

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 681 492**

51 Int. Cl.:

**C07H 15/04** (2006.01)

**C11D 1/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.06.2015 PCT/EP2015/063128**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.12.2015 WO15197377**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.06.2015 E 15731867 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.04.2018 EP 3157941**

54 Título: **Tensioactivos de sulfometilsuccinato de alquil glicósido**

30 Prioridad:

**23.06.2014 EP 14173378**

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

**13.09.2018**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**POTTIE, LAURENCE;  
MAX, EVA;  
CLASEN, FRANK y  
SCHADE, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 681 492 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

Tensioactivos de sulfometilsuccinato de alquil glicósido

5 La presente invención se refiere a un sulfometilsuccinato de alquil glicósido que tiene la fórmula  $R^1-O-S_n-R^2$  en la que  $R^1$  es un radical alquilo con de 6 a 30 átomos de carbono, S es un resto monosacárido y  $R^2$  es un resto sulfometilsuccinato. Asimismo, la presente invención se refiere a un proceso para preparar este sulfometilsuccinato de alquil glicósido y a un itaconato de alquil glicósido que es un intermedio útil para su uso en este proceso. Igualmente, la presente invención se refiere a una composición cosmética que comprende el sulfometilsuccinato de alquil glicósido y al uso del sulfometilsuccinato de alquil glicósido para mejorar la estabilidad de la espuma de una composición cosmética.

10 Los alquil glicósidos son tensioactivos no iónicos, suaves, naturales muy bien conocidos. Sin embargo, tienen una baja espumabilidad. Muchas solicitudes de patente hacen referencia a los alquil glicósidos. El documento WO 90/03977 divulga un proceso para preparar alquil glicósidos.

15 Se ha realizado ya algún trabajo para modificar adicionalmente los alquil glicósidos en tensioactivos aniónicos con mejor formación de espuma. Ejemplos de tales derivados de alquil glicósido aniónicos incluyen étercarboxilatos de alquil glicósido, disponibles en el mercado de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania, con la marca comercial Plantapon® LGC. El documento US 5 908 928 divulga étercarboxilatos de alquil glicósido. Los étercarboxilatos de alquil glicósidos producen un aumento de la cantidad de espuma pero conllevan el uso de ácido cloroacético para su producción, el cual es difícil de manipular.

20 Otro tipo de derivado de alquil glicósido aniónico es el sulfosuccinato de alquil glicósido. Este tipo de tensioactivo se obtiene habitualmente en una modificación en dos etapas de alquil glicósidos. En primer lugar, el alquil glicósido se hace reaccionar con anhídrido de ácido maleico. Tras la reacción, el anhídrido se abre generando un grupo carboxílico. A continuación se genera un segundo grupo aniónico mediante sulfonación de maleato de alquil glicósido usando, por ejemplo, sulfito de sodio. Este proceso se describe en el documento US 7 087 571.

25 Los sulfosuccinatos de alquil glicósidos también están disponibles en el mercado, por ejemplo, con la marca comercial Eucarol® AGE SS de la empresa Lamberti. Debido a su carácter aniónico, este tensioactivo muestra una capacidad mejorada de formación de espuma en comparación con los alquil glicósidos no aniónicos.

30 Los sulfosuccinatos de alquil glicósidos y otros derivados de alquil glicósidos aniónicos se usan habitualmente en formulaciones cosméticas. Esto se divulga, por ejemplo, en el documento FR 2 785 794. La demanda del mercado de ingredientes cosméticos basados en materias primas renovables crece continuamente. En este contexto, se desean alternativas a los sulfosuccinatos de alquil glicósidos ya que no hay disponibles sulfosuccinatos de alquil glicósidos basados en materias primas renovables debido a que su síntesis requiere el uso de anhídrido de ácido maleico basado en el petróleo.

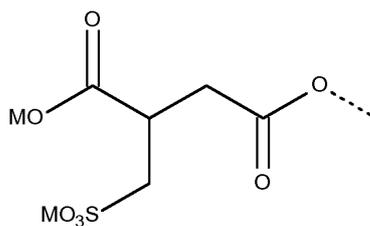
35 Los documentos WO 2011/109047 y J. Ding, B. Song, C.Wang, J. Xu, Y. Wu, J. *Surfact Deterg.* (2011) 14, 43-49, "Synthesis and Characterization of sodium Nonylphenol ethoxylate(10) sulfoitaconate esters"; y JP 58132092 A divulgan tensioactivos de sulfometilsuccinato de alquilo basados en alcoholes grasos o etoxilatos de alcoholes grasos. Estos tensioactivos comprenden un grupo sulfonato y se preparan usando anhídrido de ácido itacónico. El anhídrido de ácido itacónico se puede obtener mediante deshidratación de ácido itacónico, un producto obtenido mediante fermentación de varias materias primas naturales. Los tensioactivos resultantes se denominan sulfoitaconatos o sulfometilsuccinatos, ya que solo se diferencian en un grupo metilo del sulfosuccinato.

