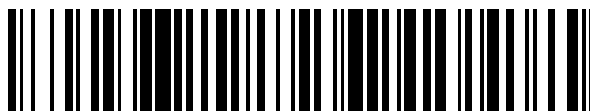


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 741 583**

51 Int. Cl.:

A61K 8/49 (2006.01)

A61Q 5/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.03.2016** **PCT/EP2016/055650**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2016** **WO16150786**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.03.2016** **E 16713758 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2019** **EP 3273936**

54 Título: **Concentrados nacarados en medios tensioactivos acuosos**

30 Prioridad:

26.03.2015 EP 15161017

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

11.02.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

NIEENDICK, CLAUS;
OHLMANN, DOMINIK y
VAN DEN WITTENBOER, ANNE

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 741 583 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

Concentrados nacarados en medios tensioactivos acuosos

Campo de la invención

5 La invención se encuentra en el campo de agentes tensioactivos, acuosos, con efecto de brillo nacarado y se refiere al uso de ésteres especiales del THF-glicol en calidad de cera de brillo nacarado, así como concentrados de brillo nacarado que contienen ésteres del THF-glicol, como también principalmente a productos cosméticos que contienen la cera de brillo nacarado o los ésteres del THF-glicol.

Estado de la técnica

10 El brillo suavemente fulgurante de las perlas ha ejercido en las personas una fascinación particular desde ya hace miles de años. Por lo tanto, no es extraño que los fabricantes de preparaciones cosméticas intenten impartir a sus productos un aspecto atractivo, valioso y de mucha estimación. El primer brillo nacarado empleado desde la edad media en la cosmetología fue una pasta nacarada hecha de escamas naturales de pescado. Para los cosméticos modernos, por el contrario, son importantes las ceras de brillo nacarado, principalmente del tipo de ésteres de ácidos glicol mono- y digrasos que se emplean de manera predominante para la generación de brillo nacarado en champús y geles para la ducha

15 El estado de la técnica conoce un gran número de formulaciones que imparten brillo nacarado a los agentes de limpieza tensioactivos. Así, por ejemplo, según las enseñanzas de la patente europea EP-B1 0 569 843 (Hoechst), se pueden obtener dispersiones nacaradas no iónicas y fluidas preparando mezclas de 5 a 30% en peso de poliglicoles acilados y de 0,1 a 20% en peso de productos no iónicos seleccionados. Por la solicitud de patente europea EP-A2 0 581 193 (Hoechst) se conocen también dispersiones nacaradas libres de conservantes, fluidas, que comprenden éteres de poliglicol acilados, betaínas, tensioactivos aniónicos y glicerina.

20 A pesar del gran número de productos, existe una necesidad constante en el mercado de nuevas ceras nacaradas, en particular ceras nacaradas que en la medida de lo posible no tengan unidades de óxido de etileno y/u óxido de propileno, ya que estas pueden usarse ampliamente, tanto en productos de limpieza clásicos como en los llamados "verdes" con tensioactivos sin unidades de óxido de etileno. Sin embargo, se espera que las nuevas ceras nacaradas tengan un espectro de rendimiento comparable con respecto al brillo nacarado, especialmente al grado de blancura y resplandor brillante, como los estearatos de polietilenglicol ampliamente utilizados. Además, las ceras nacaradas también deben presentar una compatibilidad suficiente con los otros ingredientes sensibles o críticos, como las siliconas, para que no se vea afectada la estabilidad de los productos de limpieza. Además, se espera que los

25 productos perlados puedan incorporarse fácilmente a la formulación cosmética; es decir, sin grandes gastos técnicos y energéticos. Esto debe efectuarse de la manera más sencilla posible agitando a temperatura ambiente, sin que la formulación cosmética se caliente de manera intensa en términos de tiempo y costes. Adicionalmente, muchos fabricantes de productos cosméticos necesitan ceras nacaradas que puedan formularse como un concentrado para evitar costes de transporte y almacenamiento innecesarios. Estos concentrados también deben ser fluidos para

30 garantizar una productibilidad fácil de la formulación cosmética.

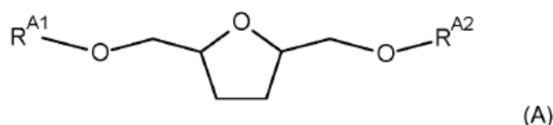
35 Además, en el contexto de la sostenibilidad se desean compuestos que sean ecológicamente sostenibles y suficientemente biodegradables.

El objetivo de la presente invención ha consistido, por lo tanto, en proporcionar nuevas ceras nacaradas que cumplan con el perfil de requisitos complejos descrito.

40 El objetivo pudo lograrse por medio de ésteres seleccionados del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano (= THF-glicol).

2,5-Di(hidroximetil)tetrahidrofurano (IUPAC: [5-(hidroximetil)oxolan-2-il]metanol, en lo sucesivo también denominado THF-glicol) se encuentra disponible en el comercio y se usa, por ejemplo, para la preparación de plastificantes, resinas poliméricas y como disolvente.

Mono- y diésteres (A) del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano



monoéster: $R^{A1} = \text{acilo}$, $R^{A2} = \text{H}$, diéster: $R^{A1} = \text{acilo}$, $R^{A2} = \text{acilo}$

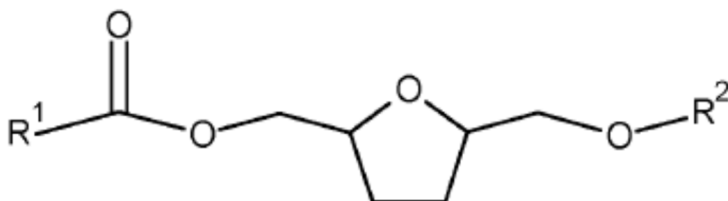
son conocidos por Jung et al. en Heterocycles 1993, 35, 273-280, donde el diol reacciona con ácido de Mosher (ácido α -metoxi α -trifluorometilfenilacético) en presencia de diciclohexilcarbodiimida y 4-dimetilaminopiridina.

Por la publicación de la patente estadounidense US 3014927 se sabe que monoésteres de 2,5-tetrahidrofurandimetanol son accesibles por reacción del 5-hidroximetilfurfural con anhídrido ácido o cloruro ácido en presencia de un catalizador como piridina e hidrogenación subsiguiente.

- 5 En la solicitud de patente europea aún no publicada EP14187932.0 del 07.10.2014 de la solicitante se describe la preparación química y enzimática de mono- y diésteres de cadena corta y larga de THF-glicol y su idoneidad como tensioactivo y como solubilizante en productos cosméticos.

Resumen de la invención

Es objeto de la presente solicitud el uso de ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I),



(I)

- 10 en la cual

R^2 representa $C(=O)R^1$ y donde R^1 y R^1 independientemente entre sí representan un residuo alquilo de C13-C25, que opcionalmente está sustituido con un grupo hidroxilo

o

- 15 R^2 representa hidrógeno y R^1 representa un residuo alquilo de C13-C25 que, dado el caso, está sustituido con un grupo hidroxilo, o mezclas de ésteres de este tipo

En calidad de cera nacarada en preparaciones tensioactivas, acuosas.

Otro objeto de la presente invención se refiere a concentrados nacarados para preparaciones tensioactivas, acuosas que contienen

- 20 (a) 7,5 a 35 % en peso de ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I) según la reivindicación 1

(b) 0,1 a 60 % en peso de tensioactivos aniónicos, no iónicos, catiónicos, anfóteros o zwitteriónicos o sus combinaciones

(c) 0 - 40 % en peso de polioles

(d) hasta 100 % en peso de agua.

- 25 Otros objetos de la presente invención se refieren a un procedimiento para la preparación de concentrados nacarados, en el cual se calientan los ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I) según la reivindicación 1, así como los tensioactivos (b) y, dado el caso, los polioles (c) y hasta 100 % en peso de agua revolviendo a temperaturas que se encuentran de 5 a 20 °C por encima del punto de fusión del éster de la fórmula (I), se revuelven y, a continuación, la mezcla se enfría revolviendo constantemente hasta aproximadamente la
- 30 temperatura ambiente (20 a 23 °C) o donde a una pasta acuosa de los tensioactivos se incorporan revolviendo (b) los ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I), se calienta a temperaturas que se encuentran de 5 a 20 °C por encima del punto de fusión del éster, se revuelve y, a continuación, se ajusta la concentración deseada con más agua y, dado el caso, polioles.

- 35 Otros objetos de la invención son el uso de concentrados nacarados para la preparación de preparaciones acuosas, tensioactivas con efecto nacarado y preparaciones acuosas, tensioactivas con efecto nacarado, que contienen 0,2 a 10% en peso de concentrado nacarado. Finalmente, la invención también se refiere a preparaciones tensioactivas, acuosas que contienen 0,015 a 3,5% en peso de ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I).

Los mono- y diésteres usados del THF-glicol como cera nacarada muestran de modo ventajoso:

- 40 - un efecto nacarado pronunciado que es comparable con el mejor valor estándar
- buenos valores en el brillo

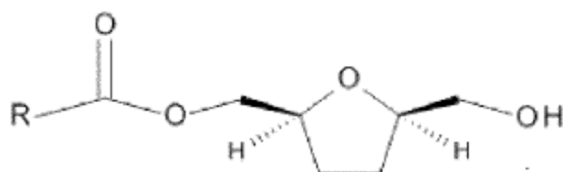
- muy buen grado de blancura
- fácil transferencia a concentrados, que también son fluidos.
- aptos para formularse en forma de concentrados estables,
- las ceras nacaradas se pueden incorporar fácilmente como concentrados en preparaciones tensioactivas, cosméticas.
- los productos cosméticos resultantes son estables durante el almacenamiento.

Descripción de la presente invención

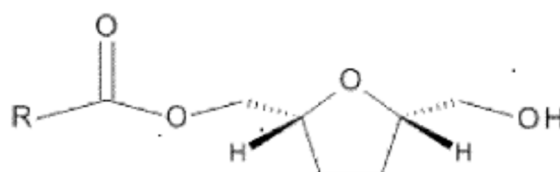
Mientras no se indique algo diferente en lo sucesivo, los términos éster del "2,5-di(hidroximetil)tetrahydrofurano", éster de "tetrahydrofuranglicol" también se denominan de modo abreviado éster de "THF-glicol" o "éster del THF-glicol".

