alquilfenoles con aproximadamente de 3 a aproximadamente 30, y preferiblemente entre aproximadamente 5 y aproximadamente 14 moles de óxido de etileno.
- 55
- 60
- 65

- Muchos tensioactivos catiónicos son conocidos en la técnica y prácticamente cualquier tensioactivo catiónico que tiene al menos un grupo alquilo de cadena larga de aproximadamente 10 a 24 átomos de carbono es adecuado para su uso opcional en la presente divulgación. Otros componentes o aditivos opcionales que pueden usarse en combinación con ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo en la formulación de productos limpiadores para el cuidado personal incluyen sustancias químicas de ajuste del pH, por ejemplo, alcanolaminas inferiores tales como monoetanolamina (MEA) y trietanolamina (TEA). También pueden utilizarse disoluciones de hidróxido de sodio como agente de ajuste del pH alcalino. Las sustancias químicas de ajuste del pH actúan para neutralizar materiales ácidos que pueden estar presentes. También pueden utilizarse mezclas de más de una sustancia de ajuste del pH.
- 5
- 10 También pueden usarse opcionalmente reguladores de fase (tecnología de detergente líquido bien conocida) en la presente divulgación. Estos pueden representarse por alcoholes alifáticos inferiores que tienen desde 2 hasta 6 átomos de carbono y desde 1 hasta 3 grupos hidroxilo, éteres de dietilenglicol y monoalcoholes alifáticos inferiores que tienen desde 1 hasta 4 átomos de carbono y similares.
- 15 También pueden incluirse hidrótrofos de detergente. Los ejemplos de hidrótrofos de detergente incluyen sales de alquilaril-sulfonatos que tienen hasta 3 átomos de carbono en el grupo alquilo, por ejemplo, sales de sodio, potasio, amonio y etanolamina de xileno, tolueno, etilbenceno, cumeno, y ácidos sulfónicos de isopropilbenceno.
- Otros aditivos complementarios opcionales incluyen antiespumantes tales como ácidos alifáticos de alto peso molecular, especialmente ácidos grasos saturados y jabones derivados de los mismos, colorantes y perfumes; agentes fluorescentes o blanqueadores ópticos; agentes antirredeposición tales como carboximetilcelulosa e hidroxipropilmetilcelulosa; agentes de estabilización de la suspensión y promotores de liberación de la suciedad tales como copolímeros de tereftalato de polietileno y tereftalato de polioxitileno; antioxidantes; agentes suavizantes y agentes antiestáticos; fotoactivadores y conservantes; poliácidos, reguladores de espuma, opacificantes, bactericidas, y similares. Los reguladores de espuma pueden ilustrarse mediante polisiloxanos alquilados y los opacificantes pueden ilustrarse mediante poliestireno; el bactericida puede ilustrarse mediante hidroxitolueno butilado.
- 20
- 25 Aunque no se requiere, puede añadirse opcionalmente un adyuvante de detergencia inorgánico u orgánico en pequeñas cantidades a la composición final. Los ejemplos de adyuvantes de detergencia inorgánicos incluyen carbonatos, bicarbonatos, silicatos y aluminosilicatos cristalinos y amorfos de metales alcalinos solubles en agua. Los ejemplos de adyuvantes de detergencia orgánicos incluyen los poliacetatos, carboxilatos, policarboxilatos, poliacetilos, carboxilatos y polihidroxisulfonatos de metal alcalino, metal alcalinotérreo, amonio y amonio sustituido. Un ejemplo de un adyuvante de detergencia comúnmente usado es citrato de sodio.
- 30
- 35 Los componentes opcionales y tensioactivos opcionales pueden añadirse al éster de acilalquilisetonato sustituido con alquilo antes, durante o después de la formulación del producto limpiador de cuidado personal. Además, combinaciones del éster de acilalquilisetonato sustituido con alquilo en combinación con estos componentes y tensioactivos opcionales pueden prepararse directamente para la venta o para su elaboración para cumplir las necesidad del usuario.
- 40
- Por tanto, los ésteres de acilalquilisetonato de la presente divulgación son útiles en formulaciones que contienen materiales usados normalmente por y que conocen los expertos en la técnica como útiles en la formulación de productos de jabón, productos de detergente, y otros productos de tipo limpiador, particularmente, pero sin limitarse a productos limpiadores para el cuidado personal. Para los fines de esta invención, las palabras "material conocido para los expertos en la técnica como útil en la formulación de jabones, detergentes, y similares" significan uno o más de los materiales seleccionados del grupo que consiste en: ácidos grasos, alquilsulfatos, etanolaminas, óxidos de amina, carbonatos alcalinos, agua, etanol, isopropanol, aceite de pino, cloruro de sodio, silicato de sodio, polímeros, alcoxilatos de alcohol, zeolitas, sales de perborato, sulfatos alcalinos, enzimas, hidrótrofos, colorantes, fragancias, conservantes, blanqueadores, adyuvantes de detergencia, poliácridatos, aceites esenciales, hidróxidos alcalinos, sulfatos de éter, etoxilatos de alquifenol, amidas de ácido graso, alfa sulfonatos de olefina, sulfonatos de parafina, betaínas, agentes quelantes, etoxilatos de amina de sebo, etoxilatos de poli éter amina, copolímeros de bloque de óxido de etileno/óxido de propileno, tensioactivos de baja espuma de óxido de etileno/óxido de propileno alcohólicos, sulfonatos de éster metílico, alquilpolisacáridos, N-metilglucamidas, óxido de difenilo sulfonado alquilado, y alquilbencensulfonatos o alquiltoluensulfonatos solubles en agua, puesto que el uso de los mismos en la formulación de jabones, detergentes y productos de limpieza similares se conoce en la técnica.
- 45
- 50
- 55 En una realización, los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer pueden estar presentes en composiciones de limpieza facial y corporal. Estas composiciones de limpieza también pueden comprender un jabón de ácidos grasos junto con otros tensioactivos no jabonosos, tales como tensioactivos sintéticos suaves. Las composiciones de limpieza corporal y facial también pueden incluir generalmente un hidratante o emoliente y sensación polimérica en la piel y adyuvantes de suavidad. Las composiciones puede incluir opcionalmente además espesantes (por ejemplo, silicato de magnesio y aluminio, carbopol), acondicionadores, polímeros solubles en agua (por ejemplo, carboximetilcelulosa), colorantes, hidrótrofos blanqueadores, perfumes y germicidas.
- 60
- 65 En otra realización, los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer pueden estar presentes en un champú. La



