

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 713 073**

51 Int. Cl.:

C07C 69/26 (2006.01)

A61K 8/37 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.11.2012 PCT/GB2012/052918**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.06.2013 WO13093411**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.11.2012 E 12795602 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2019 EP 2794549**

54 Título: **Composiciones de éster de ácido graso para uso como emolientes**

30 Prioridad:

23.12.2011 GB 201122220

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

17.05.2019

73 Titular/es:

**CRODA INTERNATIONAL PLC (100.0%)
Cowick Hall Snaith
Goole, East Yorkshire DN14 9AA , GB**

72 Inventor/es:

**PEEVERS, REBECCA LOUISE;
LATUS, JOHN ROBIN y
TOWNEND, JONATHAN DAVID**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 713 073 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

Composiciones de éster de ácido graso para uso como emolientes

La presente invención se refiere a novedosos emolientes, específicamente novedosos emolientes para su uso en composiciones de cuidado personal. Los novedosos emolientes son emolientes que se pueden usar para replicar el efecto emoliente de los emolientes naturalmente derivados.

Muchos emolientes usados mucho en las composiciones de cuidado personal se derivan de materia vegetal y/o animal. Un ejemplo de dichos es el escualano. El escualano es un emoliente que se puede derivar de una diversidad de fuentes vegetales y animales. Con frecuencia se usa en las composiciones de cuidado personal ya que es un emoliente eficaz. El efecto del emoliente, así como el hecho de que el compuesto es estable, es decir, no propenso a oxidación, hace al escualano un ingrediente deseable para su uso como emoliente en las composiciones de cuidado personal incluyendo hidratantes, tratamientos de la piel seca, tratamientos de la piel grasa, cremas antienvjecimiento y tratamientos de eczema.

El escualano es una forma saturada del escualeno que se encuentra en la grasa humana producida en la glándula sebácea y excretada hasta la superficie de la piel desde los folículos pilosos, y la cual contribuye a la impermeabilización, inmunidad innata y elasticidad de la piel. Por lo tanto, el escualano es también un emoliente útil para su uso en los productos de cuidado personal para la piel sensible, debido a que la estructura del compuesto es tan parecida a la del escualeno de origen natural.

El suministro de escualano derivado de fuentes naturales, particularmente escualano vegetal, depende de la disponibilidad de la fuente natural. Esto pone un límite a la cantidad de escualano naturalmente derivado disponible para su uso. Mucho escualano naturalmente derivado se deriva de aceite de oliva. El suministro variable del aceite de oliva significa que el suministro de escualano naturalmente derivado para su uso en productos de cuidado personal es también variable, y no se puede contar con ello.

Como resultado de las cuestiones del suministro con escualano naturalmente derivado, los formuladores están recurriendo al uso de otros emolientes en los productos de cuidado personal. Sin embargo, otros emolientes no son tan estables como el escualano, y por tanto los productos carecen de la eficacia de los productos que contienen escualano.

Existe una necesidad de una alternativa al escualano naturalmente derivado que de tanto el mismo o un nivel mayor de estabilidad que el visto en las muestras de escualano naturalmente derivado.

Las composiciones sintéticamente derivadas que pretenden imitar los materiales de origen natural con frecuencia se basan en ácidos grasos ramificados, ya que con frecuencia estos son líquidos a temperatura ambiente y con los que es fácil trabajar, sin la desventaja de ser inestables. Los ácidos grasos ramificados comercialmente disponibles tales como el ácido isoesteárico, se obtienen como un subproducto de la dimerización catalítica o térmica de ácidos grasos de cadena lineal insaturados. El ácido isoesteárico se produce calentando ácido oleico en presencia de catalizador, generalmente arcilla, para producir ácidos dímeros, trímeros y de oligómero superior. Pero en lugar de polimerización, una parte del ácido oleico cambia de sitio para dar un ácido graso monomérico ramificado que se puede aislar por destilación e hidrogenar. Este ácido graso monomérico ramificado saturado es una mezcla de diversos ácidos saturados lineales y principalmente ramificados, tanto monoramificados como poliramificados, el cual se conoce como ácido isoesteárico.

El ácido isoesteárico presenta mejor estabilidad a la oxidación que el ácido oleico, y es un producto muy útil que se vende en un amplio rango de áreas de aplicación incluyendo las aplicaciones cosméticas.

El documento DE 10 2005 052173 describe la mezcla de éster de ácido graso para las preparaciones cosméticas y/o farmacéuticas de 2-etilhexanol y ácidos grasos, en donde la suma de los ésteres de ácido graso de 2-etilhexilo C12 y C14 es mayor que o igual al 85 %, basado en la suma total de los ésteres de ácido graso.

El documento WO 2005/023750 describe una composición de éster ramificado para las preparaciones de cuidado personal de un ácido carboxílico con una composición de alcohol ramificado que tiene de 8 a 36 átomos de carbono y un número promedio de ramificaciones por molécula de 0,7 a 3,0, comprendiendo dicha ramificación ramificaciones de metilo y etilo.

Hemos descubierto que los ácidos grasos monoramificados pueden tener ventajas significativas sobre los ácidos grasos poliramificados. La técnica anterior no se pronuncia con respecto a los ácidos grasos monoramificados y poliramificados, conteniendo las composiciones una alta concentración de ácidos grasos monoramificados y una baja concentración de ácidos grasos poliramificados, y su uso en la producción de emolientes.