- 10 En el contexto de la invención, estos términos también comprenden mezclas de cis / trans de cualquier composición, así como los isómeros de configuración puros. Los términos mencionados anteriormente designan además todos los enantiómeros en forma pura, así como mezclas racémicas y ópticamente activas de los enantiómeros de estos compuestos.

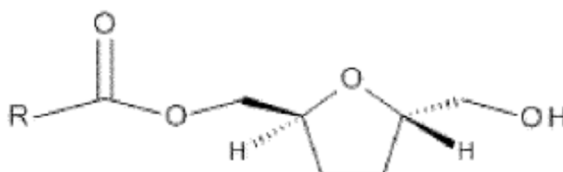
A modo de ilustración solamente, los isómeros de un monoéster de THF glicol se representan a continuación:



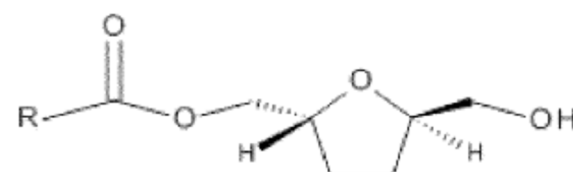
(2S,5R)-cis



(2R,5S)-cis



(2S,5S)-trans



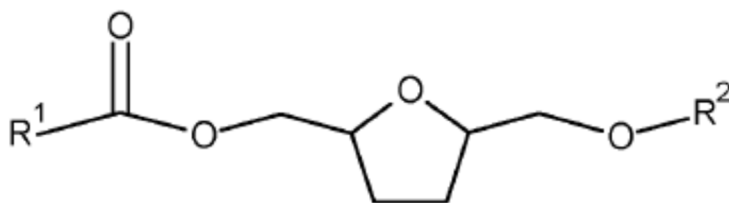
(2R,5R)-trans

- 15
- 20 En el sentido de la invención, el término "cera nacarada" se usa para los compuestos céreos que causan un efecto nacarado (en lugar del término "nacarado", también son comunes los términos "brillo perlado" o "lustre"). El efecto nacarado se evalúa en el sentido de la invención como blancura y brillo, la intensidad del resplandor, visualmente en comparación con el estándar diestearato de etilenglicol como cera nacarada según el sistema de calificación escolar, en el cual el estándar recibe la mejor calificación 1.

Un compuesto céreo es, en el contexto de la invención, un compuesto sólido a temperatura ambiente, generalmente apto para amasarse, que no se descompone generalmente por encima de 30 °C, preferiblemente por encima de 40 °C, y en particular entre 40 y 65 °C, medido de acuerdo con ISO 6321.

- 25 En el contexto de la invención, por el término "preparaciones tensioactivas" se entienden productos que contienen compuestos tensioactivos. En el sentido de la presente invención, por "compuestos tensioactivos" se entienden surfactantes, emulsionantes y también compuestos poliméricos tensioactivos. Los "surfactantes" forman una capa delgada sobre la superficie del agua debido a su estructura y con esto disminuyen la tensión superficial del agua. Los compuestos que hacen que dos líquidos inmiscibles formen una emulsión también se denominan frecuentemente emulsionantes, que se subsumen en el término "tensioactivos" para los fines de la invención.
- 30

En el sentido de la invención se usan ésteres de la fórmula (I),



(I)

donde

R² representa C(=O)R^{1'} y donde R¹ y R^{1'} independientemente entre sí representan un residuo alquilo de C13-C25 el cual, dado el caso, está sustituido al menos con un grupo hidroxilo

5 o

R² representa hidrógeno y R¹ representa un residuo alquilo de C13-C25 el cual, dado el caso, está sustituido al menos con un grupo hidroxilo, o mezclas de ésteres de este tipo en calidad de cera nacarada en preparaciones tensioactivas acuosas.

10 Los compuestos de la fórmula (I) y su preparación se describen en la solicitud de patente europea todavía no publicada P14187932.0 del 07.10.2014.

Por consiguiente, los compuestos de la fórmula (I) se preparan de modo químico mediante esterificación de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano con al menos un haluro ácido R¹-C(=O)X y, si R² representa -(C=O)R^{1'} y R¹ y R^{1'} tienen distinto significado, adicionalmente con al menos un haluro ácido R^{1'}-C(=O)X, donde X representa Br o Cl, en presencia de al menos una amina terciaria.

15 El compuesto de partida 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano puede obtenerse, por ejemplo, mediante hidrogenación de 2,5-di(hidroximetil)furano. 2,5-Di(hidroximetil)furano puede prepararse, por ejemplo, a partir de fructosa mediante deshidrogenación para obtener 5-hidroximetilfurfural y la reducción subsiguiente del grupo formilo. De esta manera es posible una preparación del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano a partir de fuentes biogénicas, a partir de los correspondientes carbohidratos, por ejemplo, almidón, celulosa y azúcares.

20 Para la esterificación habitualmente pueden usarse todos los tipos de aminas terciarias que son familiares para el experto en la materia. Ejemplos de aminas terciarias adecuadas son:

- del grupo de trialquilaminas: trimetilamina, trietilamina, tri-n-propilamina, dietilisopropilamina, diisopropilamina y similares;

- del grupo de N-cicloalquil-N, N-dialquilaminas: dimetilciclohexilamina y dietilciclohexilamina;

25 - del grupo de las N,N-dialquilanilinas: dimetilanilina y dietilanilina;

- del grupo de las bases de piridina y quinolina: piridina, α-, β y γ-picolina, quinolina y 4- (dimetilamino) piridina (DMAP).

Aminas terciarias preferidas son trialquilaminas y bases de piridina, en particular trietilamina y 4- (dimetilamino)piridina (DMAP) y mezclas de las mismas.

30 En una forma de realización preferida, para la esterificación se emplea una trialquilamina, preferiblemente seleccionada entre trimetilamina, trietilamina, tri-n-propilamina, dietilisopropilamina y diisopropilamina. La trialquilamina se emplea en este caso preferiblemente en una relación al menos estequiométrica con respecto a los grupos hidroxilo del 2,5-di-(hidroximetil)tetrahidrofurano. De manera particularmente preferible la trialquilamina se emplea en una proporción al menos estequiométrica hasta un exceso estequiométrico de cuatro veces, con respecto a los grupos hidroxilo del 2,5-di-(hidroximetil)tetrahidrofurano.

35 Además de al menos una trialquilamina, para la esterificación se emplea preferiblemente dimetilaminopiridina. Se supone que la dimetilaminopiridina actúa aquí como catalizador. La cantidad de empleo de dimetilaminopiridina se encuentra preferiblemente en un intervalo de 0,01 a 0,5 equivalentes molares, de modo particularmente preferible de 0,05 a 0,2 equivalentes molares, con respecto a 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano.

40 La esterificación se lleva a cabo preferiblemente en un intervalo de temperatura de -10 a 75°C, preferiblemente de 0 a 60°C. A estas bajas temperaturas, se evita una descomposición térmica del 2,5-di (hidroximetil) tetrahidrofurano, como se observa en los procedimientos conocidos por el estado de la técnica en el medio muy ácido y a temperatura elevada. Además, a estas bajas temperaturas se logra una buena selectividad con respecto al producto del procedimiento respectivo (monoéster o diéster).

La esterificación se puede llevar a cabo a presión ambiente, a presión reducida o elevada. Preferiblemente, la esterificación se lleva a cabo a presión ambiente.

La esterificación se puede llevar a cabo en ausencia o en presencia de un disolvente orgánico. La reacción se lleva a cabo preferiblemente en presencia de un disolvente orgánico inerte, preferiblemente seleccionado de éteres alifáticos, éteres cíclicos, cetonas, hidrocarburos clorados, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos cicloalifáticos, aromáticos y mezclas de los mismos. Los disolventes adecuados son THF, dioxano, éter metil-terc-butílico, éter dietílico, acetona, metil-etil-cetona, diclorometano, triclorometano, tetracloruro de carbono, pentano, hexano, heptano, ligroína, éter de petróleo, etc. Preferiblemente, la reacción se lleva a cabo en presencia de un disolvente orgánico sustancialmente anhidro.

La alquilación se puede llevar a cabo en ausencia o en presencia de un gas inerte en las condiciones de reacción, como nitrógeno o argón. Preferiblemente, no se usa gas inerte en la esterificación.

La relación de los monoésteres resultantes ($R^2 = H$) a los diésteres (R^2 representa $C(=O)R^1$) se puede controlar mediante la estequiometría de los reactivos.

Para la preparación de diésteres, el haluro de ácido $R^1-(C=O)X$ o la cantidad total de haluros de ácido $R^1-(C=O)X$ y $R^1'-(C=O)X$ se emplean en una cantidad al menos equimolar o un exceso molar, con respecto a los grupos hidroxilo del 2,5-di-(hidroximetil)tetrahydrofurano utilizado. Para la preparación de mezclas que contienen monoésteres, el haluro de ácido $R^1-(C=O)X$ o la cantidad total de los haluros de ácido $R^1-(C=O)X$ y $R^1'(C=O)X$ se emplean en una deficiencia correspondiente, con respecto a los grupos hidroxilo del 2,5-di-(hidroximetil)tetrahydrofurano utilizados.

En el sentido de la presente invención, se da preferencia a compuestos de fórmula (I) que se preparan haciendo reaccionar 2,5-di-(hidroximetil)tetrahydrofurano con al menos un compuesto R^1-COOH y, si R^2 representa $C(=O)R^1$ y R^1 y R^1' tienen diferentes significados, adicionalmente con un compuesto $R^1'-COOH$ diferente de aquel, en presencia de un catalizador enzimático de esterificación.

Preferiblemente, el catalizador enzimático de esterificación contiene al menos una enzima que se selecciona entre hidrolasas, preferiblemente lipasas o esterasas. La enzima se selecciona particularmente preferiblemente de lipasas de *Candida rugosa*, *Candida antarctica*, *Thermomyces lungungosa*, *Rhizomucor miehei* o esterasa de hígado de cerdo. Principalmente preferidas son las lipasas, especialmente las lipasas de *Candida antarctica*, muy especialmente la lipasa B de *Candida antarctica*.

El catalizador enzimático de esterificación se puede utilizar como un extracto celular, solución de proteína purificada (catalizador homogéneo) o en forma inmovilizada (enlazado sobre un soporte) (catalizador heterogéneo). Preferiblemente, la enzima se usa en forma inmovilizada.