composición de champú también puede comprender uno o más de otros tensioactivos, un compuesto considerado útil para tratar la caspa, tal como sulfuro de selenio, un agente de suspensión, una amida, material polimérico no iónico para ayudar a dispersar partículas, fluido de silicona no volátil, y una variedad de otros componentes no esenciales adecuados para hacer que la composición sea más formulable, tales como conservantes, modificadores de la viscosidad, sustancias químicas de ajuste del pH, perfumes y colorantes.

En todavía otra realización, los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer pueden estar presentes en una composición de detergente líquido de trabajo ligero. La composición de detergente líquido de trabajo ligero puede incluir además uno o más de otros tensioactivos, opacificantes (por ejemplo, diestearato de etilenglicol), espesantes (por ejemplo, goma guar), agentes antimicrobianos, agentes antimanchas, quelantes de metales pesados (por ejemplo, EDTA), perfumes y colorantes.

En una realización adicional, el éster de acilalquilisetonato dado a conocer puede estar presente en una composición de detergente líquido de trabajo pesado. La composición de detergente líquido de trabajo pesado puede incluir también uno o más de otros tensioactivos, un electrolito (es decir, sal soluble en agua), enzimas con o sin estabilizantes tales como ion calcio, ácido bórico, propilenglicol y/o ácidos carboxílicos de cadena corta, y adyuvantes de detergencia alcalinos convencionales.

En aún otra realización, el éster de acilalquilisetonato sustituido con alquilo puede estar presente en una composición de acondicionador que comprende compuestos de alquilamina.

En una realización diferente, los ésteres de acilalquilisetonato dados a conocer pueden estar presentes en una composición cosmética. La composición cosmética puede incluir además al menos un agente de espesamiento polimérico, uno o más conservantes químicos o depresores de la actividad de agua para impedir deterioro microbiano, un agente de protección solar tal como ácido p-aminobenzoico, y un vehículo. El vehículo puede incluir cualquier diluyente, dispersante o portador útil para garantizar una distribución homogénea de la composición cuando se aplica a la piel y puede incluir, un emoliente tal como un alcohol o aceite, un propelente por ejemplo, triclorometano, dióxido de carbono u óxido nitroso, un humectante, y un polvo tal como tiza, talco y almidón.

Las ventajas que los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo dados a conocer tienen sobre otros tensioactivos tradicionales incluyen: (1) la alta solubilidad en agua de los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo permite que los ésteres se usen solos en productos limpiadores para el cuidado personal acuosos u otras disoluciones de detergente, no requiriendo, por tanto, la necesidad de adición de otros cotensioactivos costosos que se usan para la solubilización con otros ésteres de acilalquilisetonato tales como SCI; (2) los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo son estables hidrolíticamente en disoluciones acuosas debido a su estructura de éster alcohólico secundaria; (3) debido a sus propiedades no irritantes, los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo pueden usarse como tensioactivo primario en lugar de tensioactivos aniónicos tradicionales tales como [laurilsulfato de sodio y lauriletarsulfato de sodio] en productos limpiadores para el cuidado personal; (4) no se produce o está presente dioxano 1:4 durante la producción de los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo; y (5) pueden producirse productos limpiadores para el cuidado personal "sin sulfatos" usando los ésteres de acilalquilisetonato sustituidos con alquilo sin requerir la adición de tauratos y sarcosinatos necesaria para eliminar los sulfatos en los productos limpiadores para el cuidado personal actuales.

Los ejemplos que siguen a continuación deben considerarse a modo de ejemplo de la presente invención, y no limitativos de la misma en modo alguno.

#### EJEMPLO 1 (no parte de la invención).

##### Preparación de metil isetonato de sodio

Se cargó un reactor de autoclave de acero inoxidable 316 de 13,21 litros (3 galones) con 4,2676 kg (9,40 libras) de disolución acuosa de bisulfuro de sodio al 35% que tenía un pH de 6,5-7,0 y luego se purgó con nitrógeno para expulsar el aire. Entonces se calentó el reactor hasta aproximadamente 70°C y se añadieron 0,454 kg (1,0 libras) de óxido de propileno al reactor a una presión de 413685,6 Pa (60 p.s.i.). Se dejaron reaccionar los reactivos durante aproximadamente 30 minutos a una temperatura de aproximadamente 80°C después de ese tiempo la presión en el reactor cayó hasta aproximadamente 6894,76 Pa (1 p.s.i.) Se dejó que la reacción continuara durante 60 minutos a 80°C luego se enfrió hasta 50°C y se retiró la disolución de producto del reactor y se analizó. Los análisis mostraron que la disolución de producto tenía un pH de 13,50, < 0,50% en peso de propilenglicol, y están presentes tanto los isómeros de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo como de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo. Se cargó un segundo reactor de autoclave de acero inoxidable 316 de 13,21 litros (3 galones) con 4,39926 kg (9,69 libras) de disolución acuosa de bisulfuro de sodio al 35% que tenía un pH de 6,5-7,0 y luego se purgó con nitrógeno para expulsar el aire. Se calentó el reactor hasta aproximadamente 70°C y se añadieron 0,681 kg (1,5 libras) de óxido de propileno a la reacción a una presión de 413685,6 Pa (60 p.s.i.). Se dejaron reaccionar los reactivos a 80°C durante 30 minutos después de ese tiempo la presión cayó hasta aproximadamente 6894,76 Pa (1 p.s.i.) Se dejó que la reacción continuara durante 60 minutos a una temperatura de 95°C luego se enfrió hasta 50°C y se retiró la disolución de producto del reactor y se analizó. Los análisis mostraron que la disolución de producto tenía un pH de

14,00, aproximadamente el 3,0% en peso de propilenglicol, y están presentes tanto los isómeros de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo como de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo.