Es un objetivo de la presente invención abordar al menos una de las desventajas asociadas con la técnica anterior.

Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un novedoso éster de ácido graso según la reivindicación 1.

Preferiblemente, R^2 tiene una longitud de la cadena de carbono más corta que la de R^1 . En otras palabras, la longitud de la cadena de carbono de R^1 es preferiblemente más larga que la longitud de la cadena de carbono de R^2 . Preferiblemente, R^2 tiene una longitud de la cadena de carbono que es al menos dos, preferiblemente al menos 4 y lo más preferiblemente al menos 6 átomos de carbono más corta que la de R^1 .

5 R^1 es una cadena de hidrocarburo ramificado saturado que tiene 13 a 23, más preferiblemente 15 a 21, especialmente 17 a 21 átomos de carbono.

10 Preferiblemente al menos el 65 %, más preferiblemente al menos el 70 %, especialmente al menos el 75 % en peso de las moléculas de fórmula I comprenden un grupo R^1 ramificado con mono alquilo. Preferiblemente menos del 20 %, preferiblemente menos del 15 %, más preferiblemente menos del 10 % y especialmente menos del 5 % en peso de las moléculas de fórmula I comprenden un grupo R^1 ramificado con poli alquilo. El grupo mono alquilo está preferiblemente colocado en la cadena de hidrocarburo R^1 lejos del grupo éster, más preferiblemente está colocado en el medio de la cadena de hidrocarburo R^1 . Por el término "medio" como se usa en la presente memoria, se quiere decir en una posición en la cadena de hidrocarburo aproximadamente a mitad de camino entre el grupo éster y el carbono terminal de la cadena de hidrocarburo.

15 La ramificación de mono alquilo es preferiblemente una ramificación de alquilo inferior. La ramificación de alquilo inferior puede ser ramificación de C_1 a C_6 , preferiblemente metilo, etilo, propilo o una mezcla de los mismos. Preferiblemente, la ramificación de monoalquilo es al menos 80 % de metilo, más preferiblemente al menos 90 % y especialmente al menos 95 % de ramificación de metilo.

20 Preferiblemente, el novedoso éster de ácido graso se produce a partir de la reacción de esterificación de un ácido monocarboxílico graso ramificado refinado y un alcohol, en donde R^1 en la fórmula I resulta del ácido graso ramificado refinado y R^2 en la fórmula I resulta del alcohol. Preferiblemente, el ácido monocarboxílico graso ramificado refinado tiene la fórmula general R^1COOH . Preferiblemente, el alcohol tiene la fórmula general R^2OH . Preferiblemente, el ácido graso ramificado refinado está refinado a partir de una fuente comercialmente disponible de ácido monocarboxílico graso ramificado.

25 El éster de ácido graso ramificado de fórmula I está completamente saturado. Ejemplos de ésteres de ácido graso primarios ramificados adecuados incluyen, pero no se limitan a, ésteres de isoestearato derivados de ácido isoesteárico altamente refinado, en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido isoesteárico son mono alquil ramificadas y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido isoesteárico son poli alquil ramificadas; los ésteres de isobehenato derivados del ácido isobehénico altamente refinado, en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido isobehénico son mono alquil ramificadas y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido isobehénico son poli alquil ramificadas.

30 Un éster de ácido graso, primario, ramificado especialmente preferido de fórmula I se deriva a partir de la reacción del ácido isoesteárico, en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido isoesteárico son mono alquil ramificadas y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido isoesteárico son poli alquil ramificadas, con un alcohol.

35 En el material de partida del ácido monocarboxílico ramificado refinado para el éster, preferiblemente al menos el 65 %, más preferiblemente al menos el 70 %, especialmente al menos el 75 % en peso de las moléculas de ácido monocarboxílico son mono alquil ramificadas. Preferiblemente, menos del 20 %, preferiblemente menos del 15 %, más preferiblemente menos del 10 % y especialmente menos del 5 % de las moléculas de ácido monocarboxílico son poli alquil ramificadas.

40 El grupo mono alquilo en el ácido carboxílico está preferiblemente colocado hacia el medio de la cadena de hidrocarburo. Para el ácido monocarboxílico ramificado, R^1COOH , R^1 tiene 13 a 23, más preferiblemente 15 a 21 y especialmente 17 a 21 átomos de carbono.

45 Las moléculas restantes en el ácido monocarboxílico ramificado refinado son preferiblemente ácidos lineales y/o especies de lactona. Preferiblemente, menos del 20 %, preferiblemente menos del 17 %, más preferiblemente menos del 12 % y especialmente menos del 10 % de las moléculas de ácido monocarboxílico son ácidos lineales. Preferiblemente, menos del 20 %, preferiblemente menos del 17 %, más preferiblemente menos del 12 % y especialmente menos del 10 % de las moléculas de ácido monocarboxílico son especies de lactona. Preferiblemente, el ácido monocarboxílico ramificado refinado comprende (i) más del 60 % en peso de ácidos grasos C_{10} - C_{26} monoramificados o ésteres alquílicos de los mismos, (ii) menos del 25 % en peso de ácidos grasos C_{10} - C_{26} poliramificados o ésteres alquílicos de los mismos, (iii) menos del 10 % en peso de ácidos grasos C_{10} - C_{26} lineales o ésteres alquílicos de los mismos, y (iv) menos del 10 % en peso de lactonas, todo basado en el peso total del ácido monocarboxílico ramificado. Más preferiblemente, el ácido monocarboxílico ramificado refinado comprende (i) más del 70 % en peso de ácidos grasos C_{10} - C_{26} monoramificados o ésteres alquílicos de los mismos, (ii) menos del 10 % en peso de ácidos grasos C_{10} - C_{26} poliramificados o ésteres alquílicos de los mismos, (iii) menos del 10 % en peso de ácidos grasos C_{10} - C_{26} lineales o ésteres alquílicos de los mismos, y (iv) menos del 10 % en peso de lactonas, todo basado en el peso total del ácido monocarboxílico ramificado.