Para la inmovilización, las enzimas se enlazan preferiblemente de forma adsorbente, iónica o covalente a partículas inorgánicas u orgánicas de soporte. Esto es parte del conocimiento del experto correspondiente.

Como soportes orgánicos principalmente pueden emplearse aquellos que tienen poliacrilato, polimetacrilato, polivinilestireno, copolímeros de estireno-divinilbenceno, polipropileno, polietileno, politereftalato de etileno, politetrafluoroetileno (PTFE) y/u otros polímeros, o se componen de estos. Dependiendo de la enzima a inmovilizar, como material de soporte también pueden emplearse resinas de intercambio iónico básicas o ácidas, por ejemplo, Duolite® A568, Duolite® XAD 761, Duolite® XAD 1180, Duolite® XAD 7HP, Amberlite® IR 120, Amberlite® IR 400, Amberlite® CG 50, Amberlyst® 15 (todos los productos de la compañía Rohm and Haas) y Lewatit® CNP 105 (productos de Lanxess, Leverkusen, Alemania). Soportes preferidos son soportes de polipropileno o soportes de acrilato. Principalmente se prefieren el soporte de polipropileno Accurel® MP1000 o el soporte de acrilato Lewatit® VP OC 1600. Una enzima disponible comercialmente preferida es una preparación de la lipasa B *Candida antarctica* (CAL-B) (Novozyme® 435) inmovilizada sobre un soporte de polimetacrilato.

Como soportes inorgánicos, se pueden usar soportes de óxido y / o cerámicos conocidos del estado de la técnica. Como soportes inorgánicos principalmente pueden emplearse celita, zeolitas, sílice, vidrio de poro controlado (CPG) u otros soportes.

El portador usado tiene preferiblemente una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 90% de las partículas tienen un tamaño de partícula de 0,5 a 5000 μm , preferiblemente de 1 a 2000 μm , más preferiblemente de 10 a 2000 μm , principalmente de 25 a 2000 μm .

El procedimiento de esterificación enzimática descrito aquí se lleva a cabo preferiblemente en un reactor que contiene al menos un catalizador heterogéneo. El catalizador heterogéneo está preferiblemente en forma de un lecho fijo o se encuentra suspendido en la mezcla de reacción.

Una ventaja del lecho fijo es que la enzima soportada no tiene que, adicionalmente, separarse del producto y las partículas del soporte no pueden entrar en contacto con un agitador. Es mejor dejar las partículas intactas. La desventaja, sin embargo, es que los reactivos generalmente tienen que pasar varias veces sobre un lecho fijo para

lograr una conversión de reacción aceptable. Además, la eliminación del agua de reacción puede ser más difícil, puede resultar una pérdida de presión sobre el lecho fijo, o puede ocurrir un fenómeno de segregación.

En el reactor de suspensión, la mezcla de reacción se mezcla habitualmente con ayuda de un dispositivo de agitación. Si este es el caso, entonces las partículas portadoras están sujetas a una cierta carga mecánica. Sin embargo, hay posibilidades de prescindir de un dispositivo de agitación por medio de la elección de la geometría del reactor y garantizar de otra manera la mezcla necesaria (por ejemplo, mediante el uso de una columna de burbujas o un reactor aeróbico). Una ventaja del reactor de suspensión es una conversión de reacción en una etapa. Ventajosamente, cuando se usa un catalizador heterogéneo, es posible la separación del producto de reacción mediante procedimientos de exclusión de tamaño, por ejemplo, usando un tamiz con cuya ayuda pueden separarse sólidos según el criterio del tamaño de partícula. En especial, el procedimiento de tamizaje también puede ser una filtración. El tamaño y/o la geometría de las aberturas del medio de separación (por ejemplo, poros de filtro) se basan en el tamaño de partícula más pequeño que se va a separar. Además, una separación de este tipo también puede efectuarse de forma secuencial conectando varios tamices y / o filtros diferentes, uno tras otro (por ejemplo, diferentes en tamaño y/o geometría de las aberturas del medio de separación). La selección se basa a menudo en el hecho de que en lo posible se efectúa una separación sin pérdida de presión.

Ventajosamente, la separación de la enzima soportada de la mezcla de reacción (por ejemplo, por medio de lecho fijo) o la separabilidad de la enzima soportada de suspensiones es que las enzimas pueden usarse varias veces de esta manera. Por esto, también se prefiere la reutilización de la enzima en forma de la variante soportada (como un catalizador heterogéneo).

La esterificación enzimática se lleva a cabo preferiblemente sin la adición de un disolvente externo (aquí denominado "sin solvente").

En la reacción de síntesis de éster se forma agua, lo que conduce a un desplazamiento indeseable en el equilibrio de la reacción. Preferiblemente, el agua formada en la reacción se elimina mediante procedimientos habituales, conocidos por el experto en la materia. La cantidad de agua de reacción descargada se selecciona de modo que el equilibrio de reacción se desplace lo suficiente con respecto al producto deseado (éster). En otras palabras, la conversión de los productos de partida (alcohol y ácido) debe ser lo más completa posible para lograr el máximo rendimiento posible de éster. La conversión deseada es generalmente mayor que 80%, preferiblemente mayor que 85%, de manera particularmente preferida mayor que 90%, principalmente mayor que 92%, principalmente mayor que 94%, principalmente mayor que 96%, principalmente mayor que 98%, principalmente mayor que 99%, principalmente mayor que 99,2%, principalmente mayor que 99,4%, principalmente mayor que 99,6%, principalmente mayor que 99,7%, principalmente mayor que 99,8%.

La eliminación del agua de reacción se puede efectuar mediante las siguientes medidas:

- eliminación del agua por destilación,
- uso de un gas de despojo o de arrastre,
- uso de al menos un agente de secado,

o una combinación de al menos dos de estas medidas.

Los gases de despojo o arrastre adecuados son, por ejemplo, aire, nitrógeno, dióxido de carbono, argón o mezclas de los mismos. Los agentes de secado adecuados son, por ejemplo, tamices moleculares, sulfato de sodio, sulfato de magnesio o gel de sílice.

La eliminación del agua por destilación se puede realizar a presión atmosférica (aproximadamente 1 atm = 1013,25 mbares). También se puede realizar a presiones por encima o por debajo de la presión normal. Por presión reducida (con respecto a la presión normal) se entiende, por ejemplo, presión en el intervalo de 1 a 1000 mbar. Se prefiere utilizar intervalos de presión de 5 a 500 mbares, principalmente, de 5 a 200 mbares, principalmente de 5 a 100 mbares, principalmente de 10 a 100 mbares, principalmente de 10 a 50 mbares. Es esencial que se opere a presiones que sean más pequeñas a la temperatura de reacción respectiva que la presión de vapor del agua de reacción.

Dado que la estabilidad de las enzimas está garantizada solo en determinados intervalos de temperatura, la temperatura de reacción debe seleccionarse cuidadosamente. Normalmente es de 0 a 100°C, preferiblemente de 20 a 100°C, de modo principalmente preferible de 20 a 90°C. Como se mencionó anteriormente, la temperatura de reacción seleccionada causa el vacío a aplicar, dado el caso, para la descarga del agua de reacción.

Con el uso de gases de extracción o arrastre también puede efectuarse la descarga de agua de reacción. Principalmente en combinación con la eliminación del agua de reacción por destilación, se pueden lograr resultados que tienen un efecto particularmente positivo sobre el rendimiento en el procedimiento de esterificación. Los puntos críticos aquí son el área de transferencia de masa y el volumen de gas. Se da preferencia a los gases que no reaccionan con los reactivos ni con el catalizador, con los materiales del reactor, y mucho menos con el producto final; es decir, son inertes. El experto en la materia está familiarizado con este procedimiento.

Un procedimiento adecuado especial para la esterificación enzimática se describe en la publicación WO 2014/056756, a la cual se hace referencia aquí en su totalidad.

Las mezclas de reacción crudas obtenidas por el procedimiento de acuerdo con la invención pueden someterse a al menos una etapa de tratamiento. Esto incluye, por ejemplo, neutralización, purificación y secado. Una purificación se puede llevar a cabo mediante procedimientos habituales conocidos por el experto en la materia, por ejemplo, por extracción y / o destilación.

Para los fines de la presente invención, se da preferencia al uso de ésteres de THF-glicol que se preparan mediante el procedimiento enzimático. Estos contienen, dependiendo de las proporciones de las cantidades utilizadas, mono- y/o diésteres del THF-glicol como compuestos de fórmula general (I).

La proporción de mono- (R^2 representa hidrógeno) a diéster del THF-glicol (R^2 representa $C(=O)R^1$) se determinó mediante el análisis de GC que se divulga en la sección de ejemplos de la presente solicitud.

Los diésteres o mezclas de monoésteres y diésteres se usan preferiblemente como compuestos de fórmula (I).

Si se utilizan mezclas de mono:diésteres, la proporción de mezclas de monoésteres ($R^2 =$ hidrógeno) y diésteres ($R^2 = C(=O)R^1$) está en una relación de 5:95 a 35:65, preferiblemente de 10:90 a 30:70, en donde las proporciones se determinaron como relación de área según el análisis de GC ya mencionado en la sección de ejemplos.

En el sentido de la invención se usan preferentemente compuestos de la fórmula (I), en los que al menos uno de los residuos R^1 y R^1' representa un residuo de alquilo lineal de C13-C25, preferentemente en los que el residuo R^1 o los residuos R^1 y R^1' , independientemente entre sí, representan un residuo de n-tridecilo, n-tetradecilo, n-pentadecilo, n-hexadecilo, n-heptadecilo, n-octadecilo, n-nonadecilo, araquínilo, eicosilo, heneicosilo, isotridecilo, isoheptadecilo y/o hidroxiheptadecilo, y sus isómeros de constitución.

Los residuos de alquilo R^1 y R^1' son preferiblemente residuos de alquilo que se derivan de ácidos carboxílicos disponibles en la industria o mezclas de ácidos carboxílicos. En una forma de realización preferida, R^1 y R^1' son entonces residuos de alquilo derivados de ácidos grasos naturales y mezclas de ácidos grasos, tales como pueden obtenerse en la naturaleza de aceites o grasas vegetales y/o animales en forma de triglicéridos.

Ácidos grasos adecuados o mezclas de ácidos grasos son ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido margárico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico, ácido tuberculoesteárico, ácido araquídico, ácido behénico y/o mezclas de los mismos.