5 En un reactor de acero inoxidable 316 de 748,83 litros (170 galones) equipado con un agitador, línea de nitrógeno, línea de óxido, sonda de temperatura y una sonda de pH, se le cargó con 136,2 kg (300 libras) de agua DI y 54,48 kg (120 libras) de disolución caústica al 50%. Se purgó a presión el reactor con nitrógeno tres veces (275790,3 - 0 Pa) (40-0 psig)). Entonces se hizo pasar SO<sub>2</sub> a través del reactor y disolución con agitación a un pH de 7,0-7,50. Entonces se calentó el reactor hasta aproximadamente 70°- 75°C y se añadió óxido de propileno al reactor a una velocidad de 0,227 kg/minuto (0,50 libras/minuto). El pH durante la reacción controló la adición mediante la adición de pequeñas inyecciones de SO<sub>2</sub>. Además, se ralentizó la adición de PO hacia el final de la reacción para mantener un buen control del pH. Se dejaron digerir los reactivos a 95°C durante 4 horas. Se usó un total de 42,222 kg (93 libras) de SO<sub>2</sub> y 40,86 kg (90 libras) de óxido de propileno durante toda la reacción. Entonces se abrió el reactor se abrió a la campana de extracción y se le retiró cualquier óxido de propileno sin reaccionar con una purga de nitrógeno durante una hora. Se enfrió la mezcla de reacción hasta temperatura ambiente y se descargó en 15 tambores. Se analizó el producto transparente e incoloro y los resultados mostraron: el 0,50% en peso de propilenglicol y el 50,20% en peso metil isetonato de sodio (con tanto los isómeros de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo como de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo presentes).

#### 20 EJEMPLO 2 (no parte de la invención).

##### Preparación de etil isetonato de sodio

25 Se cargó un reactor de autoclave de acero inoxidable 316 de 13,21 litros (3 galones) con 4,39926 kg (9,69 libras) de disolución acuosa de bisulfuro de sodio al 35% que tenía un pH de 6,5-7,0 y luego se purgó con nitrógeno para expulsar el aire. Entonces se calentó el reactor hasta aproximadamente 70°C y se añadieron 1,1804 kg (2,6 libras) óxido de butileno al reactor a una presión de 413685,6 Pa (60 p.s.i.). Se dejaron reaccionar los reactivos durante aproximadamente 30 minutos a una temperatura de aproximadamente 80°C después de ese tiempo la presión en el reactor cayó hasta aproximadamente 6894,76 Pa (1 p.s.i.) Se dejó que la reacción continuara durante 60 minutos a 95°C luego se enfrió hasta 50°C y se retiró la disolución de producto del reactor. Tras el enfriamiento, se separaron 30 placas cristalinas brillantes de la disolución de producto que requieren que se añada agua para disolver los sólidos de nuevo en la disolución. Entonces se analizó la disolución de producto y los análisis mostraron que la disolución de producto tenía un pH de 14,00, aproximadamente el 3,0% en peso de butilenglicol, y tanto los isómeros de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-etilo como de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-etilo presentes. Se cargó un segundo reactor de autoclave de acero inoxidable 316 de 13,21 litros (3 galones) con 4,39926 kg (9,69 libras) de disolución acuosa de bisulfuro de sodio al 35% que tenía un pH de 5,0-5,5 y luego se purgó con nitrógeno para expulsar el aire. Se calentó el reactor hasta aproximadamente 70°C y se añadieron 1,1804 kg (2,6 libras) de óxido de butileno a la reacción a una presión de 413685,6 Pa (60 p.s.i.). Se dejaron reaccionar los reactivos a 80°C durante 30 minutos después de ese tiempo la presión cayó hasta aproximadamente 6894,76 Pa (1 p.s.i.) Se dejó que la reacción continuara durante 60 minutos a una temperatura de 95°C luego se enfrió hasta 50°C y se retiró la disolución de 40 producto del reactor. Tras el enfriamiento, se separaron placas cristalinas brillantes de la disolución de producto que requieren que se añada agua para disolver los sólidos de nuevo en la disolución. Entonces se analizó la disolución de producto y los análisis mostraron que la disolución de producto tenía un pH de 14,00, aproximadamente el 13,0% en peso de butilenglicol, y tanto los isómeros de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-etilo como de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-etilo presentes.

#### 45 EJEMPLO 3 (no parte de la invención).

##### Preparación de éster de cocoilmetilisetionato de sodio (C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub>)

50 Se cargó inicialmente un reactor de laboratorio (matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con agitador mecánico, embudo de adición, condensador, termopar y suministro de burbujeo de gas) con 212 gramos (0,98 moles) de un ácido carboxílico (ácido de coco hidrogenado C-110, P&G Chemicals, Cincinnati, Ohio). Se añadió también al reactor un total de 165 gramos (1,0 moles) de metil isetonato de sodio que contenía una mezcla de las sales de sodio de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo y 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo. Se añadieron 55 5,00 gramos del metil isetonato de zinc correspondiente, en las mismas proporciones de isómero que antes, como catalizador. Se purgó el reactor concienzudamente con nitrógeno seco y se calentó hasta 120°-130°C durante 30 minutos para eliminar agua del metil isetonato de sodio sustituido con alquilo. Entonces se elevó la temperatura del contenido del reactor hasta 200°C durante 6 horas después de ese tiempo se eliminó ácido graso en exceso mediante destilación a vacío a 1333 Pa (10 mm Hg) hasta niveles de ácidos grasos aceptables (<10%) y la mezcla de producto contiene el 80% en peso de los correspondientes ésteres adecuados para combinarlos para dar una 60 composición de limpieza para el cuidado personal.