El ácido graso ramificado saturado refinado, R¹COOH, se puede obtener refinando los correspondientes ácidos grasos ramificados saturados comerciales estándar, R³COOH, en donde R³ tiene 11 a 23 átomos de carbono, y generalmente el 40 % en peso de las moléculas de R³COOH son mono alquil ramificadas y el 31 % en peso de R³COOH son poli alquil ramificadas (basado en el análisis por GC). Los ácidos grasos ramificados saturados comerciales, R³COOH, preferiblemente se producen como un subproducto de la polimerización del correspondiente ácido graso insaturado de origen natural, R⁴COOH para producir ácido dímero/trímero. Calentando el ácido graso insaturado de origen natural, en donde R⁴ tiene 11 a 23 átomos de carbono, en presencia de ciertos catalizadores produce productos díméricos, triméricos y poliméricos superiores. En lugar de polimerización, una parte del ácido graso insaturado de origen natural cambia de sitio para dar un ácido graso monomérico ramificado que se puede aislar por destilación y, a continuación, hidrogenar. El producto de ácido graso monomérico ramificado saturado, R³COOH es una mezcla de diversos ácidos saturados lineales y principalmente ramificados, tanto mono- como poliramificados.

Una ruta adicional posible a R³COOH a partir de R⁴COOH usa un catalizador de zeolita, por ejemplo, Ferrierita, de pequeño diámetro de poro que restringe la formación de los productos díméricos, triméricos y poliméricos superiores en favor de la reacción de reorganización que conduce al ácido graso monomérico ramificado que se puede aislar por destilación y, a continuación, hidrogenar.

Otras rutas a los ácidos grasos ramificados saturados, R³COOH, incluyen hidroformilación del correspondiente alqueno seguido por oxidación del aldehído resultante. También, específicamente para cuando R³ es una cadena de hidrocarburo de 17 átomos de carbono, una ruta comercial es la dimerización del correspondiente alcohol C₉ a alcohol isoestearílico el cual, a continuación, se oxida al correspondiente ácido isoesteárico.

El R³COOH comercialmente obtenido se puede refinar en una diversidad de formas, por ejemplo, clatración, destilación, cristalización fraccional y cromatografía.

Un método preferido de refinado es un proceso de clatración con urea y un alcohol inferior. Este proceso de refinado por clatración se puede llevar a cabo de la siguiente manera. El ácido graso ramificado saturado no refinado comercial que tiene 12 a 24 átomos de carbono se disuelve en una mezcla de urea y un alcohol inferior y se somete a reflujo a 65 a 90 °C, especialmente 80 a 85 °C durante 1 a 2 horas. Este alcohol inferior preferiblemente tiene 1 a 4 átomos de carbono y ejemplos especialmente preferidos son metanol y etanol debido a la facilidad de su posterior separación de la mezcla de reacción. La relación en peso del ácido graso ramificado saturado no refinado comercial que tiene 12 a 24 átomos de carbono y urea puede ser de 7:1 a 1:7, preferiblemente 5:1 a 1:5 y más preferiblemente 2:1 a 1:2. La relación en peso de urea y alcohol inferior puede ser de 10:1 a 1:10, preferiblemente de 5:1 a 1:5 y especialmente de 1:1 a 1:2. La solución clara formada durante el reflujo se deja enfriar a temperatura ambiente o se refrigera hasta que se forman cristales de un clatrato de urea. El clatrato de urea se separa o bien por filtración o por centrifugación y el filtro se puede aislar, siempre que al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido sean mono alquil ramificadas, y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido sean poli alquil ramificadas.

Sin embargo, el filtrado se puede mezclar más con urea y el alcohol inferior y someterse a reflujo a 65 a 90 °C, especialmente 80 a 85 °C durante unas 1 a 2 horas adicionales en un segundo proceso de clatración. La relación en peso de urea y alcohol inferior para este segundo proceso de clatración puede ser de 3:1 a 1:8, preferiblemente de 2:1 a 1:5 y especialmente de 2:1 a 1:2. La solución clara formada durante el reflujo se deja enfriar a temperatura ambiente o se refrigera hasta que se forman cristales de un segundo clatrato de urea. Este segundo clatrato de urea se separa y se puede colocar en una solución salina y se calienta en una estufa hasta que se ha disuelto todo el segundo clatrato de urea. El ácido graso ramificado saturado refinado que tiene 12 a 24 átomos de carbono, en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido son mono alquil ramificadas y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido son poli alquil ramificadas, se separa de la solución salina y se puede aislar.