40 El problema subyacente a la presente invención es proporcionar un tensioactivo que tenga buenas propiedades de formación de espuma y que se pueda preparar basándose en materias primas renovables.

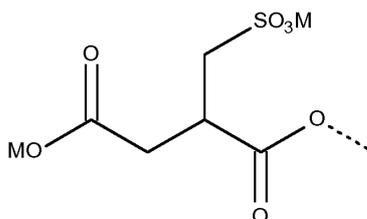
Este problema se ha resuelto mediante la provisión del tensioactivo de acuerdo con la presente invención. El tensioactivo de acuerdo con la presente invención es un sulfometilsuccinato de alquil glicósido que tiene la fórmula general (I),

45  $R^1-O-S_n-R^2$  (I)

en la que  $R^1$  es un radical alquilo primario, secundario o terciario, saturado o insaturado, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 30 átomos de carbono, S es un resto monosacárido, n es de 1 a 5, y  $R^2$  es un resto sulfometilsuccinato de acuerdo con la fórmula (IIa) o de acuerdo con la fórmula (IIb),



(IIa)



(IIb)

en las que M es H o cualquier catión.

5 Si M lleva una carga  $z+$  que es mayor que 1, entonces solo hay una  $1/z$  parte de este ion presente para neutralizar la carga negativa del grupo  $-\text{COO}^-$  y el grupo  $-\text{SO}_3^-$ , respectivamente.

Este sulfometilsuccinato de alquil glicósido es la materia objeto de la presente invención.

De acuerdo con la presente invención, el término alquil glicósido significa el producto de reacción de monosacáridos y alcoholes grasos. Un alcohol graso es un monoalcohol primario lineal que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles. Un monosacárido puede ser una aldosa o una cetosa, por ejemplo, glucosa, fructosa, manosa, galactosa, talosa, gulosa, alosa, altrosa, idosa, arabinosa, xilosa, lixosa o ribosa. Las aldosas se usan preferentemente debido a su mejor reactividad. Entre las aldosas, la glucosa es particularmente adecuada ya que se puede obtener fácilmente y está disponible en cantidades industriales. Los alquil glicósidos producidos con glucosa son los alquil glucósidos. Los alquil glicósidos, dependiendo del proceso específico para prepararlos, pueden comprender restos oligosacárido. Por tanto, los términos alquil oligoglicósido, alquil poliglicósido, alquil oligosacárido y alquil polisacárido se usan para alquil glucósidos en los que el radical alquilo está unido a más de un resto glicosa, es decir, a un residuo poli- u oligosacárido. Estos nombres se consideran sinónimos entre sí. De acuerdo con esto, un alquil monoglicósido comprende un resto monosacárido. Puesto que generalmente se obtienen mezclas en la reacción de azúcares y alcoholes grasos catalizada con ácido, el nombre de alquil glicósido se usa en adelante tanto para alquil monoglicósidos como para alquil poli- u oligoglicósidos y, en particular, mezclas de los mismos. Los alquil glicósidos tienen la fórmula general  $\text{R}^1\text{-O-S}_n\text{-H}$ , en la que  $\text{R}^1$  es un resto alquilo derivado de un alcohol graso que está unido al resto mono- u oligosacárido. Se asume que este enlace es un enlace acetal, también es posible que este sea un enlace hemiacetal o un enlace éter. El grado de oligomerización del resto sacárido se denota como "n". Son comunes valores entre 1 y 5 (en promedio). El promedio es un promedio en número. El H en la fórmula es un H de un grupo OH- del resto sacárido. En el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención este H se sustituye con un resto sulfometilsuccinato que está unido por uno de sus dos grupos COOH- al resto sacárido. Se asume que este enlace es un enlace éster (es decir, el grupo OH- es un grupo OH- alcohólico), aunque también es posible que el grupo COOH- del resto sulfometilsuccinato esté unido a un grupo OH- del resto sacárido que procede de su funcionalidad aldehído o su funcionalidad cetona.

30 En cualquier caso, no hay grupos peroxo en el sulfometilsuccinato de alquil glicósido que tiene la fórmula (I):  $\text{R}^1\text{-OS}_n\text{-R}^2$ . Los alquil glicósidos que tienen la fórmula  $\text{R}^1\text{-O-S}_n\text{-H}$ , en la que H en esta fórmula es un H de un grupo OH- del resto sacárido, reaccionan con un ácido itacónico con eliminación de agua de modo que el grupo OH- junto con un grupo COOH- reaccionan con un grupo COO-. Esto significa que el átomo O- del grupo COO- en la fórmula (IIa) y (IIb) está unido a un átomo C- en el resto  $\text{S}_n$ .