En un segundo reactor de laboratorio (matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con agitador mecánico, embudo de adición, condensador, termopar, y suministro de burbujeo de gas) se añadieron 131,5 gramos (0,625 moles) de un ácido carboxílico (ácido graso de coco C-110, P&G Chemicals, Cincinnati, Ohio), un total de 82,5 gramos (0,5 moles de sólidos) de metil isetonato de sodio que contenía una mezcla de las sales de sodio de 2-hidroxietan-1-

sulfonato de 2-metilo y 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo, y 2,2 gramos de citrato de zinc como catalizador. Se purga el reactor concienzudamente con nitrógeno seco y se calienta la disolución a 220°C durante 6 horas después de ese tiempo se eliminó ácido graso en exceso mediante destilación a vacío a 1333 Pa (10 mm Hg) hasta niveles de ácidos grasos aceptables (<10%) y se enfría la disolución de producto hasta 160°C - 170°C. Se retira la disolución de producto del reactor y se analiza y los resultados mostraron un producto que contenía 81,5% en peso de los correspondientes ésteres adecuados para combinarlos para dar una composición de limpieza para el cuidado personal, el 12,0% en peso de ácido carboxílico sin reaccionar y el 3,9% en peso de metil isetonato de sodio sin reaccionar.

5  
10 EJEMPLO 4 (no parte de la invención).

Preparación de éster de capriolil/capriolmetilisetionato de sodio (C<sub>8</sub> a C<sub>10</sub>)

15 En un reactor de laboratorio (matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con agitador mecánico, embudo de adición, condensador, termopar, y suministro de burbujeo de gas) se cargaron 118 gramos (0,75 moles) de un ácido carboxílico (ácido graso C810, P&G Chemicals, Cincinnati, Ohio) y al reactor se le añadió un total de 82 gramos (0,5 moles de sólidos) de metil isetonato de sodio que contenía una mezcla de las sales de sodio de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo y 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo. Se añadieron 2,2 gramos de citrato de zinc a la mezcla como catalizador. Se purgó el reactor concienzudamente con nitrógeno seco y se calentaron los reactivos a 220°C durante 6 horas después de ese tiempo se enfría el producto hasta 160°C - 170°C. Se retira la disolución de producto del reactor y se analiza y los resultados mostraron el sólido blanco tenía un valor de saponificación de 186, activos por dos titulaciones de fase de 2,54 meq/g y que contenía el 86,7% en peso de los correspondientes ésteres adecuados para combinarlos para dar una composición de limpieza para el cuidado personal, el 6,7% en peso ácido carboxílico sin reaccionar y el 6,5% en peso de metil isetonato de sodio sin reaccionar.

25 EJEMPLO 5 (no parte de la invención).

Preparación de éster de capriolmetilisetionato de sodio (C<sub>10</sub>)

30 En un reactor de laboratorio (matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con agitador mecánico, embudo de adición, condensador, termopar, y suministro de burbujeo de gas) se cargaron 108 gramos (0,625 moles) de un ácido carboxílico (ácido graso C-1095, P&G Chemicals, Cincinnati, Ohio) y al reactor se le añade un total de 82,5 gramos (0,5 moles de sólidos) de metil isetonato de sodio que contenía una mezcla de las sales de sodio de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo y 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo. Se añadieron 1,9 gramos de citrato de zinc a la mezcla como catalizador. Se purga el reactor concienzudamente con nitrógeno seco y se calientan los reactivos hasta 220°C durante 6 horas después de ese tiempo se enfría el producto hasta 160°C - 170°C. Se retira la disolución de producto del reactor y se analiza y el sólido blanco resultante contenía el 82,5% en peso del correspondiente éster adecuado para combinarlo para dar una composición de limpieza para el cuidado personal, el 7,7% en peso ácido carboxílico sin reaccionar y el 7,4% en peso de metil isetonato de sodio sin reaccionar.

40 EJEMPLO 6 (no parte de la invención).

Preparación de éster de lauroilmetilisetionato de sodio (C<sub>12</sub>)

45 En un reactor de laboratorio (matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con agitador mecánico, embudo de adición, condensador, termopar, y suministro de burbujeo de gas) se cargaron 125 gramos (0,625 moles) de un ácido carboxílico (ácido graso C1299, P&G Chemicals, Cincinnati, Ohio) y al reactor se le añadió un total de 83 gramos (0,5 moles de sólidos) de metil isetonato de sodio que contenía una mezcla de las sales de sodio de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo y 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo. Se añadieron 2,2 gramos de citrato de zinc a la mezcla como catalizador. Se purga el reactor concienzudamente con nitrógeno seco y se calientan los reactivos hasta 220°C durante 6 horas después de ese tiempo se enfría la disolución de producto hasta 160°C - 170°C. Se retira el sólido blanco resultante del reactor y se analiza y los resultados mostraron un producto que contenía el 82,0% en peso del correspondiente éster adecuado para combinarlo para dar una composición de limpieza para el cuidado personal, el 15,6% en peso ácido carboxílico sin reaccionar y el 3,9% en peso de metil isetonato de sodio sin reaccionar.

55 EJEMPLO 7 (no parte de la invención).

Preparación de éster de cocoilmetilisetionato de sodio (C<sub>12</sub> - C<sub>18</sub>)

60 En un reactor de laboratorio (matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con agitador mecánico, embudo de adición, condensador, termopar, y suministro de burbujeo de gas) se cargaron 137,5 gramos (0,625 moles) de un ácido carboxílico (ácido graso Emery 627, Henkel Corp., Emery Group, Cincinnati, Ohio) y al reactor se le añadió un total de 85 gramos (0,5 moles de sólidos) de metil isetonato de sodio (el 95% en peso) que contenía una mezcla de las sales de sodio de 2-hidroxietan-1-sulfonato de 2-metilo y 2-hidroxietan-1-sulfonato de 1-metilo. Se añadieron 1,2 gramos de citrato de zinc a la mezcla como catalizador. Se purga el reactor concienzudamente con nitrógeno seco y

65

se calientan los reactivos hasta 220°C durante 6 horas después de ese tiempo se enfría la disolución de producto hasta 160°C - 170°C. Se retira el sólido blanco del reactor y se analiza y los resultados mostraron un producto que contenía el 82,2% en peso de los correspondientes ésteres adecuados para combinarlos para dar una composición de limpieza para el cuidado personal y el 7,9% en peso ácido carboxílico sin reaccionar.