Alternativamente el segundo filtrado se puede mezclar con urea y el proceso de clatración se emprende por una tercera vez antes de que se obtenga el ácido graso ramificado saturado refinado que tiene 12 a 24 átomos de carbono, en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido son monoalquil ramificadas y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido son polialquil ramificadas.

Preferiblemente, cuando un proceso de clatración se usa para preparar el ácido graso monoramificado refinado, el proceso se emprende como un proceso de etapa única, es decir, el proceso se termina una vez que se produce el primer clatrato de urea.

El proceso de clatración también se puede emprender cuando la urea se reemplaza por tiourea.

Se pueden emplear métodos alternativos adicionales para obtener el ácido graso altamente monoramificado refinado.

El ácido graso ramificado saturado refinado, R¹COOH tiene R¹ que tiene 13 a 23 átomos de carbono, más preferiblemente 15 a 21 átomos de carbono y especialmente 17 a 21 átomos de carbono. Ejemplos incluyen ácido isoesteárico refinado y ácido isobehénico refinado.

R² es preferiblemente una cadena de hidrocarburo saturado que tiene 4 a 14, más preferiblemente 6 a 12, especialmente 8 a 10 átomos de carbono. R² es preferiblemente una cadena de hidrocarburo lineal.

5 El material de partida de alcohol para el éster es preferiblemente un alcohol lineal, preferiblemente un alcohol primario. El alcohol preferiblemente tiene una longitud de cadena de carbono de 4 a 14, más preferiblemente 6 a 12, especialmente 8 a 10 átomos de carbono. Ejemplos de alcoholes adecuados incluyen, pero no se limitan a, alcohol hexílico, alcohol octílico, alcohol decílico y alcohol dodecílico, preferiblemente, alcohol octílico o alcohol decílico.

El éster de ácido graso ramificado de fórmula I se ha encontrado que es para ser usado como emoliente, particularmente como una alternativa sintética a escualano, en las composiciones de cuidado personal.

10 Por lo tanto, según un segundo aspecto de la presente invención, se ha proporcionado un novedoso emoliente que comprende un éster según el primer aspecto.

Preferiblemente, el alcohol tiene una longitud de la cadena de carbono que es más corta que la del ácido carboxílico ramificado. Preferiblemente, el alcohol tiene una longitud de la cadena de carbono que es al menos dos, preferiblemente al menos 4 y lo más preferiblemente al menos 6 átomos de carbono más corta que la del ácido carboxílico ramificado.

15 Preferiblemente, el alcohol es un alcohol lineal. Preferiblemente, de C₆ a C₁₂, y lo más preferiblemente de C₈ a C₁₀.

20 Los emolientes de la presente invención son adecuados para su uso como emolientes en las composiciones de cuidado personal, particularmente en emulsiones de aceite en agua; emulsiones de agua en aceite; formulaciones anhidras incluyendo lápiz labial, sombras de ojos, aceites para bebé, aceites de masajes y similares; formulaciones basadas en gel y formulaciones de detergente; más particularmente en composiciones de emulsión de cuidado personal tales como emulsiones de aceite en agua. Las composiciones de emulsión de cuidado personal pueden tomar la forma de cremas, líquidos y leches convenientemente, y generalmente incluyen emolientes para proporcionar una buena sensación dérmica. Generalmente, los productos en emulsión de cuidado personal usan emolientes en cantidades de aproximadamente 1 a aproximadamente 40 % en peso, más preferiblemente 5 a 35 % y lo más preferiblemente 10 a 30 % en peso de la emulsión.

25 Los ésteres/emolientes de la invención también se pueden combinar con otros emolientes en emulsiones de aceite en agua. Algunos emolientes adicionales en la emulsión de la presente invención preferiblemente serán principalmente un aceite emoliente del tipo usado en los productos de cuidado personal o cosméticos. El emoliente puede y normalmente será un material oleaginoso que es líquido a temperatura ambiente. Alternativamente puede ser sólido a temperatura ambiente, en ese caso a grandes cantidades será normalmente un sólido ceroso, siempre que sea líquido a una temperatura elevada a la que se puede incluir y emulsionar en la composición. La producción de la composición preferiblemente usa temperaturas de hasta 100 °C, más preferiblemente aproximadamente 80 °C y, por lo tanto, tales emolientes sólidos tendrán preferiblemente temperaturas de fusión de menos de 100 °C, y más preferiblemente menos de 70 °C.

35 Aceites emolientes normalmente líquidos adecuados incluyen aceites no polares, por ejemplo, aceites minerales o de parafina, especialmente isoparafina, tales como el vendido por Croda como Arlamol (marca comercial) HD; o aceites de polaridad media, por ejemplo, aceites de éster vegetal tal como aceite de jojoba, aceites de glicérido vegetales, aceites de glicérido animales, tales como el vendido por Croda como Crodamol (marca comercial) GTCC (triglicérido caprílico/cáprico), aceites sintéticos, por ejemplo, aceites de éster sintético, tales como palmitato de isopropilo y los vendidos por Croda como Crodamol IPM y Crodamol DOA, aceites de éter, particularmente de dos restos alquilo por ejemplo C₈ a C₁₈ grasos, tales como el vendido por Cognis como Cetiol OE (éter dicaprílico), alcoholes de Guerbet tales como el vendido por Cognis como Eutanol G (octil dodecanol), aceites de silicona, tales como aceite de dimeticona tal como los vendidos por Dow Corning como DC200, aceite de ciclometicona, o siliconas que tienen cadenas laterales de polioxialquileo para mejorar su hidrofiliidad; o aceites altamente polares incluyendo los emolientes de alcoxilato, por ejemplo, propoxilatos de alcohol graso tales como el vendido por Croda como Arlamol PS15 (alcohol estearílico propoxilado).