Grasas o triglicéridos típicos que contienen estos ácidos grasos o mezclas de ácidos grasos en grandes cantidades son grasa de coco y aceite de palma y se obtienen de estos productos a gran escala industrial.

En el sentido de la invención, se da preferencia muy particular al uso de compuestos de fórmula (I) en los que al menos uno de los residuos R^1 y R^1' es un radical alquilo de C15-C25 que se deriva de una mezcla de ácidos grasos de C16-C24 con un contenido de ácido graso de C18-C24 de 25 a 100% en peso, preferiblemente de 35 a 99% en peso y principalmente de 45 a 99% en peso, basado en la mezcla de ácidos grasos. Compuestos principalmente adecuados para el uso son aquellos de fórmula (I), en donde ambos residuos de alquilo R^1 y R^1' se derivan de una mezcla de ácidos grasos de C16-C24 con un contenido de ácido graso de C18-C24 de 25 a 100% en peso, preferiblemente 35 a 99% en peso y principalmente 45 a 99% en peso con respecto a la mezcla de ácidos grasos.

Según una forma de realización de la presente invención se usan compuestos de fórmula general (I) en la que R^2 es $C(=O)R^1$ y R^1 y R^1' representan un radical alquilo con 15 y 17 átomos de C (es decir, un diéster), preferiblemente en una relación en peso C15:C17 de 50:50; es decir THF-dipalmitato/estearato de glicol.

Según una forma particularmente preferida de realización de la presente invención de manera correspondiente se usan compuestos en los que R^2 representa $C(=O)R^1$ y R^1 y R^1' representan un radical alquilo de C17-C25 que se deriva de una mezcla de ácidos grasos de C16-C24 que contiene 45 a 99% en peso de ácido graso C18-C24; es decir, prácticamente THF-diestearato de glicol y THF-dibehenato de glicol.

Concentrados nacarados según la invención

Los compuestos de la fórmula general (I) utilizados de acuerdo con la invención se pueden agregar directamente a las formulaciones tensioactivas acuosas en calidad de cera nacarada.

Sin embargo, de preferencia se formulan como concentrados nacarados que luego pueden agregarse a las preparaciones tensioactivas acuosas.

Por lo tanto, otro objeto de la presente invención consiste en concentrados nacarados para preparaciones tensioactivas acuosas que contienen

(a) 7,5 a 35 % en peso de ésteres des 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I)

(b) 0,1 a 60 % en peso de tensioactivos aniónicos, no iónicos, catiónicos, anfóteros o zwitteriónicos, o sus combinaciones

(c) 0 - 40 % en peso de polioles

(d) hasta 100 % en peso de agua.

5 Ejemplos típicos de tensioactivos aniónicos son jabones, sulfonatos de alquilo, sulfonatos de alquilobenceno, sulfonatos de olefina, étersulfonatos de alquilo, étersulfonatos de glicerina, étersulfonatos de metilo, ácidos sulfograsos, sulfatos de alquilo, étersulfatos, étersulfatos de glicerina, étersulfatos de ácido graso, hidroxi-étersulfatos mixtos, (éter)sulfatos de monoglicérido, (éter)sulfatos de amida de ácido graso, sulfosuccinatos de mono- y dialquilo, sulfosuccinatos de mono- y dialquilo, sulfotriglicéridos, jabones de amida, ácidos étercarboxílicos y sus sales, isetionatos de ácido graso, sarcosinatos de ácido graso, tauridas de ácido graso, N-acilaminoácidos como, por ejemplo, glutamatos de acilo y aspartatos de acilo, así como lactilatos de acilo, tartratos de acilo, oligoglucosidsulfatos de alquilo, glucosa-carboxilatos de alquilo, condensados de ácido graso de proteína y (éter)fosfatos de alquilo.

Jabones adecuados son, por ejemplo, sales de metal alcalino, alcalinotérreo y amonio de ácidos grasos como estearato de potasio.

15 Sulfatos de alquilo preferidos son sulfatos de alcoholes grasos de la fórmula general $R^3-O-SO_3Y^1$, donde R^3 representa un residuo de hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, con 6 a 22 átomos de carbono y Y^1 representa un metal alcalino, el equivalente de carga monovalente de un metal alcalinotérreo, amonio, mono-, di-, tri- o tetraalquilamonio, alcanolamonio o glucamonio. Sulfatos de alcohol graso adecuados se obtienen preferentemente mediante sulfatación de alcoholes grasos nativos u oxoalcoholes sintéticos y neutralización subsiguiente. Ejemplos típicos de sulfatos de alcohol graso son los productos de sulfatación del n-hexanol, alcohol caprílico, 2-etilhexanol, alcohol cáprico, alcohol laurílico, alcohol isotridecílico, alcohol miristílico, alcohol cetílico, alcohol palmoleílico, alcohol estearílico, alcohol isostearílico, alcohol oleílico, alcohol elaidílico, alcohol petroselinílico, alcohol linolílico, alcohol linolenílico, alcohol behenílico y alcohol elaeostearílico, así como las sales y mezclas de los mismos. Sales preferidas de los sulfatos de alcohol graso son las sales de sodio y potasio, principalmente las sales de sodio. Mezclas preferidas de los sulfatos de alcohol graso se basan en mezclas industriales de alcohol que se obtienen, por ejemplo, en la hidrogenación alta presión de ésteres metílicos industriales a base de grasas y aceites o en la hidrogenación de aldehídos de la oxosíntesis o en la dimerización de los alcoholes grasos saturados. Para la preparación de sulfatos de alquilo preferentemente se emplean alcoholes grasos y mezclas de alcoholes grasos con 12 a 18 átomos de carbono y principalmente 16 a 18 átomos de carbono. Ejemplos típicos de esto son sulfatos de alcohol industriales a base de materias primas vegetales.

35 Sulfonatos de olefina adecuados se obtienen, por ejemplo, mediante adición de ese SO_3 a olefinas de la fórmula $R^4-CH=CH-R^5$ e hidrólisis y neutralización subsiguientes, en cuyo caso R^4 y R^5 , independientemente entre sí, representan H o residuos de alquilo con 1 a 20 átomos de carbono, con la condición de que R^4 y R^5 conjuntamente tengan 6 y preferentemente de 8 a 20, especialmente de 10 a 16 átomos de carbono. Los sulfonatos de olefina pueden estar presentes como sales de metal alcalino, alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio. De manera preferida, los sulfonatos de olefina se presentan en forma de sales de sodio. El producto hidrolizado de sulfonilación de alfa-olefinas, es decir los sulfonatos de alfa-olefina se componen en aproximadamente 60% en peso de sulfonatos de alcano y aproximadamente 40% en peso de sulfonatos de hidroxialcano; de éstos, aproximadamente 80 a 85 % en peso mono sulfonatos y 15 a 20 % en peso disulfonatos.

40 Éster-sulfonatos de metilo (MES) preferidos se obtienen mediante sulfonación de los ésteres metílicos de ácido graso de grasas o aceites vegetales o animales. Se prefieren éster-sulfonatos de metilo provenientes de grasas y aceites vegetales, por ejemplo, de aceite de colza, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de palma, grasa de coco, etc.

45 Una clase preferida de tensioactivos aniónicos son los éter-sulfatos. Los éter-sulfatos (étersulfatos de alquilo) representan tensioactivos aniónicos conocidos que pueden prepararse a escala industrial mediante la sulfatación de SO_3 o ácido clorosulfónico (CSA) de éteres de alcohol graso o poliglicol de oxoalcohol y neutralización subsiguiente.

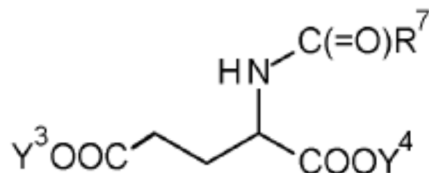
50 Principalmente se prefieren étersulfatos de alcohol graso de la fórmula general $R^6O-(CH_2CH_2O)_mSO_3Y^2$, en la cual R^6 representa un residuo alquilo y/o alqueniilo, lineal o ramificado, con 6 a 22 átomos de carbono, m representa números de 1 a 10 y Y^2 representa un metal alcalino y/o alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio. Ejemplos típicos son los sulfatos de productos de adición de, en promedio, 1 a 10 y principalmente 2 a 5 moles de óxido de etileno a 1-hexanol, heptanol, 2-etilhexanol, 1-decanol, alcohol laurílico, alcohol iso-tridecílico, alcohol miristílico, alcohol cetílico, alcohol palmoleílico, alcohol estearílico, alcohol isoestearílico, alcohol oleílico, alcohol eladílico, alcohol petroselinílico, alcohol araquidílico, alcohol gadoleílico, alcohol behenílico, alcohol erucílico y alcohol brasidílico, así como sus mezclas técnicas en forma de sus sales de sodio y/o magnesio. Los étersulfatos pueden en este caso presentar una distribución de homólogos convencional, como también una distribución estrecha. 55 Particularmente se prefiere el empleo de étersulfatos a base de productos de adición de, en promedio, 2 a 3 moles de óxido de etileno a fracciones industriales de alcohol de grasa de coco de $C_{12/14}$ o $C_{12/18}$ en forma de sus sales de sodio y/o magnesio.

Sarcosinatos preferidos son lauroilsarcosinato de sodio o estearilsarcosinato de sodio.

Condensados de ácido graso de proteína preferidos son productos vegetales a base de trigo.

Fosfatos de alquilo preferidos son ésteres alquílicos de ácido mono- y difosfórico.

Glutamatos de acilo adecuados son compuestos de la fórmula (II),



(II)

en la cual COR^7 representa un residuo de acilo lineal o ramificado con 6 a 22 átomos de carbono y 0, 1, 2 o 3 enlaces dobles y Y^3 y Y^4 representan, independientemente entre sí, hidrógeno, un metal alcalino, el equivalente de carga monovalente de un metal alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio. La preparación de glutamato de acilo se efectúa, por ejemplo, mediante acilación de ácido glutámico según Schotten-Baumann con ácidos grasos, ésteres de ácido graso y haluros de ácido graso. Los glutamatos de acilo se encuentran disponibles comercialmente, por ejemplo, en la BASF SE, Clariant AG, Frankfurt/DE, o Ajinomoto Co. Inc., Tokio/JP. Un resumen de la preparación y de las propiedades de los glutamatos de acilo se encuentra en M. Takehara et al. en J. Am. Oil Chem. Soc. 49 (1972) 143. Glutamatos de sodio adecuados, típicos en calidad de componente b), se derivan preferiblemente de ácidos grasos con 6 a 22 y de modo particularmente preferido 12 a 18 átomos de carbono. Principalmente se emplean las sales mono- o dimetálicas alcalinas del glutamato de acilo. Entre estas se cuentan, por ejemplo, (nombres comerciales de la compañía Ajinomoto, Estados Unidos, en paréntesis): cocoilglutamato de sodio (Amisoft® CS-11), cocoilglutamato disódico (Amisoft® ECS-22SB), cocoilglutamato de trietanolamonio (Amisoft® CT-12), lauroilglutamato de trietanolamonio (Amisoft® LT-12), miristoilglutamato de sodio (Amisoft® MS-11), estearoilglutamato de sodio (Ami-soft® HS-11 P) y mezclas de los mismos.