5

#### EJEMPLO 8 (no parte de la invención).

#### Pruebas de formación de espuma

Se realizaron pruebas de formación de espuma usando una máquina de espuma con cilindro de medición rotatoria tapada de un litro a una velocidad de 30 revoluciones por minuto y temperatura ambiental que oscila entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 22°C y a una concentración del 0,5% de tensioactivos totales. Se midieron las alturas de espuma en el cilindro graduado al inicio y a los 10 minutos de rotación. A continuación se muestran los resultados en la tabla I:

15

TABLA I

Muestra	Componentes (% en peso)	Altura de espuma a los 0 minutos	Altura de espuma a los 10 minutos	Aspecto de la espuma
1	laurilsulfato de sodio al 80% CAPB al 20%*	250	238	Espuma abierta
2	lauriletersulfato de sodio al 100%**	200	170	Espuma abierta
3	lauriletersulfato de sodio al 80% CAPB al 20%*	260	220	Espuma abierta
4	SCMI al 100%***	190	160	Cremosa, compacta
5	SCMI al 0%*** CAPB al 20%*	190	180	Cremosa, compacta

\* Cocoamidopropilbetaína (EMPIGEN® BS/FA)  
\*\* EMPICOL® ESA  
\*\*\* SCMI producido a partir de ácido graso de coco completo C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub>

La muestra 1 es un ejemplo de producto comercial que tiene uno de los niveles de espuma instantánea más altos en la industria del cuidado personal y se usó como patrón interno en todas estas pruebas.

20

Los resultados de esta prueba de espuma muestran que la formación de espuma del SCMI C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub> solo no es tan buena que con SLES solo, pero aún muestra sinergia con betaína CAPB. Esta sinergia es similar a otros tensioactivos aniónicos tal como se muestra por los resultados para la muestra 5 cuando se reemplaza SCMI al 20% en peso con CAPB. Por tanto, puede usarse SCMI con otros tensioactivos y aún mantener excelentes propiedades de formación de espuma. El SCMI también muestra una espuma uniformemente más cremosa y más compacta ya que tiene un tamaño de burbuja más pequeño que SLES en este tipo de formulaciones.

25

Se realizó una segunda prueba de formación de espuma usando los mismos parámetros que antes, pero se sometió a prueba un SCMI con cadena de ácido graso de coco retirada en lugar de un SCMI de cadena de ácido graso de coco completa. Los resultados de esta prueba se muestran en la tabla II:

30

TABLA II

Muestra	Componentes (% en peso)	Altura de espuma a los 0 minutos	Altura de espuma a los 10 minutos	Aspecto de la espuma
1	laurilsulfato de sodio al 80% CAPB al 20%*	250	235	Espuma abierta
2	laurilsulfato de sodio al 100%**	255	245	Espuma abierta
3	lauriletersulfato de sodio al 80% CAPB al 20%*	205	205	Cremosa, compacta
4	SCMI al 100%***	220	215	Cremosa, compacta
5	SCMI al 0%*** CAPB al 20%*	230	230	Cremosa, compacta

\* Cocoamidopropilbetaína (EMPIGEN® BS/FA)  
\*\*\* SCMI producido a partir de ácido graso de coco retirado C<sub>12</sub> a C<sub>18</sub>

35

De nuevo, los resultados de esta prueba de espuma muestran que la formación de espuma puede aumentar significativamente cuando se usa un SCMI de alimentación de ácido graso de coco retirado en lugar de coco entero.

La altura de espuma instantánea de SCMI C<sub>12</sub> a C<sub>18</sub>, así como la estabilidad a los 10 minutos, son mejores que SLES solo y son similares al rendimiento de SLES/betaína. Además, el SCMI C<sub>12</sub> a C<sub>18</sub> es de nuevo sinérgico con CAPB tal como se muestra por los resultados para las muestras 4 y 5 cuando se reemplaza SCMI al 25% y al 18% en peso con CAPB. Por tanto, SCMI puede usarse con otros tensioactivos y aún mantener o mejorar excelentes propiedades de formación de espuma.

Finalmente, tal como se muestra en las figuras 2A y 2B, el aspecto de la espuma de SCMI es más compacto y cremoso que en productos limpiadores a base de SLES o SLS haciendo el uso de SCMI en productos limpiadores para el cuidado personal altamente deseable. Todas las muestras mostradas en las figuras 2A y 2B son al 0,5% activas de tensioactivo.

EJEMPLO 9 (no parte de la invención).

Puntuación de irritación de Zein

Para evaluar la suavidad de los productos de la presente invención, se determinaron puntuaciones de Zein para una variedad de tensioactivos de sulfato e isetionato y sus puntuaciones se comunican en la tabla III:

TABLA III

Producto	Puntuación de Zein
Laurilsulfato de sodio	527
Cocoilsetionato de sodio	254
Cocoilmetilsetionato de sodio	147
Cocoiletilsetionato de sodio	104
Lauroilsetionato de sodio	160
Lauroilmetilsetionato de sodio	134
Lauroiletilsetionato de sodio	187

A partir de estos resultados *in vitro*, se espera que los isetonatos de metilo y etilo de la presente invención sean menos irritantes y, por tanto, más suaves que cocoilsetionato de sodio que se ha indicado en la bibliografía que no es irritante de la piel e irritante de los ojos a niveles del 10% en peso.

EJEMPLO 10 (no parte de la invención).

Uso de cocoilmetilsetionato de sodio como tensioactivo primario productos limpiadores personales de alta formación de espuma

Puede producirse un concentrado de SCMI añadiendo directamente el SCMI fundido producido, tal como en el ejemplo 3, en una disolución de agua y betaínas (por ejemplo EMPIGEN® BS/FA, Huntsman Corporation, Austin, Texas). Si el SCMI está en forma de polvo o de escamas, el concentrado de SCMI puede formarse disolviendo el polvo o las escamas de SCMI en una disolución que contiene agua fría y betaínas.