45 Los materiales emolientes adecuados que pueden ser sólidos a temperatura ambiente pero líquidos a temperaturas generalmente usadas para producir las composiciones de esta invención incluyen cera de jojoba, sebo y cera/aceite de coco. En algunos casos los emolientes sólidos se pueden disolver completamente o parcialmente en emolientes líquidos o en combinación el punto de congelación de la mezcla puede ser adecuadamente bajo. Cuando la composición emoliente es un sólido (tal como alcoholes grasos) a temperatura ambiente, la dispersión resultante no puede ser técnicamente una emulsión (aunque en la mayoría de los casos la fase precisa de la fase dispersa oleaginoso no se puede determinar fácilmente) pero tales dispersiones se comportan como si fueran verdaderas emulsiones y la emulsión término se usa en la presente memoria para incluir tales composiciones.

55 Las formulaciones de uso final de tales composiciones incluyen, en el campo de los productos de cuidado personal, hidratantes, filtros solares, productos de después del sol, mantecas corporales, geles en crema, productos que contienen alto perfume, perfumes en crema, productos de cuidado de bebés incluyendo aceites de bebés, acondicionadores de pelo, formulaciones alisadoras de pelo, tónicos de la piel y productos blanqueadores de la piel, productos libres de agua, productos antitranspirantes y desodorantes, productos de bronceado, cremas limpiadoras,

5 emulsiones formadoras de espuma 2 en 1, emulsiones múltiples, productos libres de conservantes, productos libres de emulsionantes, formulaciones suaves, formulaciones exfoliantes, por ejemplo, que contienen esferas sólidas, silicona en formulaciones en agua, productos que contienen pigmento, emulsiones pulverizables, cosméticos de color, acondicionadores, productos de ducha, emulsiones formadoras de espuma, desmaquillantes, desmaquillantes de ojos, y toallitas.

Tales formulaciones incluyen formulaciones ecológicas, formulaciones naturales y formulaciones certificadas de origen natural.

10 Las composiciones de emulsión de cuidado personal que comprenden estos emolientes pueden incluir otros diversos ingredientes de cuidado personal. Por ejemplo, otros ingredientes adecuados incluyen uno o más ingredientes tales como agentes de limpieza, agentes de acondicionamiento capilar, agentes de acondicionamiento dérmico, agentes de peinado, agentes anticaspa, potenciadores del crecimiento capilar, perfumes, compuestos de filtro solar, pigmentos, hidratantes, formadores de película, humectantes, ácidos alfa-hidroxi, tintes capilares, agentes de maquillaje, detergentes, agentes espesantes, agentes antisépticos, desodorantes activos y tensioactivos.

15 Según un tercer aspecto de la presente invención, se ha proporcionado el uso del éster según el primer aspecto como emoliente.

Según un cuarto aspecto de la presente invención, se ha proporcionado el uso del éster según el primer aspecto como alternativa sintética a escualano.

Preferiblemente, el éster de ácido graso del tercer y/o cuarto aspecto de la invención se usa como emoliente y/o escualano sintético alternativo en una composición de cuidado personal.

20 Cualquiera de los rasgos anteriormente descritos de la invención se puede tomar en cualquier combinación, y/o con cualquier aspecto de la invención.

A continuación, se ilustrará la invención a más detalles, solamente a modo de ejemplo, en referencia a las tablas acompañantes, en los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo 1

25 Preparación del ácido isoesteárico, en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido tienen ramificaciones de monoalquilo y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido tienen ramificaciones de polialquilo por un proceso de clatración en dos fases.

30 El ácido isoesteárico comercial (500 g, Prisorine 3505 de Croda Europe Ltd.) y Urea prills (500 g) se sometieron a reflujo en metanol (2.500 ml) durante 2 horas. La solución se dejó enfriar y, a continuación, se colocó en una nevera (aproximadamente 4 °C) o se dejó enfriar a entre 20 a 25 °C durante la noche (aproximadamente 18 horas). Los cristales de urea que se formaron se separaron por filtración y se colocaron en un matraz cónico con solución salina. Esto se colocó en una estufa (80 °C) y se agitó ocasionalmente hasta que toda la urea se había disuelto. El material graso resultante se extrajo con pipeta de la parte superior de la solución salina y se marcó como U1.

35 Se añadieron Urea prills (500 g) al filtrado y se sometieron a reflujo de nuevo durante 2 horas antes de dejarse enfriar a temperatura ambiente o de dejarse en la nevera durante la noche. Los cristales de urea que se formaron se filtraron de nuevo y la urea se disolvió como antes. El material graso resultante se marcó como U2.

El metanol se separó del filtrado y el lodo resultante se lavó con solución salina caliente para separar la urea restante. El material graso resultante se marcó como Filtrado. Todas las tres fracciones se secaron usando o bien sulfato sódico o magnésico.