Los tensioactivos no iónicos incluyen, por ejemplo:

- ésteres de polioxialquileo y alcohol graso, por ejemplo, acetato de polioxietileno y alcohol laurílico,

- éteres de alquilpolioxialquileo que se derivan de alcoholes de $\text{C}_1\text{-C}_6$ de bajo peso molecular o alcoholes grasos de $\text{C}_7\text{-C}_{30}$.

En tal caso, el componente éter de las unidades de óxido de etileno puede derivarse de unidades de óxido de etileno, unidades de óxido de propileno, unidades de óxido de 1,2-butileno, unidades de óxido de 1,4-butileno y copolímeros aleatorios y copolímeros en bloque de los mismos. Esto incluye especialmente alcoxilados de alcohol graso y alcoxilados de oxoalcohol, principalmente del tipo $\text{RO}-(\text{R}^8\text{O})_r(\text{R}^9\text{O})_s\text{R}^{10}$ con R^8 y R^9 , independientemente entre sí, $= \text{C}_2\text{H}_4$, C_3H_6 , C_4H_8 y $\text{R}^{10} = \text{H}$, o alquilo de $\text{C}_1\text{-C}_{12}$, $\text{R} =$ alquilo de $\text{C}_3\text{-C}_{30}$ o alquenilo de $\text{C}_6\text{-C}_{30}$, r y s representan, independientemente entre sí, 0 a 50, donde ambos no pueden representar 0, tal como alcohol iso-tridecílico y éter de polioxietileno y alcohol oleílico,

- éter de polioxietileno-alcohol alquilarílico, por ejemplo, éter de polioxietileno-octilfenol,

- tensioactivos de azúcar, preferiblemente poli glicósidos de alquilo, ésteres de sorbitol como, por ejemplo, ésteres de ácido graso de sorbitán (monooleato de sorbitán, triestearato de sorbitán, ésteres de sorbitán y ácido graso-polioxietileno, N-alquilgluconamidas,

- grasas y/o aceites alcoxilados, animales y/o vegetales, por ejemplo, etoxilatos de aceite de maíz, etoxilatos de aceite de ricino, etoxilatos de grasa de sebo,

-ésteres de glicerina como, por ejemplo, monoestearato de glicerina,

- alcoxilatos de alquilfenol como, por ejemplo, iso-octil-, octil- o nonilfenol etoxilados, éter de dibutilfenol-polioxietileno,

- alcoxilatos de amina grasa, alcoxilatos de amida de ácido graso y dietanolamina de ácido graso, principalmente sus etoxilatos,

- alquilmetilsulfóxidos,

- óxidos de como, por ejemplo, óxido de tetradecildimetilfosfina.

Una clase preferida de tensioactivos no iónicos son los tensioactivos de azúcar, especialmente (poli)glicósidos de alquilo. En el sentido de la invención, el término (poli)glicósidos de alquilo se usa como un sinónimo de (oligo)glicósidos de alquilo y también se designa con la abreviatura "APG". Glicósidos de alquilo y/o poli glicósidos de alquilo comprenden tanto (poli)glicósidos de alquilo, como también de alquenilo y tienen preferiblemente la fórmula $R^{11}O-[G]_p$, en la cual R^{11} representa un residuo alquilo y/o alquenilo con 4 a 22 átomos de carbono, G representa un residuo de azúcar con 5 o 6 átomos de carbono y p representa números de 1 a 10. Pueden obtenerse según los procedimientos correspondientes de la química orgánica preparativa. Los oligoglicósidos de alquilo y/o alquenilo pueden derivarse de baldosas o cetosas con 5 o 6 átomos de carbono, preferentemente de la glucosa. Los oligoglicósidos de alquilo y/o alquenilo preferidos son, por lo tanto, oligoglucósidos de alquilo y/o alquenilo. El índice p indica el grado de polimerización (DP), es decir, la distribución de los mono- y oligoglicósidos y representa un número entre 1 y 10. Mientras que p siempre tiene que ser un número entero en un compuesto dado y ante todo aquí p puede asumir los valores de $p = 1$ a 6, el valor p para un determinado poli glicósidos de alquilo representa una magnitud calculada, determinada de manera analítica, que representa generalmente un número fraccionario. Principalmente se emplean poliglicósidos de alquilo y/o alquenilo con un grado medio de polimerización p de 1,1 a 3,0. Desde un punto de vista de aplicación industrial, se prefieren aquellos poliglicósidos de alquilo y/o alquenilo cuyo grado de polimerización sea de menos de 1,7 y principalmente se encuentre entre 1,2 y 1,4.

Tensioactivos anfóteros adecuados son, por ejemplo, alquilbetaínas, alquilamidopropilbetaínas, alquilsulfobetaínas, alquilglicinatos, alquilcarboxiglicinatos, alquilanfocetatos o -propionatos, alquilanfodiacetatos o -dipropionatos. Por ejemplo, pueden emplearse cocodimetilsulfopropilbetaína, laurilbetaína, cocoamidopropilbetaína, cocoanfopropionato de sodio o aminóxido de tetradecildimetilo.

Los tensioactivos catiónicos adecuados incluyen compuestos de amonio cuaternizados, principalmente haluros y alquilsulfatos de alquiltrimetilamonio y de dialquildimetilamonio, así como derivados de piridina e imidazolina, principalmente haluros de alquilpiridinio. Por ejemplo, pueden emplearse cloruro de cetiltrimetilamonio o behenilo. Además, son adecuados los llamados esterquats que se basan en compuestos de trietanol-metil-amonio cuaternario o de dietanol-dimetil-amonio cuaternario con largas cadenas de hidrocarburo en forma de ésteres de ácido graso esto incluye, por ejemplo, metosulfato de bis(aciloxietil)hidroxietilamonio. Además, es adecuado Dehiquart L 80 (INCI: metosulfato de dicocoiletil hidroxietilmonio (y) propilenglicol).

De manera correspondiente una forma de realización, los concentrados de nacarado según la invención contienen tensioactivos aniónicos o no iónicos, preferentemente tensioactivos aniónicos seleccionados del grupo formado por étersulfatos de alcohol graso o tensioactivos no iónicos seleccionados del grupo formado por (poli)glicósidos de alquilo.

De manera correspondiente a otra forma de realización, los concentrados de nacarado según la invención contienen una combinación de tensioactivos anfóteros o zwitteriónicos y tensioactivos no iónicos, preferentemente una combinación de betaínas y éteres de alquilpolioxialquilenos, principalmente una combinación de alquilamidopropilbetaínas y alcoxilatos de alcohol graso.

Los concentrados nacarados según la invención contienen preferentemente los ésteres de la fórmula (I) en cantidades de 15 a 30 % en peso, principalmente de 20 a 30 % en peso.

Los concentrados nacarados preferidos contienen en calidad de b) tensioactivos aniónicos o tensioactivos no iónicos o combinaciones de tensioactivos zwitteriónicos y no iónicos, ventajosamente en cantidades de 10 a 30 % en peso.

Opcionalmente, en los concentrados según la invención pueden estar contenidos polioles, de preferencia en cantidades de 0,1 a 20, principalmente 0,2 a 15 % en peso, con respecto al concentrado de nacarado. Los polioles aquí considerados poseen preferentemente 2 a 15 átomos de carbono y al menos dos grupos hidroxilo. Polioles principalmente adecuados son glicerina y/o sorbitol.

Además, todavía está contenida agua hasta 100% en peso.

Los concentrados nacarados pueden prepararse según la invención

- calentando los ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofuran de la fórmula general (I), así como los tensioactivos (b), así como, dado el caso, los polioles (c) y hasta 100 % en peso de agua, revolviendo, a temperaturas que se encuentran de 5 a 20 °C por encima del punto de fusión del éster (a),

- revolviendo la mezcla a estas temperaturas y

- a continuación, enfriando la mezcla mientras se agita constantemente a aproximadamente la temperatura ambiente (20 a 23 °C).

También es posible preparar los concentrados nacarados

- incorporando con agitación a una pasta acuosa de los tensioactivos (b) los ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofuran de la fórmula general (I) y calentando a temperaturas que se encuentran 5 a 20 °C por encima del punto de fusión del éster,

-revolviendo la mezcla a estas temperaturas y

-a continuación, ajustando la concentración deseada con más agua y, dado el caso, polioles.

En general se recomienda un tiempo de agitación de la mezcla de aproximadamente 15 a 60 minutos, antes de que la mezcla se enfríe preferentemente con una velocidad de enfriamiento de aproximadamente 10 a 30 °C, preferentemente 15 a 25 °C por hora.

Los concentrados nacarados según la invención son mezclas fluidas que pueden incorporarse revolviendo fácilmente a preparaciones tensioactivas acuosas y allí generan un resplandor brillante con alto grado de blancura.

Por consiguiente, otro objeto de la presente invención es el uso de los concentrados de nacarado descritos para la preparación de preparados tensioactivos, acuosos con efecto nacarado. Los concentrados nacarados se usan preferentemente en cantidades de 0,2 a 10 % en peso -con respecto al preparado.

Preparados tensioactivos, acuosos

Otros objetos de la invención se refieren a las preparaciones tensioactivas, acuosas, con efecto nacarado que contienen 0,2 a 10 % en peso del concentrado nacarado antes descrito o 0,015 a 3,5 % en peso de los ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahydrofurano de la fórmula general (I), con respecto a la preparación.

De manera correspondiente a una forma de realización, las preparaciones tensioactivas, acuosas según la invención son productos de limpieza para vajillas, principalmente productos para lavar vajillas a mano.

En una forma especial de realización, las preparaciones según la invención son una preparación cosmética, tensioactiva, acuosa, preferentemente para la piel y/o el cabello.