El concentrado de SCMI que se forma es una disolución perlada blanca que tiene una viscosidad que oscila entre 3000-5000 cps. El concentrado de SCMI es fácil de manejar y propiedades físicas son similares a las de laurilsetilsulfato de sodio (por ejemplo, EMPICOL®, Huntsman Corporation, Austin, Texas) permitiendo su uso en las plantas de fabricación existentes sin la necesidad de modernización de equipos.

Tal como se muestra en la IV, el concentrado de SCMI puede formularse tal como sigue:

TABLA IV – Formulación de concentrado de SCMI

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	24,0
CAPB*	17,0
DMDM hidantoína al 55%**	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPIGEN® BS/FA	

El concentrado de SCMI puede usarse en la formulación de una variedad de productos limpiadores para el cuidado personal tal como se muestra en las tablas V a XI.

## ES 2 659 650 T3

TABLA V – Formulación de champú económica y simple

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	8,0
CAPB*	2,0
Lauriletersulfato de sodio**	1,8
DMDM hidantoína al 55%	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPIGEN® BS/FA	
**EMPICOL® ESB	

TABLA VI – Formulación de champú de baja irritación

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	5,0
Lauroanfoacetato de disodio*	2,8
Polisorbato 80	4,9
DMDM hidantoína al 55%	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPIGEN® CDL60P	

TABLA VII – Formulación de champú para bebés

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	4,0
Lauroanfoacetato de disodio*	3,0
Polisorbato 80	5,9
DMDM hidantoína al 55%	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPIGEN® CDL60P	

TABLA VIII – Formulación lujosa de jabón líquido

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	6,7
Lauroanfoacetato de disodio*	2,5
CAPB**	2,5
DMDM hidantoína al 55%	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPIGEN® CDL60P	
** EMPIGEN® BS/FA	

TABLA IX – Formulación económica de jabón líquido

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	4,9
Lauroanfoacetato de disodio*	3,0
CAPB**	2,2
DMDM hidantoína al 55%	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPIGEN® NHSSA	
** EMPIGEN® BS/FA	

TABLA X – Formulación de gel de ducha

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	10,2
Lauriletersulfato de sodio*	3,9
CAPB**	2,5
DMDM hidantoína al 55%	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPICOL® ESB70	
** EMPIGEN® BS/FA	

TABLA XI – Formulación concentrada de gel de ducha

Componente	Cantidad (% en peso)
SCMI	12,0
Lauriletersulfato de sodio*	4,0
CAPB**	2,5
DMDM hidantoína al 55%	0,4
Agua	c.s.p. 100,0
*EMPICOL® ESB70	
** EMPIGEN® BS/FA	

5 Todas las formulaciones producidas anteriormente usando SCMI como tensioactivo primario forman una disolución transparente que es estable hidrolíticamente cuando se almacena. En comparación, cuando se reemplaza SCMI con SCI como tensioactivo primario, las formulaciones eran turbias y se separaban al almacenarse. Por tanto, el uso de SCMI como tensioactivo primario en productos limpiadores para el cuidado personal es deseable puesto que es altamente soluble, estable hidrolíticamente y suave con la piel.

10 EJEMPLO 11 (no parte de la invención).

Solubilidad en taurato

15 Para determinar la solubilidad de SCI, SCMI y SCEI en taurato, se prepararon tres disoluciones a temperatura ambiental. Se formularon las disoluciones para que contuviera cada una uno de SCI, SCMI y SCEI y cada uno contenía los siguientes componentes tal como se muestra en la tabla XII:

TABLA XII – Solubilidad en taurato

20

Componente	Disolución 1 (% en peso)	Disolución 2 (% en peso)	Disolución 3 (% en peso)
SCI	12,5	0	0
SCMI	0	12,5	0
SCEI	0	0	12,5
Lauroanfoacetato de disodio*	3,7	3,7	3,7
Metilcocoiltaurato de sodio	9	9	9
Xilenosulfonato de sodio	0,8	0,8	0,8
Propilenglicol	1,9	1,9	1,9
DMDM hidantoína al 55%	0,22	0,22	0,22
Agua	c.s.p. 100,0	c.s.p. 100,0	c.s.p. 100,0
*EMPIGEN® CDL60P			

25 Tal como se muestra en la figura 3, tras la formulación, la disolución de SCMI (disolución 2) y la disolución de SCEI (disolución 3) producen una disolución transparente cristalina y, por tanto, son completamente solubles. Además, las disoluciones de SCMI y SCEI no se separan tras el almacenamiento. En comparación, la disolución de SCI (disolución 1) forma una disolución turbia lechosa que posteriormente se separa durante el almacenamiento.

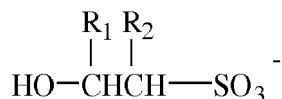
La invención dada a conocer por la presente se pretende que cubra todas las modificaciones y alteraciones, y solamente está limitada por el alcance de las reivindicaciones que siguen a continuación.

30 En toda esta memoria descriptiva, se han expuesto diversos porcentajes, y estos porcentajes se refieren todos al porcentaje en peso, a menos que se exponga lo contrario.