40 La Tabla 1 de a continuación ilustra los pesos brutos y los rendimientos (en peso) para cada una de las fracciones.

Tabla 1

Fracción	Peso en g	% de Rendimiento
U1	120	24
U2	88	18
Filtrado	272	54
Pérdidas	20	4

La Tabla 2 de a continuación muestra el porcentaje de cada uno de los componentes principales del ácido isoesteárico comercial estándar en cada fracción determinado por análisis por cromatografía de gases (GC, del inglés "Gas Chromatographic").

Tabla 2

Fracción	Áreas de GC aproximadas (%)		
	Palmítico	Mono alquil ramificado	Poli alquil ramificado
U1	24	51	2
U2	1	86	4
Filtrado	2	5	65+
Ácido isoesteárico comercial (comparativo)	7	40	31

5

Con el porcentaje para el material poli alquil ramificado está poco claro exactamente cuánto es el material poli alquil ramificado y cuánto de él es otra especie. El porcentaje citado es para el material que es definitivamente material poli alquil ramificado.

10

U2 es el ácido monocarboxílico saturado ramificado refinado de la invención en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido tienen ramificaciones de monoalquilo y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido tienen ramificaciones de polialquilo.

Ejemplo 2

15

Preparación del ácido isoesteárico, en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de ácido tienen ramificaciones de monoalquilo y menos del 25 % en peso de las moléculas de ácido tienen ramificaciones de polialquilo por un proceso de clatración en una fase.

20

Se colocaron el ácido isoesteárico comercial (Prisorine 3505 de Croda Europe Ltd. (300 g)), Urea prills (500 g) y IMS/agua (95/5 p/p; 769 g) en un matraz equipado con manto, bucle de retroalimentación de temperatura MC810, agitador y condensador enfriado de agua verticalmente configurado. La mezcla se sometió a reflujo durante 1 hora, a continuación, se dejó cristalizar completamente, antes de filtrar (Whatman 54, vacío). La torta, retenida en el embudo filtro, se lavó con 200 cm³ de IMS y se dejó drenar. La torta lavada se transfirió a un embudo de separación y se lavó con solución salina acuosa al 2 % a 80 °C, se drenó de la capa acuosa después de que se hubiera separado. El lavado se repitió, a continuación, la capa orgánica se secó sobre sulfato sódico anhidro y se filtró (Whatman 54, vacío). El ácido monometil isoesteárico resultante se pesó y analizó por GC.

25

Para el balance de masa y los propósitos analíticos el etanol se separó del filtrado y el filtrado de clatración se lavó dos veces con solución salina al 2 % (80 °C) y se secó sobre sulfato sódico anhidro. El ácido isoesteárico poliramificado resultante se pesó y se analizó por GC.

Rendimientos aproximados:

Fracción de monometilo: 34,7 % en peso

Fracción poliramificada: 65,3 % en peso

30

La Tabla 3 de a continuación muestra el porcentaje de cada uno de los componentes principales del ácido isoesteárico comercial estándar en cada fracción determinado por análisis por cromatografía de masas (GC).

Tabla 3

Ácido graso/tipo de ácido graso	% en peso (por análisis por GC)	
	Fracción monoramificada	Fracción poliramificada
C14:0 Mirístico	0,5	Cero
C16:0 Palmítico	8,5	Cero
C18:0 Esteárico	1,9	Cero
C18:0 monometilo	74,4	18,1

ES 2 713 073 T3

C18:0 poliramificado	6,6	69,1
Lactonas/otros	8,1	12,8
Total	100,0	100,0

Ejemplo 3

Preparación del éster decílico de la fracción monoramificada del Ejemplo 2

5 La fracción de clatración del ácido isoesteárico monoramificado obtenida del anterior Ejemplo 2, alcohol n-decílico (20 a 100 % de exceso molar) y carbono activado (0,3 % en peso de tamaño de carga) se cargaron a un recipiente de reacción de 500 cm³ equipado con bucle de retroalimentación de temperatura, purga del espacio frontal de nitrógeno, separador binario Dean+Stark, columna de fraccionamiento Vigreux (alrededor de 20,32 cm (8") de profundidad de empaquetado) y condensador dispuesto para volver el reflujo a la columna.

10 La mezcla de reacción se calentó paulatinamente hasta 225 °C bajo purga de nitrógeno para reducir el valor del ácido y, a continuación, se aplicó vacío, funcionando gradualmente hasta el máximo disponible para eliminar el exceso de alcohol no reaccionado. El vacío se rompió con nitrógeno y el producto crudo se filtró.

Las propiedades del producto de reacción se registran en la Tabla 4 de a continuación.

Tabla 4

Parámetro/unidades (método)	Isoestearato de decilo
Valor del ácido/mg de KOH/g (CUFA3)	0,1
Valor del hidroxilo/mg de KOH/g (G1201)	Cero
Apariencia	aceite blanco casi agua
Olor	Leve
Punto de turbidez/°C (CUFA2)	9 °C

15 Ejemplo 4

Análisis de los atributos de sensación dérmica de los emolientes

20 Se ensayaron los atributos de sensación dérmica de los emolientes detallados en la Tabla 5 en el momento de frotar, t=0 (sensación inmediata después de su uso) y t=20 minutos sensación 20 minutos después de su uso. Los ensayos se realizaron por Sensory Spectrum Inc. sobre las muestras de emoliente preparadas por Croda International plc.

