

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 747 811**

51 Int. Cl.:

A61K 8/55 (2006.01)

A61K 8/44 (2006.01)

A61K 8/41 (2006.01)

A61Q 11/00 (2006.01)

A61Q 11/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.08.2012 PCT/US2012/049330**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.02.2013 WO13019953**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.08.2012 E 12746444 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2019 EP 2739263**

54 Título: **Composiciones de tensioactivo soluble en agua que tienen un sabor mejorado**

30 Prioridad:

02.08.2011 US 201161514198 P

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

11.03.2020

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:

**HOKE II, STEVEN, HAMILTON;
HAUGHT, JOHN, CHRISTIAN;
HESTER, MARC, ALAN y
CLAIR, BRIAN, DAVID**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 747 811 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 tensioactivo soluble en agua que tienen un sabor mejorado

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones de tensioactivo tratadas que tienen un sabor mejorado, conteniendo dichas composiciones tensioactivo de fosfato de monoalquilo etoxilado soluble en agua, niveles reducidos de materiales no polares no deseables y agua.

10

Antecedentes de la invención

Tradicionalmente, se ha realizado un gran esfuerzo para mejorar el sabor, color, olor o transparencia de las composiciones para el cuidado bucal, tales como dentífrico (pasta de dientes), enjuague bucal y lo similar. Debido a la naturaleza de dichas composiciones, el sabor de un producto puede ser a menudo de más importancia para los consumidores que la eficacia real o perceptible. Dado que muchos componentes para el cuidado bucal eficaces tienen un sabor, color, olor o transparencia no deseables, los esfuerzos para mejorar estas características son habituales en la técnica. Para el gusto, una manera de remediar un sabor desagradable del producto es añadir componentes adicionales, tales como sabores, que mejorarán la experiencia general del sabor para el consumidor. Sin embargo, dichos remedios pueden ser caros y puede ser difícil enmascarar en su totalidad un sabor no deseable. La mejora del color o la transparencia mediante colorantes u otros aditivos tiene problemas similares.

Se comercializan tensioactivos solubles en agua, tales como tensioactivos de amidobetaína (US2007/0004801A1) o tensioactivos de éster de alquifosfato (US-4.152.421) en diversos productos de consumo, incluidas composiciones para el cuidado bucal. Estos agentes de organofosfato de tipo tensioactivo aniónico presentan una fuerte afinidad por la superficie del esmalte y tienen suficiente propensión a la unión de superficie para desorber proteínas de película y permanecer fijados a las superficies del esmalte. Estas propiedades hacen estos materiales deseables para su incorporación en composiciones para el cuidado bucal, tales como pasta de dientes. Sin embargo, estos materiales no han sido comercializados ampliamente en composiciones para el cuidado bucal, a pesar de sus propiedades deseables. Una razón de esta falta de comercialización puede ser el perfil de sabor y/u olor negativo asociado comúnmente con los materiales de fosfato de alquilo disponibles en el mercado. Aunque el sabor puede no ser un problema en otras industrias de productos de consumo, tales como de lavado de ropa, champú o aseo personal, es un problema importante en el cuidado bucal. Similarmente, si bien los olores no deseables asociados con los materiales usados en productos de lavado de ropa, champú o para el aseo personal pueden remediarse de forma típica mediante la adición de perfume, los niveles de perfume deben mantenerse en valores mínimos en las composiciones para el cuidado bucal para la aceptación por parte del consumidor y podrían producir sabores desagradables adicionales cuando se usan. En US2010/0086498A1 se describe un sistema de sabor/perfume que comprende uno o más materiales refrescantes, que es adecuado para composiciones para el cuidado bucal.

La purificación de materiales tensioactivos a través de procesos de extracción por contacto con vapor, extracción por vacío y/o filtración con carbono (WO2011/143312A1) es también generalmente conocida para la eliminación de impurezas de forma ventajosa para aumentar la eficacia, minimizar las reacciones secundarias no deseables, y lo similar. Sin embargo, se ha descubierto que estos procesos de purificación son insuficientes para remediar los sabores y/u olores desagradables asociados con los materiales tensioactivos solubles en agua disponibles en el mercado.

Las liquid / liquid extractions (extracciones líquido/líquido - LLE) son generalmente conocidas en la técnica como útiles para separar componentes de una mezcla, en donde los constituyentes tienen diferentes polaridades que pueden separarse cuando se mezclan dentro de dos disolventes inmiscibles que forman una bicapa líquida después del mezclado. Por ejemplo, las LLE son útiles para purificar o limpiar muestras que contienen impurezas de polaridad significativamente diferente que el(los) componente(s) mayoritario(s) o deseable(s) de la muestra. Esto puede lograrse mezclando una muestra con un disolvente que es inmiscible con el líquido primario en el cual se disuelve la muestra.

La LLE se ha utilizado en el procesamiento químico para reducir o eliminar los subproductos o contaminantes indeseables. Por ejemplo, la solicitud de patente PCT WO 2008005550, concedida a Hoke y col. (Procter & Gamble) describe un procedimiento de lavado con agua para retinar impurezas polares de azufre de los aceites de menta piperita para evitar la formación de malos olores cuando se formulan en dentífricos que contienen iones estannosos. En la patente US-4.352.829, concedida a Noyes y col. (Procter & Gamble) se demostró que una extracción de cafeína del café con acetato de etilo es un proceso de descafeinado eficaz.