## REIVINDICACIONES

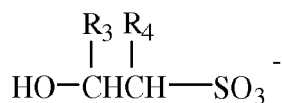
1. Procedimiento para producir un material tensioactivo útil como componente de una composición de limpieza para el cuidado personal que comprende:

5 a) proporcionar una mezcla de aniones isetionato que comprende (i) un primer anión que tiene la estructura:



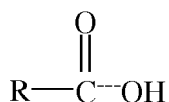
10 en la que R<sub>1</sub> es un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> de cadena lineal o ramificado y R<sub>2</sub> es hidrógeno; y

(ii) un segundo anión que tiene la estructura:



15 en la que R<sub>3</sub> es hidrógeno y R<sub>4</sub> es un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub> de cadena lineal o ramificado;

b) poner en contacto la mezcla de aniones isetionato con uno o más ácidos carboxílicos de fórmula:



20 en la que R es cualquier grupo hidrocarburo que tiene entre 4 y 25 átomos de carbono, incluyendo grupos hidrocarburo de cadena lineal, ramificados, saturados e insaturados para formar una mezcla reactiva; y

25 c) calentar la mezcla reactiva a cualquier temperatura en el intervalo de entre 90°C y 240°C para producir una mezcla de acilalquilisetionato que contiene al menos dos aniones diferentes que son ésteres de isetionato de un ácido carboxílico;

30 en el que la forma ácida del propio isetionato sustituido con alquilo en su forma pura se añade como catalizador en la etapa c).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de aplicar un vacío de 133,3 Pa (1 mm Hg) a 26660 Pa (200 mm Hg) a una temperatura de 100° a 200°C para reducir la cantidad de ácido carboxílico en el material tensioactivo hasta menos del 10% en peso.

35 3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se usa una temperatura en el intervalo de 90°C a 180°C.