Tabla 5

Nombre del emoliente	Composición del emoliente
E1	Éster del Ejemplo 3
E2	70 % de E1; 30% de isoestearato de isoestearilo comercialmente disponible
Comp	Escualano

Los ensayos se llevaron a cabo sobre once voluntarios, cada uno entrenado en el método de análisis descriptivo de la sensación dérmica. El método se repitió para cada emoliente.

25 Se usó un marcador de piel para realizar un círculo de 5,08 cm (2") de diámetro sobre la superficie interior del antebrazo. Usando una pipeta automática, se administró 0,05 cc de emoliente sobre la piel en el centro del círculo. El emoliente se dispersó dentro del círculo usando el índice del dedo corazón en un movimiento circular suave en una tasa de golpe, o frote, de dos golpes por segundo.

A continuación, se realiza un análisis inicial de frotamiento como sigue.

Después de tres frotos, se midió la humedad (cantidad de agua percibida mientras se extiende – de ninguna a alta cantidad) y capacidad de extenderse (facilidad de movimiento del producto sobre la piel – de difícil/resistencia a fácil/deslizar) de cada uno de los emolientes.

5 Después de 12 frotos, se midió el espesor (cantidad de producto sentido entre la yema del dedo y la piel – de fino/casi ningún producto a espeso/mucho producto) de cada uno de los emolientes.

Después de 15 a 20 frotos, se midió la percepción de la cantidad de aceite, cera y grasa en el producto (de ninguna a extrema) para cada emoliente.

10 Finalmente, en hasta un máximo de 120 frotos, se midió la absorbencia. Esto era el número de frotos en los que el producto perdía una sensación de mojado, húmedo y se percibía una resistencia a continuar frotando.

A continuación, se emprendió un análisis de la sensación después de su uso. Se evaluó visualmente el brillo del producto en el antebrazo, es decir, la cantidad de luz reflejada de la superficie de la piel. Se midió la adherencia del producto golpeando suavemente un dedo limpio sobre el sitio de aplicación para determinar el grado al que el dedo se adhería a cualquier producto residual sobre la piel.

15 A continuación, se golpeó suavemente un dedo limpio a través de la piel una o dos veces para evaluar la capacidad de deslizamiento (facilidad de movimiento del dedo a través de la piel), espesor del residuo (cantidad de residuo de producto sentido entre el dedo y la piel) y el tipo de residuo (oleaginoso, ceroso, graso, de silicona, etc. y el % de residuo total).

20 El análisis de la sensación después de su uso se llevó a cabo inmediatamente después de los ensayos iniciales de frotamiento y de nuevo después de 20 minutos. Los resultados se muestran en la Tabla 6 de a continuación.

Los resultados se dan en unidades arbitrarias a menos que se indique lo contrario.

25 Los resultados muestran una buena correlación entre los emolientes E1 y E2 con el Comp. Por lo tanto, se puede ver que E1 y E2 ambos proporcionan una alternativa eficaz al escualano naturalmente derivado. Esto se puede ver claramente en la medición importante de la cantidad de residuo a 20 minutos después de la aplicación de cada producto. Esta medición corresponde directamente a la absorbencia del producto, y muestra que E1 y E2 ambos proporcionan resultados de absorbencia análogos al escualano naturalmente derivado.

Por lo tanto, se puede concluir que los ésteres de la presente invención proporcionan un novedoso emoliente que es fácilmente sustituible para el escualano naturalmente derivado teniendo atributos análogos al emoliente de escualano ensayado.

30

Tabla 6

Atributo descriptivo	E1	E2	Comp
Frotamiento			
Capacidad de extenderse	96,3	96,3	94,9
Espesor	7,5	7,6	8,7
Aceite	97	96	97,4
Cera	0	0,2	0,1
Grasa	1,5	1,5	1
Absorbencia	117,9	117,1	116,1
Sensación inmediata después de su uso			
Brillo	91,2	96,3	95,6
Espesor del residuo	11,4	12,2	13,7
Cantidad del residuo	75,1	79,6	80,5
% de aceite	79,3	79,3	76,5
% de cera	0	0,5	1,5

% de grasa	5,3	4,3	7
% de silicona	15,5	16	15
Sensación 20 minutos después de su uso			
Brillo	23,7	25,8	27,5
Espesor del residuo	6,1	6,2	7
Cantidad del residuo	22,9	29,3	25
% de aceite	30,8	46,3	41,5
% de cera	21,5	13,3	15
% de grasa	5,3	9,3	16,3
% de silicona	42,5	31,3	27,3

Ejemplo 5

Análisis de los atributos de sensación dérmica de las emulsiones

5 Se repitieron los ensayos del Ejemplo 4 usando las emulsiones que se formularon usando los emolientes descritos en los ejemplos anteriores.

Las emulsiones ensayadas se formularon de acuerdo con lo siguiente.

Fase A	% en peso
Agua	89,00
Versaflex™V-150	1,00
(Steareth-100, Steareth-2, Goma de Manano y Goma Xantana	
Fase B	% en peso
Emoliente ensayado*	10,00

Procedimiento:

10 Los ingredientes de la fase A se combinaron y se dejaron mezclar con agitación con hélice hasta completamente hidratado. A continuación, la fase A se homogenizó, y la fase B se añadió lentamente bajo homogenización. Después de la homogenización, la emulsión se agitó lentamente durante varios minutos para producir la emulsión resultante.