35 En lugar de un alquil glicósido derivado de un alcohol graso, se puede usar un alquil glicósido derivado de otro monoalcohol que tenga una cadena alquílica suficientemente larga y, por tanto, lipófila para preparar un sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención.

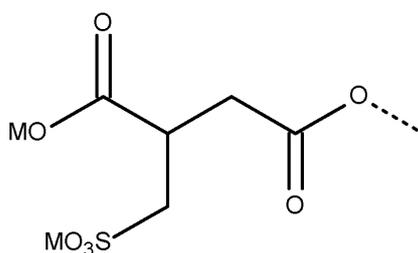
40 De acuerdo con la presente invención,  $\text{R}^1$  es un radical alquilo primario, secundario o terciario, saturado o insaturado, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 30 átomos de carbono. En una realización de la presente invención,  $\text{R}^1$  es un radical alquilo primario lineal que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles, es decir,  $\text{R}^1$  procede de un alcohol graso. En una realización más específica de la presente

5 invención, R<sup>1</sup> es un radical alquilo primario lineal que tiene de 8 a 18 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles. Más específicamente, R<sup>1</sup> es un radical alquilo primario lineal que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles. Más específicamente, R<sup>1</sup> es un radical alquilo primario lineal que tiene de 8 a 14 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles. Más específicamente, R<sup>1</sup> es un radical alquilo primario lineal saturado que tiene de 8 a 14 átomos de carbono.

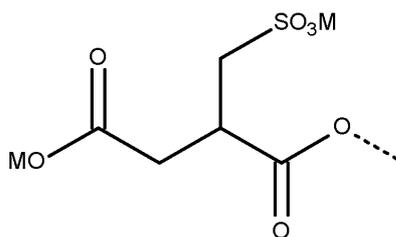
De acuerdo con la presente invención, S es un resto monosacárido. En una realización de la presente invención, S es un resto aldosa. En una realización más específica de la presente invención, S es un resto aldosa que tiene 6 átomos de carbono. En una realización más específica de la presente invención, S es un resto glucosa.

10 De acuerdo con la presente invención, n es de 1 a 5. En una realización de la presente invención, n es de 1 a 1,5.

De acuerdo con la presente invención, R<sup>2</sup> es un resto sulfometilsuccinato de acuerdo con la fórmula (IIa) o de acuerdo con la fórmula (IIb),



(IIa)



(IIb)

15 en las que M es H o cualquier catión. En una realización de la presente invención, M se selecciona entre el grupo que consiste en H, un catión de un metal alcalino, NH<sup>4+</sup> y mezclas de los mismos. En una realización más específica de la presente invención, M se selecciona entre el grupo que consiste en H, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NH<sup>4+</sup> y mezclas de los mismos.

20 Una realización de la invención es el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención, en el que R<sup>1</sup> es un radical alquilo primario lineal saturado que tiene de 8 a 14 átomos de carbono, S es un resto glucosa, n es de 1 a 1,5, y M se selecciona entre el grupo que consiste en H, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NH<sup>4+</sup> y mezclas de los mismos.

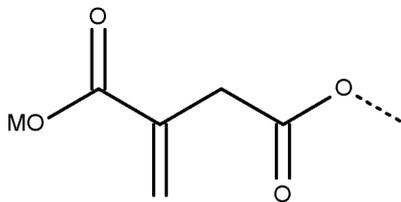
25 Otra materia objeto de la presente invención es un proceso para preparar el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención que comprende a) hacer reaccionar un alquil glicósido R<sup>1</sup>-O-S<sub>n</sub>-H, en el que R<sup>1</sup>, S y n tienen el significado definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, con ácido itacónico, opcionalmente en presencia de un catalizador, o con anhídrido de ácido itacónico, opcionalmente en presencia de un catalizador, a fin de obtener un itaconato de alquil glicósido, y b) hacer reaccionar el itaconato de alquil glicósido con un agente de sulfonación, preferentemente con una sal de sulfito o con ácido sulfuroso, más preferentemente con sulfito de sodio, a fin de obtener el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.

30 El catalizador que se puede usar en la etapa a) descrita en el párrafo anterior puede ser un catalizador que es adecuado para una esterificación. El catalizador que se puede usar incluye, por ejemplo, catalizadores ácidos tal como ácido alquil sulfónico y, en particular, ácido metanosulfónico, ácido sulfúrico o ácido fosfórico, o un catalizador basado en iones metálicos tal como óxido de zinc, acetato de zinc u oxalato de zinc.