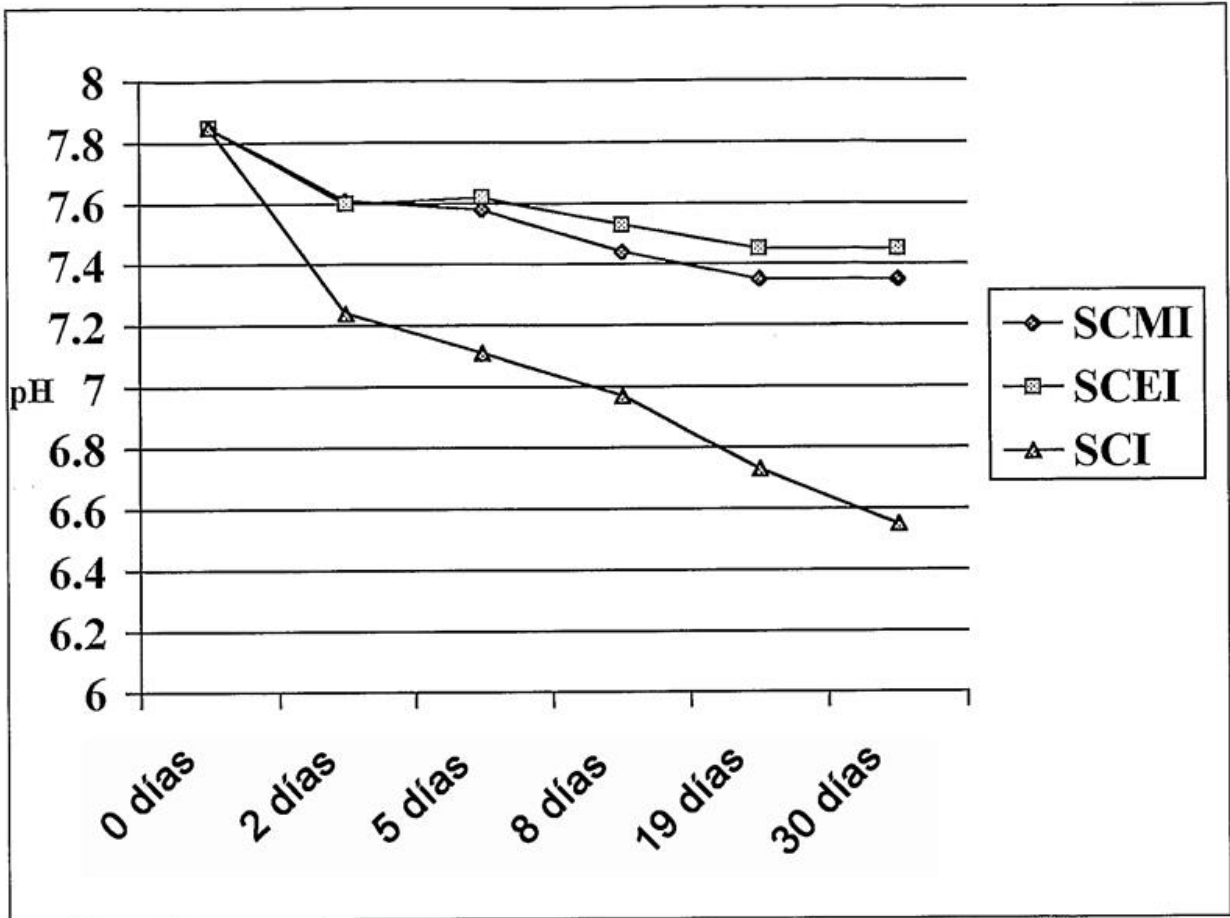


Figura 1

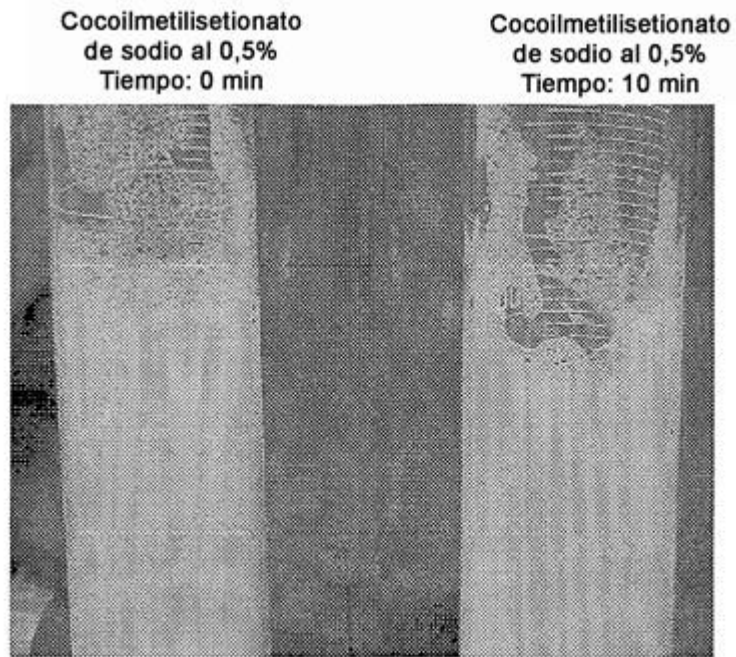


Figura 2A

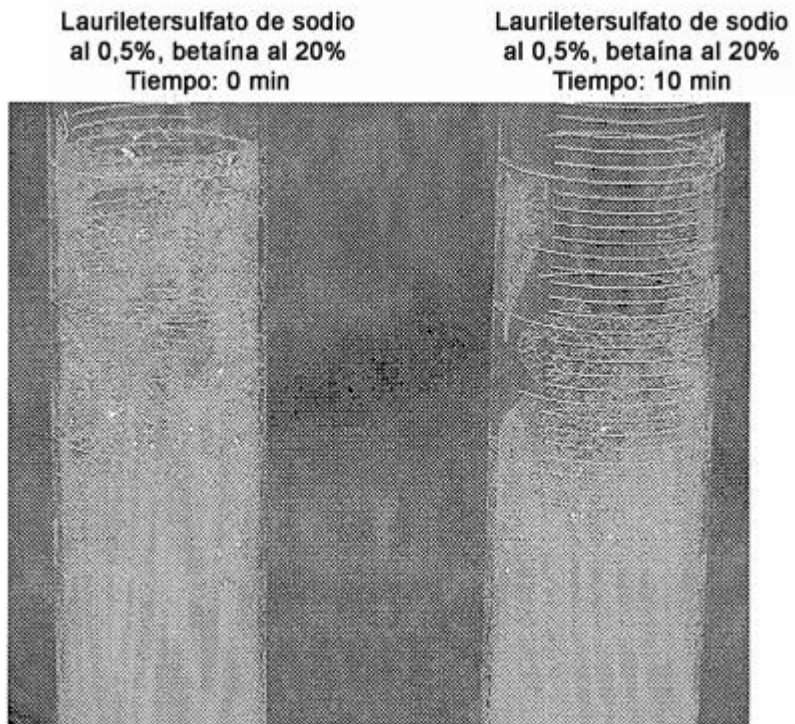


Figura 2B

SCI al 10%

SCMI al 10%

SCEI al 10%

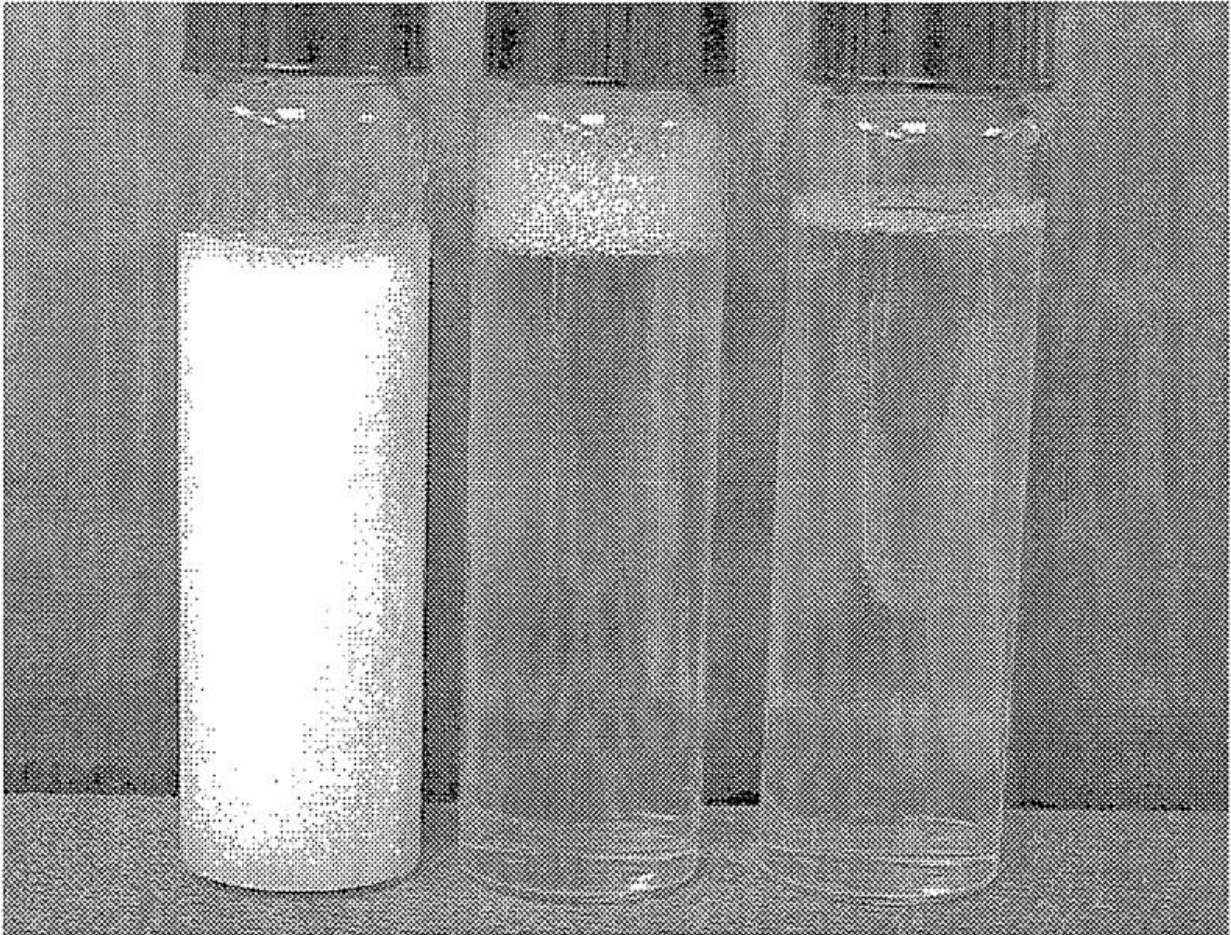


Figura 3