En la emulsión 1, el emoliente ensayado era E2 del Ejemplo 4. En la emulsión A (comparativa) el emoliente ensayado era el Comp del Ejemplo 4.

15 Los resultados del análisis llevado a cabo sobre los atributos de sensación dérmica de las emulsiones inmediatamente después de los ensayos iniciales de frotamiento y de nuevo después de 20 minutos se dan a continuación en la Tabla 7.

20 De nuevo, los resultados del ensayo sobre las emulsiones muestran que el emoliente E2 proporciona una alternativa eficaz al escualano naturalmente derivado en formulación, así como solo. Esto se puede ver claramente en la medición importante de la cantidad de residuo a 20 minutos después de la aplicación de cada emulsión. Esta medición corresponde directamente a la absorbancia de los emolientes después de la evaporación del agua, y muestra que el emoliente E2 proporciona una absorbancia análoga a la del escualano naturalmente derivado.

25 Por lo tanto, se puede concluir que los ésteres de la presente invención proporcionan novedosos emolientes que se pueden formular fácilmente en composiciones de cuidado personal y son sustituibles para el escualano naturalmente derivado en composiciones de cuidado personal para proporcionar una composición que tendrá atributos análogos a las composiciones originales que contienen escualano.

Tabla 7

Atributo descriptivo	Emulsión 1	Emulsión A (comparativa)
Frotamiento		
Capacidad de extenderse	82,9	83,5
Espesor	9,6	9,6
Aceite	22,6	24,5
Cera	3,1	2,8
Grasa	18,7	19,2
Absorbencia	70,2	70,9
Sensación inmediata después de su uso		
Brillo	23,9	25,1
Espesor del residuo	9,8	10,2
Cantidad del residuo	14,0	14,6
% de aceite	14,8	9,0
% de cera	55,7	60,0
% de grasa	13,8	18,3
% de silicona	15,7	12,6
Sensación 20 minutos después de su uso		
Brillo	11,5	11,5
Espesor del residuo	3,7	4,0
Cantidad del residuo	5,9	5,8
% de aceite	4,0	4,3
% de cera	68,5	68,5
% de grasa	4,5	5,8
% de silicona	23,0	21,5

Las anteriores declaraciones son aplicables a menos que se indique expresamente lo contrario. La memoria término, para estos propósitos, incluye la descripción y cualquiera de las reivindicaciones, resumen y dibujos acompañantes.

REIVINDICACIONES

1. Un éster de ácido graso completamente saturado que tiene la fórmula general I:



en donde R^1 está presente en el éster como una mezcla de moléculas de diferentes isómeros.

5 en donde R^1 es una cadena de hidrocarburo ramificado saturado que tiene 13 a 23 átomos de carbono,

en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de fórmula I comprenden un grupo R^1 ramificado con mono alquilo y menos del 25 % en peso de las moléculas de fórmula I comprenden un grupo R^1 ramificado con poli alquilo, y R^2 es una cadena de hidrocarburo saturado que comprende 4 a 14 átomos de carbono.

10 2. El éster de ácido graso según la reivindicación 1, en donde la longitud de la cadena de carbono de R^1 es más larga que la longitud de la cadena de carbono de R^2 .

3. El éster de ácido graso según cualquier reivindicación precedente, en donde la ramificación de mono alquilo es ramificación de alquilo C_1 a C_6 .

4. El éster de ácido graso según cualquier reivindicación precedente, en donde R^2 es una cadena de hidrocarburo lineal.

15 5. Un emoliente que comprende un éster según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.

6. El uso de un éster de ácido graso ramificado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 como emoliente.

7. El uso de un éster de ácido graso ramificado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 como alternativa sintética al escualano.

20 8. Un método para la preparación de un éster de ácido graso completamente saturado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que comprende la esterificación de:

a) un ácido graso ramificado saturado refinado de fórmula R^1COOH , en donde R^1 es una cadena de hidrocarburo ramificado saturado que tiene 13 a 23 átomos de carbono, y en donde al menos el 60 % en peso de las moléculas de R^1COOH comprenden un grupo R^1 mono alquil ramificado y menos del 25 % en peso de las moléculas de R^1COOH comprenden un grupo R^1 poli alquil ramificado, y

25 b) un alcohol de fórmula R^2OH en donde R^2 es una cadena de hidrocarburo saturado que comprende 4 a 14 átomos de carbono.

30 9. Un método según la reivindicación 8, que comprende una etapa anterior de refinado de un ácido graso ramificado saturado comercialmente disponible de fórmula R^3COOH en donde R^3 es una cadena de hidrocarburo ramificado saturado que comprende 11 a 23 átomos de carbono para preparar dicha mezcla de ácido graso ramificado saturado refinado de fórmula R^1COOH .

10. El método según la reivindicación 8 o 9, en donde el 40 % en peso de las moléculas de R^3COOH son mono alquil ramificadas y el 31 % en peso de las moléculas de R^3COOH son poli alquil ramificadas, basado en el análisis por cromatografía de gases.

35 11. El método según la reivindicación 9 o 10, en donde el ácido graso ramificado saturado comercialmente disponible de fórmula R^3COOH es ácido isoesteárico o ácido isobehénico.

12. El método según cualquier reivindicación 8 a 11, en donde el alcohol es un alcohol primario.