Debido a su propiedad como cera nacarada, los compuestos antes descritos de la fórmula (I) y sus concentrados, preferentemente en forma de un preparado son adecuados para lavar, duchar o bañar, con una consistencia líquida o de gel para la piel y/o el cabello, con o sin efecto acondicionador.

Por consiguiente, la preparación tensioactiva, acuosa, cosmética contiene, además del compuesto de la fórmula general (I), tal como se ha definido antes o del concentrado nacarado como se ha definido antes, al menos una sustancia activa cosmética o farmacéutica diferente y/o adyuvante.

Según el propósito de aplicación, pueden estar contenidas: sustancias tensioactivas (tensioactivos, emulsionantes), cuerpos de aceite, otras ceras nacaradas, factores de consistencia, espesantes, sobre-engrasantes, estabilizantes, polímeros, compuestos de silicio, gracias, ceras, lecitina, fosfolípidos, sustancias activas biogénicas, factores de protección de luz-UV, antioxidantes, desodorantes, antitranspirantes, agentes anticasca, formadores de película, agentes de hinchamiento, repelentes de insectos, auto-bronceadores, inhibidores de tirosina (agentes de despigmentación), hidrotropos, solubilizantes, conservantes, aceites de perfume, colorantes, etc., que se listan a continuación de manera de ejemplo.

Las cantidades de los aditivos respectivos dependen del uso pretendido.

Como sustancias tensioactivas, surfactante, pueden estar contenidos tensioactivos y emulsionantes aniónicos, no iónicos, catiónicos y/o anfóteros o zwitteriónicos o una mezcla cualquiera de estos tensioactivos/emulsionantes, por ejemplo, tal como los tensioactivos ya descritos en conexión con los concentrados nacarados. El contenido depende del tipo de la formulación y se encuentra habitualmente entre 3 - 20 % en peso. En preparaciones cosméticas tensioactivas como, por ejemplo, geles para ducha, baños de espuma, champús, etc., preferentemente se encuentra contenido un tensioactivo aniónico, principalmente un étersulfato de alcohol graso del tipo descrito.

Cuerpos de aceite

Los geles para ducha más recientes con productos para el cuidado personal como cremas, lociones y leches, habitualmente contienen cuerpos de aceite y emolientes que contribuyen a seguir optimizando las propiedades sensoriales. Los cuerpos de aceites están contenidos habitualmente en una cantidad total de 1 - 50 % en peso, preferentemente 5 - 25 % en peso y principalmente 5 - 15 % en peso. Como cuerpos de aceite se toman en consideración, por ejemplo, alcoholes de Guerbet a base de alcoholes grasos con 6 a 18, preferentemente 8 a 10 átomos de carbono, ésteres de ácidos grasos lineales de C₆-C₂₂ con alcoholes grasos de C₆-C₂₂ lineales o ramificados o ésteres de ácidos carboxílicos ramificados de C₆-C₁₃ con alcoholes grasos lineales o ramificados de C₆-C₂₂ como, por ejemplo, miristato de miristilo, palmitato de miristilo, estearato de miristilo, isoestearato de miristilo, oleato de miristilo, behenato de miristilo, erucato de miristilo, miristato de cetilo, palmitato de cetilo, estearato de cetilo, isoestearato de cetilo, oleato de cetilo, behenato de cetilo, erucato de cetilo, miristato de estearilo, palmitato de estearilo, estearato de estearilo, isoestearato de estearilo, oleato de estearilo, behenato de estearilo, erucato de estearilo, miristato de isoestearilo, palmitato de isoestearilo, estearato de isoestearilo, isoestearato de isoestearilo, oleato de isoestearilo, miristato de oleilo, palmitato de oleilo, estearato de oleilo, isoestearato de oleilo, oleato de oleilo, behenato de oleilo, erucato de oleilo, miristato de behenilo, palmitato de behenilo, estearato de behenilo, isoestearato de behenilo, oleato de behenilo, behenato de behenilo, erucato de behenilo, miristato de erucilo, palmitato de erucilo,

estearato de erucilo, isoestearato de erucilo, oleato de erucilo, behenato de erucilo y erucato de erucilo. Además, son adecuados los ésteres de ácidos grasos lineales de C₆-C₂₂ con alcoholes ramificados, principalmente 2-etilhexanol, ésteres de ácido alquil(de C₁₈-C₃₈)-hidroxicarboxílicos con ácidos grasos lineales o ramificados de C₆-C₂₂, principalmente malato de dioctilo, ésteres de ácidos grasos lineales y/o ramificados con alcoholes polihídricos (como, por ejemplo, propilenglicol, dímerdiol o trimetriol) y/o alcoholes de Guerbet, triglicéridos a base de ácidos grasos de C₆-C₁₀, mezclas líquidas de mono-/di-/triglicéridos a base de ácidos grasos de C₆-C₁₈, ésteres de alcoholes grasos de C₆-C₂₂ y/o alcoholes de Guerbet con ácidos carboxílicos aromáticos, principalmente ácido benzoico, ésteres de ácidos dicarboxílicos de C₂-C₁₂ con alcoholes lineales o ramificados con 1 a 22 átomos de carbono o polioles con 2 a 10 átomos de carbono y 2 a 6 grupos hidroxilo, aceites vegetales, alcoholes primarios ramificados, ciclohexanos sustituidos, carbonatos de Guerbet a base de alcoholes grasos con 6 a 18, preferentemente 8 a 10 átomos de C, ésteres del ácido benzoico con alcoholes lineales y/o ramificados de C₆-C₂₂ (por ejemplo, Finsolv® TN), éteres dialquílicos lineales o ramificados, simétricos o asimétricos, con 6 a 22 átomos de carbono por grupo alquilo como, por ejemplo, éter dicaprílico (Cetiol® OE) o productos de apertura de anillo de ésteres de ácido graso epoxidados con polioles.

Grasas y ceras

También pueden estar contenidas grasas y ceras en calidad de sustancias para el cuidado y también para aumentar la consistencia de los cosméticos. Ejemplos típicos de grasas son glicéridos, es decir productos vegetales o animales, sólidos o líquidos, que esencialmente están compuestos de ésteres de glicerina mixtos de ácidos grasos superiores. También se toman en consideración para esto los glicéridos parciales de ácido graso, es decir mono- y/o diésteres técnicos de glicerina con ácidos grasos que tienen 12 a 18 átomos de carbono como, por ejemplo, mono-/di-laurato, -palmitato o -estearato de glicerina. Como ceras se toman en consideración, entre otras, las ceras naturales como, por ejemplo, cera candelilla, cera carnauba, cera de Japón, cera de esparto, cera de corcho, cera de guaruma, cera de aceite de germen de arroz, cera de caña de azúcar, cera de uricuri, cera de montana, cera de abejas, cera de goma laca, espermaceti, lanolina (cera de lana), grasa de rabadilla, ceresina, ozoquerita (cera de tierra), petrolato, cera de parafina, microceras, ceras modificadas químicamente (ceras duras) como, por ejemplo, ceras de éster de montana, ceras sasol, ceras de jojoba hidrogenadas, así como ceras sintéticas como, por ejemplo, ceras de polialquileno y ceras de polietilenglicol.

Además, pueden estar contenidos agentes espesantes, por ejemplo, de tipo aerosil (ácidos silícicos hidrofílicos), polisacáridos, principalmente goma xantano, guar-guar, agar-agar, alginatos y tilosas, carboximetilcelulosa e hidroxietil- e hidroxipropilcelulosa, poliacrilatos (por ejemplo, Carbopole® y de tipo Pemulen de Goodrich; Synthalene® de Sigma; del tipo Keltrol de Kelco; del tipo Sepigel de Seppic; del tipo Salcare de Allied Colloids y Cosmedia® SP y SPL de Cognis), poliácridamidas, polímeros, polialcohol vinílico, polivinilpirrolidona y bentonitas como, por ejemplo, Bentone® Gel VS-5PC (Rheox). Además, se consideran electrolitos como cloruro de sodio y cloruro de amonio.

En calidad de estabilizantes pueden emplearse sales metálicas de ácidos grasos como, por ejemplo, estearato o ricinoleato de magnesio, aluminio y/o zinc. Otros ingredientes posibles son filtros protectores de luz-UV y antioxidantes. Por factores protectores de luz-UV se entienden, por ejemplo, sustancias orgánicas (filtros protectores de luz) que a temperatura ambiente se encuentran presentes en forma líquida o cristalina y los cuales son capaces de absorber la radiación ultravioleta y de disipar la energía absorbida en forma de radiación de longitud de onda más larga, por ejemplo, calor. Los filtros B-UV pueden ser solubles en aceite buen agua. Como filtros A-UV típicos se toman en consideración principalmente derivados del benzoilmetano. Los filtros A-U y B-UV también pueden emplearse obviamente en mezclas, por ejemplo, combinaciones de los derivados del benzoilmetano, por ejemplo, 4-ter.-butil-4'-metoxidibenzoilmetano (Parsol® 1789) y éster 2-etil-hexílico del ácido 2-ciano-3,3-fenilcinámico (octocrileno), así como ésteres del ácido cinámico, preferentemente éster 2-etilhexílico del ácido 4-metoxicinámico y/o éster propílico del ácido 4-metoxicinámico y/o éster isoamílico del ácido 4-metoxicinámico. Frecuentemente se combinan combinaciones de este tipo con filtros hidroinsolubles como, por ejemplo, ácido 2-fenilbencimidazol-5-sulfónico y sus sales de metal alcalino, alcalinotérreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio y glucamonio.

Además de las sustancias solubles mencionadas, también se toman en consideración pigmentos de protección de luz insolubles, más precisamente óxidos de metal, o sales, finamente dispersados. Ejemplos de óxidos de metal adecuados son, principalmente, óxido de zinc y dióxido de titanio. En calidad de sales pueden emplearse silicatos (talco), sulfato de bario o estearato de zinc. Los óxidos y sales se usan en forma de los pigmentos para emulsiones que cuidan y protegen la piel.

Además de los dos grupos antes mencionados de sustancias protectoras de luz primarias, también pueden emplearse protectores de luz secundarios del tipo de los antioxidantes, los cuales interrumpen la cadena de reacción fotoquímica que se activa cuando la radiación ultravioleta penetra en la piel.