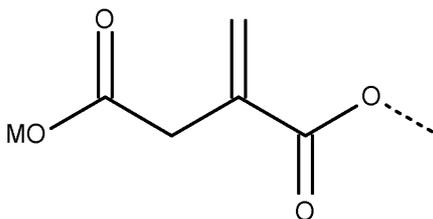
35 Otra materia objeto de la presente invención es un itaconato de alquil glicósido que se puede emplear como intermedio en el proceso para preparar el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención. Este itaconato de alquil glicósido es un itaconato de alquil glicósido que tiene la siguiente fórmula (I),



en la que  $R^1$ ,  $S$  y  $n$  tienen el significado definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, y  $R^3$  es un resto itaconato de acuerdo con la fórmula (IIIa) o de acuerdo con la fórmula (IIIb),



(IIIa)



(IIIb)

5

Otra materia objeto de la presente invención es una composición cosmética, preferentemente un champú o un gel de ducha, que comprende el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención (preferentemente en una cantidad de un 0,01 a un 30 % en peso, más preferentemente de un 0,5 a un 20 % en peso). En una realización más específica de la presente invención, esta composición cosmética es un champú o un gel de ducha, comprendiendo este champú o gel de ducha un tensioactivo aniónico diferente del sulfometilsuccinato de alquil glicósido (preferentemente en una cantidad de un 0,01 a un 30 % en peso), y comprendiendo preferentemente este champú o gel de ducha un tensioactivo no iónico (preferentemente en una cantidad de un 0,01 a un 30 % en peso).

10

Otra materia objeto de la presente invención es el uso del sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención para mejorar la estabilidad de la espuma de una composición cosmética, preferentemente de un champú o un gel de ducha, más preferentemente de un champú o un gel de ducha tal como se ha definido en los párrafos anteriores.

15

El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la presente invención se puede usar en cualquier tipo de formulación. Puesto que es suave para la piel, es particularmente interesante para formulaciones cosméticas o del cuidado del hogar. Se puede usar en formulaciones con formación moderada de espuma tales como champús o geles de ducha. En particular se pueden usar como tensioactivos primarios o cotensioactivos en formulaciones basadas, principalmente o exclusivamente, en productos basados en materias primas renovables.

20

El tensioactivo de acuerdo con la presente invención tiene buenas propiedades de formación de espuma. En particular, se ha descubierto que genera una espuma de calidad superior, es decir, una espuma con burbujas más pequeñas y una distribución del tamaño de las burbujas más fina que otros derivados aniónicos de alquil glucósidos, por ejemplo, sulfosuccinatos de alquil glicósidos. La espuma que presenta estas propiedades proporciona una sensación más agradable al usuario. Esta se pudo medir en paneles de ensayo. Además, se descubrió también que la espuma de soluciones del tensioactivo de acuerdo con la presente invención tiene una mejor estabilidad, lo que significa que requiere periodos más largos antes de que la estructura de la espuma se haga más gruesa y que el tamaño de las burbujas aumente en comparación con otros tensioactivos que se han ensayado. Esta propiedad puede ser ventajosa en aplicaciones en las que se requiere una espuma de mayor duración.

25

30

Otra ventaja de la presente invención es que el ácido itacónico se basa en materias primas renovables.

35

Otra ventaja de la presente invención es que se puede conseguir una mayor viscosidad en algunas formulaciones suaves que normalmente son difíciles de espesar (valores de viscosidad comparados con los de las mismas formulaciones que contienen sulfosuccinato de alquil glicósido). El propio ácido itacónico es conocido por tener actividad antimicrobiana. Por tanto, no parece improbable que el tensioactivo de la presente invención, o las formulaciones que contienen el tensioactivo de la presente invención, puedan tener actividad antimicrobiana también.

**Ejemplos**

En adelante “%” significa % en peso, a menos que se especifique de otro modo.

**Ejemplos: Síntesis****Ejemplo 1: Preparación de un sulfometilsuccinato de alquil glucósido usando ácido itacónico**

- 5 Se vertieron 495,0 g de alquil glucósido C<sub>12/14</sub> (Plantacare® 1200 UP: 50,8 % de materia activa, 600 mmol) en un matraz de tres bocas de 2 l, equipado con un agitador, un condensador de destilación y una conexión de nitrógeno. Tras ajustar el pH a un valor de 7,6 usando 8,2 g de HCl (solución al 37 %), se añadieron 50,4 g de un alcohol graso C<sub>12/14</sub> (Lorol® C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> Spezial, 260 mmol). La mezcla se agitó después en un flujo de N<sub>2</sub> y se calentó hasta 120 °C usando un baño de aceite. El agua contenida en la mezcla se destiló, primero a presión atmosférica y después aplicando cuidadosamente vacío (hasta 20 mbar (2 kPa)). Tras la eliminación completa del agua, se añadieron 134,2 g de ácido itacónico (1032 mmol, Aldrich, pureza > 99 %) y la reacción se continuó a vacío. El índice de acidez se controló cada hora hasta que alcanzó un valor entre 110 y 130 mg KOH/g. La mezcla se enfrió después hasta 85 °C y se extrajo una muestra de 100,0 g. A continuación se añadieron 467,4 g de una solución acuosa de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (86,7 g, 688 mmol de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) al resto de la mezcla, la cual se agitó después durante 4 h más. Por último, el exceso de sulfito se oxidó a sulfato usando una solución acuosa de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 35 %.

**Tabla 1:** Análisis del sulfometilsuccinato de alquil glucósido

	Contenido [%]	Método
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	< 0,05	Cromatografía iónica de alta resolución (HPIC)
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0,7	
Ácido sulfometilsuccínico	9,1	Cromatografía líquida de alta resolución (HPLC)
Alquil glucósido C <sub>12/14</sub>	8,2	Cromatografía de gases (GC)
Conversión del alquil glucósido	63,5	$\% \text{ conversión} = 100 - \left( \frac{\% \text{ alquil glucósido no reaccionado} \times 100}{\% \text{ alquil glucósido usado primariamente}} \right)$
Agua	48,5	Karl Fischer (ISO 4317)

**Ejemplo 2: Preparación de un sulfometilsuccinato de alquil glucósido usando anhídrido de ácido itacónico**

- 20 Se vertieron 247,5 g de alquil glucósido C<sub>12/14</sub> (Plantacare® 1200 UP: 50,8 % de materia activa, 300 mmol) en un matraz de tres bocas de 1 l, equipado con un agitador, un condensador de destilación y una conexión de nitrógeno. Tras ajustar el pH a un valor de 6,7 usando 4,1 g de HCl (solución acuosa al 37 %), se añadieron 50,4 g de alcohol graso C<sub>12/14</sub> (Lorol® C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> Spezial, 260 mmol). La mezcla se agitó después en un flujo de N<sub>2</sub> y se calentó hasta 120 °C usando un baño de aceite. El agua contenida en la mezcla se destiló, primero a presión atmosférica y después aplicando cuidadosamente vacío (hasta 20 mbar (2 kPa)). Tras la eliminación completa del agua, se añadieron 57,8 g de anhídrido de ácido itacónico (516 mmol, China Jiangsu Int'l Economic and Technical Cooperation Group, LTD, 98,8 %) y la reacción se continuó a vacío. El índice de acidez se controló cada hora hasta que alcanzó un valor entre 110 y 130 mg KOH/g. A continuación la mezcla se enfrió hasta 85 °C. Después se añadieron 317,0 g de una solución acuosa de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (67,0 g, 531 mmol de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) y la mezcla se agitó durante 4 h más. Por último, el exceso de sulfito se oxidó a sulfato usando una solución acuosa de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 35 %.

**Tabla 2:** Análisis del sulfometilsuccinato de alquil glucósido

	Contenido [%]	Método
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	< 0,05	Cromatografía iónica de alta resolución (HPIC)
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	2,2	
Ácido sulfometilsuccínico	11,3	Cromatografía líquida de alta resolución (HPLC)
Alquil glucósido C <sub>12/14</sub>	11,8	Cromatografía de gases (GC)

	Contenido [%]	Método
Conversión del alquil glucósido	50,7	$\% \text{ conversión} = 100 - \left( \frac{\% \text{ alquil glucósido no reaccionado} \times 100}{\% \text{ alquil glucósido usado primariamente}} \right)$
Agua	47,0	Karl Fischer (ISO 4317)

**Ejemplo 3: (Ejemplo comparativo) Preparación de sulfosuccinato de alquil glucósido usando anhídrido de ácido maleico (síntesis en las mismas condiciones que en el ejemplo 2).**

5 Se vertieron 247,5 g de alquil glucósido C<sub>12/14</sub> (Plantacare® 1200: 50,8 % de materia activa, 300 mmol) en un matraz de tres bocas de 1 l, equipado con un agitador, un condensador de destilación y una conexión de nitrógeno. Tras  
ajustar el pH a un valor de 6,7 usando 4,0 g de HCl (solución al 37 %), se añadieron 25,2 g de alcohol graso C<sub>12/14</sub>  
(Lorol® C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> Spezial, 130 mmol). La mezcla se agitó después en un flujo de N<sub>2</sub> y se calentó hasta 120 °C usando  
un baño de aceite. El agua contenida en la mezcla se destiló, primero a presión atmosférica y después aplicando  
vacío (hasta 20 mbar (2 kPa)). Tras la eliminación completa del agua, la mezcla se enfrió hasta aproximadamente  
90 °C y se añadieron 50,8 g de anhídrido de ácido maleico (516 mmol, Merck, pureza > 99 %). La reacción se  
10 continuó a 90 °C durante 2 h, tras lo cual la mezcla se enfrió hasta 85 °C. Después se añadieron 182,0 g de una  
solución acuosa de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (67,0 g, 531 mmol de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) y la mezcla se agitó durante 4 h más. Por último, el  
exceso de sulfito se oxidó a sulfato usando una solución acuosa de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 35 %.