Como sustancias activas biogénicas pueden estar contenidos, por ejemplo, tocoferol, acetato de tocoferol, palmitato de tocoferol, ácido ascórbico, ácido (desoxi)ribonucleico y sus productos de fragmentación, β-glucano, retinol, bisabolol, alantoina, fitantriol, pantenol, ácidos AHA, aminoácidos, ceramidas, pseudoceramidas, aceites esenciales, extractos vegetales como, por ejemplo, extracto de ciruela, extracto de nuez de Bambara y complejos vitamínicos.

En calidad de conservantes son adecuados, por ejemplo, fenoxietanol, solución de formaldehído, parabenos, pentanodiol o ácido sórbico, así como los complejos de plata conocidos bajo la denominación Surfactive® y las otras clases de sustancias listadas en el apéndice 6, partes A y B del Reglamento de cosméticos.

5 En calidad de aceites de perfume pueden mencionarse mezclas de fragancias naturales y sintéticas. Las fragancias naturales son extractos de flores, tallos y hojas, frutas, cáscaras de frutas, raíces, maderas, hierbas y pastos, agujas y ramas, resinas y bálsamos. Además, también se toman en consideración materias primas animales como, por ejemplo, algalia y castóreo, así como compuestos fragantes sintéticos del tipo de los ésteres, éteres, aldehídos, cetonas, alcoholes e hidrocarburos.

10 En calidad de colorantes pueden usarse las sustancias adecuadas y aprobadas para propósitos cosméticos. Ejemplos son rojo de cochinilla A (C.I. 16255), azul patente V (C.I.42051), indigotina (C.I.73015), clorofilina (C.I.75810), amarillo de quinolina (C.I.47005), dióxido de titanio (C.I.77891), azul de indantreno RS (C.I. 69800) y laca de alizarina (C.I.58000). Estos colorantes se emplean habitualmente en concentraciones de 0,001 a 0,1 % en peso, con respecto a toda la mezcla.

15 Sustancias con efecto hiperémico adecuadas, que estimulan el riego sanguíneo de la piel son, por ejemplo, aceites etéricos como pino carrasco, lavanda, romero, enebro, extracto de castañas de Indias, extracto de hojas de abedul, extractos de flores de heno, acetato de etilo, alcanfor, mentol, aceite de menta, extracto de romero, aceite de eucalipto, etc. Sustancias con efecto queratolítico y queratoplástico son, por ejemplo, ácido salicílico, tioglicolato de calcio, ácido tioglicólico y sus sales, azufre, etc. Sustancias anticasca adecuadas son, por ejemplo, azufre, monooleato de azufre-polietilenglicol-sorbitán, poli etoxilato de azufre-ricinol, piritona de zinc, piritona de aluminio, etc. Antiinflamatorios
20 adecuados que contrarrestan la irritación de la piel son, por ejemplo, alantoína, bisabolol, dragosantol, extracto de manzanilla, pantenol, etc.

Las composiciones cosméticas según la invención pueden contener al menos un polímero aceptable en cosméticos en calidad de sustancia activa cosmética (como también, dado el caso, en calidad de adyuvante). Esto incluye de manera muy general polímeros aniónicos, catiónicos, anfóteros y neutros.

25 Para ajustar determinadas propiedades como, por ejemplo, mejoramiento de la sensación al tacto o las propiedades de acondicionamiento, las preparaciones también pueden contener adicionalmente sustancias acondicionadoras a base de compuestos de silicio. Compuestos de silicio adecuados son, por ejemplo, polialquilsiloxanos, poliarilsiloxanos, poliarilalquilsiloxanos, polietersiloxanos o resinas de silicona.

30 Las preparaciones tensioactivas, acuosas, cosméticas también contienen agua, de preferencia en cantidades por encima de 5% en peso, preferentemente de 20 a 90 % en peso, con respecto a la preparación.

Ejemplos

Análisis de CG para determinar la proporción de mono- a diéster del éster THF-glicol

35 En la preparación del análisis de CG las muestras fueron sililadas con N-metil-N-(trimetilsilil)trifluoroacetamida (MSTFA). Para esto se mezclaron 10 µl muestra con 500 µl de MSTFA y 500 µl de isooctano y se realizó la derivatización durante 2 horas a temperatura ambiente.

La separación mediante cromatografía de gases se efectuó en un cromatógrafo de gases HP 6890: detector: FID, 410°C; columna: Zebron ZB-5HT (Phenomenex), 15 m x 0,25 mm x 0,10 µm; gas portador: hidrógeno, 4.0 mL/min; programa de temperatura: 1 min a 50°C, 35°C/min hasta 100°C, 4 min a 100°C, 12°C/min hasta 250°C, 20 min a 250°C, 50°C/min hasta 380°C, 8.4 min a 380°C.

40 Tiempo de retención típicos de los ésteres de THF-glicol:

	palmitato de THF-glicol	17.4 min
	estearato de THF-glicol	18.8 min
	behenato de THF-glicol	21.8 min
	dipalmitato de THF-glicol	40.4 min
45	palmitato/estearato de THF-glicol	40.9 min
	diestearato de THF-glicol	41.2 min
	estearato/behenato de THF-glicol	41.6 min
	dibehenato de THF-glicol	42.0 min

A) Preparación de los diésteres de 2,5-di(hidroximetil)tetrahydrofurano (abreviado diésteres de THF-glicol)

Ejemplo 1: Síntesis enzimática de estearato de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano (= 10 estearato de THF-glicol) con monoéster : diéster = 2 : 98 %; ácido graso > 98 % en peso de C18

568 g de ácido esteárico (> 98 % en peso de C18; Merck) fueron calentados a 75 °C con 134 g de 2,5-di(hidroximetil)tetra-hidrofurano en un reactor con agitación de 1 l y se mezclaron. La reacción de esterificación fue iniciada agregando 1 % en peso de Novozym® 435 (Lipasa B de Candida antarctica inmovilizada sobre un soporte de polimetacrilato). La eliminación del agua de reacción resultante se efectuó mediante una combinación de presión reducida (50 a 10 mbar) y gasificación con nitrógeno en calidad de gas de extracción (0 a 11 LN/h*kg). El transcurso de la reacción fue seguido por medio del número ácido (ISO 660) hasta que se hubo alcanzado un número ácido de ≤ 1 . Al final de las reacciones, el catalizador se separó del producto por medio de filtración.

El producto tenía un punto de fusión de: 55°C (ISO 6321). La proporción de mono- a diéster fue determinada por medio de las proporciones de áreas en el análisis de CG (véase arriba).

Ejemplo 2: Síntesis enzimática de estearato de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano (= 10 estearato de THF-glicol) con monoéster : diéster = 30% : 70%; ácido graso > 98 % en peso de C18

De modo análogo al ejemplo 1 se hicieron reaccionar 300 g de ácido esteárico (aproximadamente 98,5 % en peso de C18; Merck), con 100 g de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano. El transcurso de la reacción fue seguido mediante el número ácido (ISO 660) hasta que se hubo alcanzado un número ácido de ≤ 1 . El producto tenía un punto de fusión de 52 °C (ISO 6321).

La proporción de mono- a diéster fue determinada por medio de las proporciones de áreas en el análisis de CG (véase arriba).

Ejemplo 3: Síntesis enzimática de un diéster de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de una mezcla de ácido graso con ácido behénico con una proporción de monoéster : diéster = 8% : 92% ; ácido graso aproximadamente 60 % en peso de C22; aproximadamente 30 % en peso de C18

330 g de una mezcla técnica de ácidos grasos (aproximadamente 60% de ácido behénico, aproximadamente 30% de ácido esteárico, aproximadamente 5% de ácido araquídico, ácido palmítico, ácido lignocérico < 2 % en peso) fueron calentados con 70 g de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano en un reactor con agitador de 1 l a 85 °C, y mezclados. La reacción de esterificación fue iniciada agregando 1% en peso de Novozym® 435, comercialmente disponible. La eliminación del agua de reacción resultante fue efectuada mediante la combinación de presión reducida (50 a 10 mbar) y gasificación con nitrógeno en calidad de gas de extracción (0 a 11 LN/h*kg). El transcurso de la reacción fue seguido mediante el número ácido (ISO 660) hasta que se hubo alcanzado un número ácido de ≤ 1 . Al final de las reacciones, el catalizador se separó del producto por medio de filtración.

El producto tenía un punto de fusión de: 52°C (ISO 6321), la proporción de mono- a diéster fue determinada por medio de las proporciones de áreas en el análisis de CG (véase arriba).

Ejemplo 4: Síntesis enzimática de dipalmitato/estearato de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano (= dipalmitato/estearato de THF-glicol) con monoéster : diéster = 9% : 91% ; ácido graso aproximadamente 50 % en peso de C18 y 50 % en peso de C16

2760 g de Edenor HPA® (50% de ácido esteárico, 50% de ácido palmítico) fueron calentados con 730 g de 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano en un reactor con agitación de 5 l a 75 °C y se mezclaron. La reacción de esterificación fue iniciada agregando 1% en peso de Novozym® 435 comercialmente disponible. La eliminación del agua de reacción resultante se efectuó mediante la combinación de presión reducida (50 a 10 mbar) y gasificación con nitrógeno en calidad de gas de extracción (0 a 11 LN/h*kg). El transcurso de la reacción fue seguido por medio del número ácido (ISO 660) hasta haber alcanzado un número ácido de ≤ 1 . Al final de las reacciones, el catalizador fue separado del producto por medio de filtración.

El producto tenía un punto de fusión de: 45°C (ISO 6321), la proporción de mono- a diéster fue determinada por medio de las proporciones de áreas en el análisis de CG (véase arriba).

B) Formulación tensioactivas de base para la determinación del brillo nacarado

Se preparó la siguiente formulación de base (Tabla 1a) para la determinación del brillo perlado (* = producto comercial de la BASF Personal Care & Nutrition GmbH, así como la denominación INCI; los datos en % son % en peso de sustancia activa).

Agua desionizada	84.7 %
Sodium Laureth Sulfate [Lauril éter sulfato sódico]; Texapon N 70 ® *	8.6 %
Coco-Glucósido Plantacare 8/18®*	1.6 %

Cocoamidopropilo Betaína Dehyton PK45®*	1.4 %
Sicomet amaranito (al 1% en peso; en agua) Colour Index 16185	0.1 %
1,2 Dibromo-2,4dicianobutano y 2-fenoxietanol; Euxyl K 400®; compañía Schülke agente conservante	0.1 %
NaCl	2.5 %
Diéster de THF-glicol según la invención (= ejemplos 1 a 4))	1 %

Para la preparación de la formulación base se cargaron todos los componentes, excepto el diéster de THF-glicol usado según la invención, y fueron revueltos entre sí de manera homogénea. Revolviendo a 80 rpm la mezcla fue calentada a 80 °C. Después de haber alcanzado 80 °C, los diésteres de THF-glicol fundidos, usados según la invención, fueron agregados y durante aproximadamente 30 minutos se siguió revolviendo a 80 °C.