**Tabla 3:** Análisis del sulfosuccinato de alquil glicósido

	Contenido [%]	Método
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	0,14	Cromatografía iónica de alta resolución (HPIC)
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0,24	
Ácido sulfosuccínico	3,0	Cromatografía líquida de alta resolución (HPLC)
Alquil glucósido C <sub>12/14</sub>	8,2	Cromatografía de gases (GC)
Conversión del alquil glucósido	66,2	$\% \text{ conversión} = 100 - \left( \frac{\% \text{ alquil glucósido no reaccionado} \times 100}{\% \text{ alquil glucósido usado primariamente}} \right)$
Agua	42,5	Karl Fischer (ISO 4317)

**Ejemplos: análisis de la espuma de las soluciones de los tensioactivos preparados**

15 Se preparó una solución madre de tensioactivo con un 12 % de sustancia activa y se diluyó al 0,26 %. Esta  
disolución simula las concentraciones de aplicación normales usadas en el cuidado personal. La solución diluida se  
espumó en agua dura (15 °dH, pH 5,5) durante 5 minutos a una velocidad de agitación de 1300 r.p.m. usando un  
dispositivo SITA Foam Tester R2000. La espuma producida se transfirió manualmente a la celda de medición de un  
dispositivo analizador de espuma mediante imágenes (*Foam Image Analyzer*) en el que se analizó la estructura de la  
20 espuma. El analizador de espuma mediante imágenes contiene una placa de Petri como celda de medición  
(diámetro de 90 mm y altura de 15 mm). Se colocó un prisma de vidrio en contacto con la espuma y se registraron  
imágenes de la espuma usando una cámara de video equipada con una lente de aumento. Se registraron las  
imágenes durante un periodo de 1 hora y después se evaluó la estabilidad de la espuma examinando el desarrollo  
de la estructura de la espuma en el tiempo. Tanto la producción de espuma como la estabilidad de la espuma se  
25 efectuaron a temperatura ambiente.

La Fig. 1 muestra los resultados. Esta muestra las imágenes del analizador de espuma de los diversos ensayos de  
soluciones con tensioactivos de derivados de alquil glucósido. Las dimensiones de las imágenes son 20 mm x  
10 mm. En la Fig. 1 se usan las siguientes abreviaturas:

- 30 A: Plantacare® 1200 UP (alquil glucósido)  
B: Plantapon® LGC Sorb (étercarboxilato de alquil glucósido)  
C: Eucarol® AGE-SS (sulfosuccinato de alquil glucósido)  
D: sulfometilsuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el Ejemplo de síntesis 1  
E: sulfometilsuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el Ejemplo de síntesis 2  
F: sulfosuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el Ejemplo de síntesis 3

2: 2 minutos  
30: 30 minutos  
60: 60 minutos

**Tabla 5:** Área media de las burbujas calculada usando las imágenes de la Fig. 1

	Área media /mm <sup>2</sup>		
	2 minutos	30 minutos	60 minutos
Plantacare® 1200 UP (alquil glucósido)	0,02	0,15	0,34
Plantapon® LGC Sorb (étercarboxilato de alquil glucósido)	0,01	0,14	0,33
Eucarol® AGE-SS (sulfosuccinato de alquil glucósido)	0,01	0,06	0,11
sulfometilsuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el Ejemplo de síntesis 1	0,01	0,03	0,05
sulfometilsuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el Ejemplo de síntesis 2	0,01	0,03	0,05
sulfometilsuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el Ejemplo de síntesis 3	0,02	0,14	0,33

5 **Ejemplos: Viscosidad de las formulaciones**

Normalmente las formulaciones cosméticas que contienen alquil glucósidos son difíciles de espesar hasta un nivel aceptable para la percepción del consumidor. Por tanto, los presentes autores comprobaron con un ejemplo característico las viscosidades comparativas obtenidas mediante espesamiento de la formulación de derivados aniónicos de alquil glucósidos con NaCl y un espesante sintético (Arlypon® TT). Las composiciones de las formulaciones se dan en la Tabla 6. Se pesaron los componentes individuales y se mezclaron conjuntamente en agua (todos los porcentajes dados son porcentajes en peso). Después de que las formulaciones dejaran de tener burbujas y de haberlas acondicionado a 30 °C, se determinó la viscosidad de las mismas usando un viscosímetro Brookfield II + D pro (Spindel S64, 60 r.p.m.).

15 **Tabla 6:** Viscosidad de las formulaciones que contienen tensioactivos de sulfosuccinato de alquil glucósido o sulfometilsuccinato de alquil glucósido

Ingrediente	Estructura/INCI	Contenido en la formulación [%]	
		Formulación A	Formulación B
Eucarol® AGE-SS	sulfosuccinato de alquil glucósido	8	0
sulfometilsuccinato de alquil glucósido	de acuerdo con el <b>Ejemplo de síntesis 1</b>	0	8
Dehyton® PK 45	Cocamidopropil betaína	3	3
Texapon® NSO	Lauril éter sulfato sódico	1	1
NaCl	-	3	3
Arlypon® TT	Alcohol graso etoxilado (espesante)	2	2
<b>Viscosidad eta [mPa.s]</b>		720	3569

**Ejemplos: Formulaciones**

**Gel de ducha**

Ingrediente	INCI	Contenido [% sustancia activa]		
		1	2	3
I Sulfopon 1216G	Coco sulfato de sodio	6,0	6,0	6,0
Plantapon LCG Sorb	Lauril glucosa carboxilato de sodio (γ) Glucósido de laurilo	3,7	-	-

Ingrediente	INCI	Contenido [% sustancia activa]			
		1	2	3	
	sulfometilsuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el <b>Ejemplo de síntesis 1</b>	-	3,7	-	
	sulfosuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el Ejemplo de síntesis 3	-	-	3,7	
	Lamesoft PO65	Coco glucósido (y) Oleato de glicerilo	3,0	3,0	3,0
II	Agua desionizada	Aqua	85,6	85,6	85,6
	Benzoato de sodio		0,5	0,5	0,5
	Fragancia		0,3	0,3	0,3
III	NaCl	Cloruro de sodio	0,1	0,1	0,1
IV	Ácido cítrico (solución al 50 %)	Ácido cítrico	0,8 (hasta pH 5,0)	0,8 (hasta pH 5,0)	0,8 (hasta pH 5,0)

#### Champú para niños

Ingrediente	INCI	Contenido [% sustancia activa]		
		4	5	6
Plantapon LCG Sorb	Lauril glucosa carboxilato de sodio (y) Glucósido de laurilo	5,4	-	-
sulfometilsuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el <b>Ejemplo de síntesis 1</b>		-	5,4	-
sulfosuccinato de alquil glucósido de acuerdo con el <b>Ejemplo de síntesis 3</b>		-	-	5,4
Dehyton PK45	Cocamidopropil betaína	5,2	5,2	5,2
Lamesoft PO65	Coco glucósido (y) Oleato de glicerilo	2,0	2,0	2,0
Plantasil Micro	Éter dicaprílico (y) Glucósido de decilo (y) Oleato de glicerilo	7,0	7,0	7,0
Destilado de salvia (Fytosan)	Hoja de <i>Salvia Officinalis</i>	10,0	10,0	10,0
Dissolvines GL 38 (Akzo)	Glutamato diacetato de tetrasodio	0,05	0,05	0,05
Fragancia		0,2	0,2	0,2
Geogard 221 (Lonza)	Ácido deshidroacético (y) alcohol bencílico	0,8	0,8	0,8
NaOH	Cloruro de sodio	0,1	0,1	0,1
Agua desionizada	Aqua	69,25	69,25	69,25

## ES 2 681 492 T3

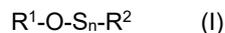
Las formulaciones se mezclaron con agua de grifo (20 g de formulación + 80 g de agua) en un vaso de precipitados de vidrio de 800 ml y se calentaron hasta 30 °C. Las formulaciones se espumaron mezclando 10 segundos a 2000 r.p.m. Se midió la altura de la espuma en el vaso de precipitados una vez que se detuvo la mezcla y se evaluó visualmente la calidad de la espuma desde 1 = alta calidad (espuma densa y estable con poros finos) hasta 4 = baja calidad de espuma (espuma seca con grandes poros, que se rompe fácilmente).