A continuación, la formulación fue enfriada a una velocidad de agitación de 80 rpm y con una velocidad de enfriamiento de aproximadamente 20 °C /hora a temperatura ambiente (20-23 °C).

La evaluación del efecto perlado fue realizada después de 24 horas. Como punto de referencia (= comparación) sirvió el diestearato de etilenglicol (C16/C18=50%/50%) usado como un agente de nacarado estándar en el mercado.

- 10 Resultados. Medición de brillo nacarado (determinación óptica del brillo nacarado y grado de blancura con calificaciones escolares 1-6 (1 es la mejor calificación) en la tabla 1b):

Tabla 1b) Brillo perlado de los ésteres de THF-glicol en la formulación tensioactivas según la tabla 1a)

Ésteres para el brillo perlado	Monoéster: diéster en % según el procedimiento de CG de arriba	Grado de blancura	Brillo nacarado
Punto de referencia = diestearato de etilenglicol (C16/C18=50%/50%)	10 / 90	1	1
Diestearato de THF-glicol según el ejemplo 1	2 / 98	1	1
Diestearato de THF-glicol según el ejemplo 2	31 / 69	2	2
Dipalmitato/estearato de THF-glicol (C16/C18=50%/ 50%) según el ejemplo 4	9 / 91	2	2
Dibehenato de THF-glicol según el ejemplo 3	22 / 78	1	1

Categorías de brillo perlado: 1 = el mejor; evaluación óptica mediante comparación con el punto de referencia en calidad agentes de nacarado estándar.

- 15 C) Concentrados nacarados tensioactivos con ésteres de THF-glicol + champús para el cabello con concentrado nacarado, indicaciones de cantidades se encuentran en % en peso;

Se prepararon concentrados nacarados según la tabla 2a mezclando todos los componentes según la formulación de base B. Para este propósito, la mezcla fue calentada a 80 °C durante 30 minutos, revolviendo y a continuación fue enfriada con una velocidad de enfriamiento de 15 °C por hora.

- 20 Tabla 2a) Concentrado nacarado

Composición	Referencia	R2	R3	R4	Referencia	R6	R7
Diestearato de etilenglicol(C16/C18=50%/50%); Cutina AGS®*	25	-	-	-	25	-	-
Diestearato THF-glicol según el ejemplo 1	-	25	-	-	-	25	-
Dibehenato de THF-glicol según el ejemplo 3	-	-	25	-	-	-	-

Dipalmitato/estearato de THF-glicol según el ejemplo 4	-	-	-	25	-	-	25
Ácido fórmico al 60%	0.6	0.6	0.6	0.6	-	-	-
Alcohol de coco + 4 EO Dehydol LS4 (= tensioactivo no iónico)	11	11	11	11	-	-	-
Cocoalquilglucósido Plantacare 8/18®* (= tensioactivo no iónico)	-	-	-	-	25	25	25
Betaína de ácido graso de coco Dehyton PK45®* (= tensioactivo zwitteriónico)	8	8	8	8	-	-	-
Glicerina (= poliol)	0.5	0.5	0.5	0.5	10	10	10
Agua	hasta 100						
Viscosidad de los concentrados según Brookfield husillo 5, 10 rpm [mPas]							
- según preparación, 23°C	5.000	8.000	7.500	9.000	4.000	6.000	7.000

Los concentrados nacarados se introdujeron luego a formulaciones acuosas de champú para el cabello (véase la tabla 2b) mezclando los siguientes componentes a 25 °C, así como hasta el 100% en peso de agua y agente conservante.

4 % en peso de los concentrados nacarados,

5 15 % en peso de Texapon N 70 ®* (alcohol graso de coco + 2EO-sal de sulfato sódico)

3 % en peso de Dehyton PK45 ®* (betaína de ácido graso de coco, tensioactivo zwitteriónico)

1,5 % en peso de cloruro de sodio y

1,5 % en peso de Plantacare 8/18® (= glucósido de alquilo de coco; tensioactivo no iónico)

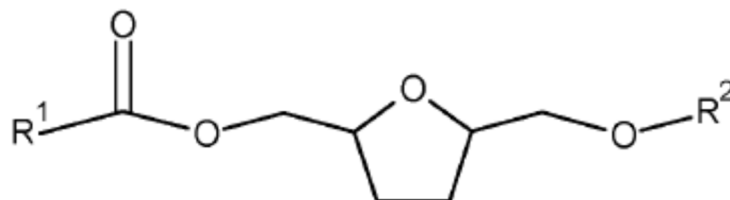
10 La evaluación del brillo nacarado se efectuó de manera óptica con una escala de 1 = brillante a 5 = opaco; el grado de blancura fue determinado de manera visual, asimismo de manera óptica, con una escala de 1-5, y se evaluó con 1 = muy blanco o 5 = menos blanco, en cuyo caso 1 es la mejor calificación.

Tabla 2b) Champú para el cabello con concentrado nacarado

Champú con concentrado nacarado	Referencia	R2	R3	R4	Referencia	R6	R7
- Brillo	1	1	1	2	1.5	1.5	2.0
- Grado de blancura	2	2	1.5	2.5	2.5	2.5	2.5

REIVINDICACIONES

1. Uso de ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I),



(I)

en la cual

- 5 R^2 representa $C(=O)R^{1'}$ y donde R^1 y $R^{1'}$, independientemente entre sí, representan un residuo alquilo de C13-C25 el cual está sustituido, dado el caso, con un grupo hidroxilo
- o
- R^2 representa hidrógeno y R^1 representa un residuo alquilo de C13-C25, el cual está sustituido, dado el caso, con un grupo hidroxilo,
- 10 o mezclas de ésteres de este tipo en calidad de cera nacarada en preparaciones tensioactivas, acuosas.
2. Uso de ésteres de la fórmula general (I) según la reivindicación 1, donde al menos uno de los residuos R^1 y $R^{1'}$ representa un residuo alquilo lineal de C13-C25.
3. Uso de ésteres de la fórmula general (I) según la reivindicación 1 o 2, donde al menos uno de los residuos R^1 y $R^{1'}$ representa un residuo alquilo de C15-C25 que se deriva de una mezcla de ácidos grasos de C16-C24 con un contenido de ácidos grasos de C18-C24 de 25 a 100 % en peso, preferentemente 35 a 99 % en peso y principalmente 45 a 99 % en peso, con respecto a la mezcla de ácidos grasos.
- 15 4. Uso de ésteres de la fórmula general (I) según una de las reivindicaciones 1 a 3, donde R^2 representa $C(=O)R^{1'}$ y los residuos R^1 y $R^{1'}$ representan un residuo alquilo de C17-C25 el cual se deriva de una mezcla de ácidos grasos de C16-C24 que contiene 45 a 99 % en peso de ácidos grasos de C18-C24.
- 20 5. Uso de ésteres de la fórmula general (I) según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, en cuyo caso las mezclas de ésteres de la fórmula (I) se usan en una proporción en la cual $R^2 = \text{hidrógeno} : R^2 = C(=O)R^{1'}$ es de 5:95 a 35:65, preferentemente de 10:90 a 30:70.
6. Concentrados nacarados para preparaciones tensioactivas, acuosas que contienen
- 25 a) 7,5 a 35 % en peso de ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I) según la reivindicación 1
- b) 0,1 a 60 % en peso de tensioactivos aniónicos, no iónicos, catiónicos, anfóteros o zwitteriónicos, o sus combinaciones
- c) 0 - 40 % en peso de polioles
- d) hasta 100 % en peso de agua.
- 30 7. Concentrados nacarados según la reivindicación 6, caracterizados porque están contenidos en cantidades de 15 a 30 % en peso de ésteres de la fórmula general (I), tal como se define en una de las reivindicaciones 1 a 5.
8. Concentrados nacarados según la reivindicación 6 o 7, caracterizados porque contienen b) tensioactivos aniónicos o tensioactivos no iónicos o combinaciones de tensioactivos no iónicos y zwitteriónicos.
- 35 9. Concentrados nacarados según una de las reivindicaciones 6 a 8, caracterizados porque contienen b) 10 a 30 % en peso de tensioactivos aniónicos o tensioactivos no iónicos o combinaciones de tensioactivos no iónicos y zwitteriónicos.
10. Procedimiento para la preparación de concentrados nacarados según una de las reivindicaciones 6 a 9, caracterizado porque se calientan los ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I) según la reivindicación 1 y los tensioactivos (b) según la reivindicación 6 y, dado el caso, los polioles (c) y hasta 100 % en peso

de agua, revolviendo, a temperaturas que se encuentran de 5 a 20 °C por encima del punto de fusión de los ésteres (a) y, a continuación, la mezcla se enfría revolviendo constantemente hasta aproximadamente la temperatura ambiente (20 a 23 °C).

- 5 11. Procedimiento para la preparación de concentrados nacarados según una de las reivindicaciones 6 a 9, caracterizado porque a una pasta acuosa de los tensioactivos (b) según la reivindicación 6 se incorporan revolviendo los ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I) según la reivindicación 1, se calientan a temperaturas que se encuentran 5 a 20 °C por encima del punto de fusión de los ésteres, se revuelven y, a continuación, la concentración deseada se ajusta con más agua y, dado el caso, polioles.
- 10 12. Uso de los concentrados nacarados según una de las reivindicaciones 6 a 9 para la preparación de preparados tensioactivos, acuosos, que tienen un efecto nacarado.
13. Uso de los concentrados nacarados según la reivindicación 12, caracterizados porque se usan en cantidades de 0,2 a 10 % en peso -con respecto al preparado.
14. Preparado tensioactivo, acuoso, que tiene efecto nacarado, que contiene 0,2 a 10 % en peso de concentrado nacarado según una de las reivindicaciones 6 a 9.
- 15 15. Preparado tensioactivo, acuoso, que contiene 0,015 a 3,5 % en peso de ésteres del 2,5-di(hidroximetil)tetrahidrofurano de la fórmula general (I) según la reivindicación 1.