5

Número de formulación	Altura de la espuma [cm]	Calidad de la espuma
1	8,9	3
2	9,0	3
3	7,6	4
4	8,1	2
5	8,3	2
6	7,9	2

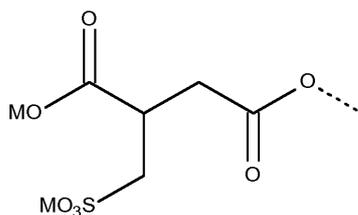
## REIVINDICACIONES

1. Un sulfometilsuccinato de alquil glicósido que tiene la siguiente fórmula (I),



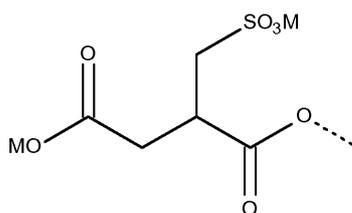
en la que

- 5  $R^1$  es un radical alquilo primario, secundario o terciario, saturado o insaturado, lineal o ramificado, que tiene de 6 a 30 átomos de carbono,  
 S es un resto monosacárido,  
 n es de 1 a 5, y  
 $R^2$  es un resto sulfometilsuccinato de acuerdo con la fórmula (IIa) o de acuerdo con la fórmula (IIb),



10

(IIa)



(IIb)

en la que

M es H o cualquier catión.

- 15 2. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que  $R^1$  es un radical alquilo primario lineal que tiene de 6 a 22 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles.
- 20 3. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que  $R^1$  es un radical alquilo primario lineal que tiene de 8 a 18 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles, preferentemente en el que  $R^1$  es un radical alquilo primario lineal que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles, preferentemente en el que  $R^1$  es un radical alquilo primario lineal que tiene de 8 a 14 átomos de carbono, que comprende opcionalmente hasta 3 enlaces dobles, más preferentemente en el que  $R^1$  es un radical alquilo primario lineal saturado que tiene de 8 a 14 átomos de carbono.
4. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que S es un resto aldosa.
- 25 5. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la reivindicación 4, en el que S es un resto aldosa que tiene 6 átomos de carbono.
6. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la reivindicación 4, en el que S es un resto glucosa.
7. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que n es de 1 a 1,5.
- 30 8. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que M se selecciona entre el grupo que consiste en H, un catión de un metal alcalino,  $NH^{4+}$  y mezclas de los mismos.
9. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la reivindicación 8, en el que M se selecciona entre el grupo que consiste en H,  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $NH^{4+}$  y mezclas de los mismos.

10. El sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R<sup>1</sup> es un radical alquilo primario lineal saturado que tiene de 8 a 14 átomos de carbono, S es un resto glucosa, n es de 1 a 1,5, y

5 M se selecciona entre el grupo que consiste en H, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NH<sup>4+</sup> y mezclas de los mismos.

11. Un proceso para preparar el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 que comprende

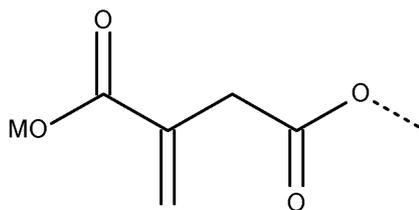
10 a) hacer reaccionar un alquil glicósido R<sup>1</sup>-O-S<sub>n</sub>-H, en el que R<sup>1</sup>, S y n tienen el significado definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, con ácido itacónico, opcionalmente en presencia de un catalizador, o con anhídrido de ácido itacónico, opcionalmente en presencia de un catalizador, a fin de obtener un itaconato de alquil glicósido, y

b) hacer reaccionar el itaconato de alquil glicósido con un agente de sulfonación, preferentemente con una sal de sulfito o con ácido sulfuroso, más preferentemente con sulfito de sodio, a fin de obtener el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.

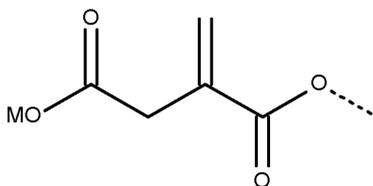
15 12. Un itaconato de alquil glicósido que tiene la siguiente fórmula (I),



en la que R<sup>1</sup>, S y n tienen el significado definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, y R<sup>3</sup> es un resto itaconato de acuerdo con la fórmula (IIIa) o de acuerdo con la fórmula (IIIb),



(IIIa)



(IIIb)

13. Una composición cosmética, preferentemente un champú o un gel de ducha, que comprende el sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, preferentemente en una cantidad de un 0,01 a un 30 % en peso, más preferentemente de un 0,5 a un 20 % en peso.

25 14. La composición cosmética de acuerdo con la reivindicación 13, siendo la composición cosmética un champú o un gel de ducha, comprendiendo este champú o gel de ducha un tensioactivo aniónico diferente del sulfometilsuccinato de alquil glicósido (preferentemente en una cantidad de un 0,01 a un 30 % en peso), y comprendiendo preferentemente este champú o gel de ducha un tensioactivo no iónico (preferentemente en una cantidad de un 0,01 a un 30 % en peso).

30 15. El uso del sulfometilsuccinato de alquil glicósido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, para mejorar la estabilidad de la espuma de una composición cosmética, preferentemente un champú o un gel de ducha, más preferentemente un champú o un gel de ducha tal como se ha definido en la reivindicación 14.

Fig. 1