Sin embargo, todavía es de interés descubrir modos de mejorar el sabor general y/o el olor de los tensioactivos solubles en agua, tales como los que se usan en una composición para el cuidado bucal que sean eficaces, rentables y deseables para los consumidores.

Sumario de la invención

5 Se ha descubierto ahora sorprendentemente que los procesos de extracción líquido-líquido en los que se utilizan disolventes tales como el acetato de etilo pueden ser útiles para reducir significativamente la presencia de materiales no polares que se encuentran en las materias primas de tensioactivo solubles en agua y mejorar de este modo el perfil de olor y/o de sabor.

10 Sin limitarse a la teoría, se cree que los tensioactivos solubles en agua que previamente se pensaba tenían un mal sabor y/u olor procedente del propio material puro son de hecho sorprendentemente aceptables en términos de sabor y olor. Se ha descubierto sorprendentemente que los materiales no polares comúnmente presentes en las composiciones de tensioactivo solubles en agua disponibles en el mercado, tales como alcoholes residuales, etoxilados de alcohol, aldehídos, éteres, cetonas, alquilaminas, amidas, aminas y ésteres, pueden estar vinculados a la mayor parte de los perfiles de sabor y olor negativos asociados previamente con los propios tensioactivos. Puesto que algunos de estos materiales se utilizan a menudo en sabores y perfumes, también fue sorprendente que un nuevo proceso para extraer más eficazmente estos materiales del tensioactivo subyacente produjera dichos resultados. Por ejemplo, se suele pensar que el dodecanol y el dodecanal son seguros y útiles para su inclusión en sabores y perfumes, aunque se ha descubierto sorprendentemente que si se incluyen en composiciones de tensioactivo solubles en agua a niveles significativamente más altos, estos materiales presentan un sabor desagradable tal como amargo, jabonoso y lo similar.

20 Sin limitarse tampoco a la teoría, la extracción líquido-líquido utilizando el disolvente adecuado es más eficaz que las técnicas anteriormente conocidas para purificar dichos tensioactivos, permitiendo la incorporación de dichos tensioactivos en productos para el cuidado bucal con cualidades de sabor y/u olor negativas mínimas.

25 La presente invención se dirige por lo tanto a composiciones de tensioactivo tratadas que contienen un tensioactivo de fosfato de monoalquilo etoxilado soluble en agua y que presentan un sabor mejorado, comprendiendo dicha composición: de 10 % a 94 %, en peso de la composición, de un tensioactivo soluble en agua seleccionado de tensioactivos de fosfato de alquilo, tensioactivos de fosfato de alquilo etoxilados, tensioactivos de betaína, tensioactivos de betaína etoxilada, tensioactivos de tipo óxido de amina, y mezclas de estos; y de 3 % a 90 %, en peso de la composición, de agua; en donde la composición además comprende de 10 % a 94 %, en peso de la composición, del tensioactivo de fosfato de monoalquilo etoxilado y mezclas de estos; y menos de 4 % en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables totales seleccionados de alcoholes residuales, etoxilados de alcohol, aldehídos, éteres, cetonas, alquilaminas, amidas, aminas y ésteres; menos de 2,5 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4; menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales de amina y amida; y menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables seleccionados de aldehídos, ésteres, cetonas y ácidos orgánicos.

35 En una realización, la presente invención se refiere a aquellas composiciones en donde la composición comprende de 10 % a 50 %, en peso de la composición, de tensioactivo soluble en agua.

40 En una realización, la presente invención se refiere a aquellas composiciones en donde la composición comprende menos de 2 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables seleccionados de alcoholes residuales, etoxilados de alcohol, aldehídos, éteres, cetonas, alquilaminas, amidas, aminas y ésteres.

45 En una realización, la presente invención se refiere a aquellas composiciones en donde la composición comprende de 3 % a 20 %, en peso de la composición, de agua.

50 En una realización, la presente invención se refiere a aquellas composiciones en donde la composición comprende menos de 1 %, en peso, preferiblemente menos de 0,5 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4.

55 En una realización, la presente invención se refiere a aquellas composiciones en donde la composición comprende de 20 % a 30 %, en peso de la composición, del tensioactivo soluble en agua; de 60 % a 90 %, en peso de la composición, de agua; y menos de 2 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de alcoholes totales que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4.

60 En una realización, la presente invención se refiere a aquellas composiciones en donde la composición se ha sometido a un proceso de extracción líquido-líquido.

65 La composición de tensioactivo tratada según la presente invención puede usarse para preparar composiciones para el cuidado bucal.

Dichas composición para el cuidado bucal pueden estar en una forma seleccionada de pasta de dientes, dentífrico, gel dental, gel subgingival, colutorio, *mousse*, espuma, spray bucal, gominola, pastilla masticable, goma de mascar o producto para dentaduras postizas.

La composición para el cuidado bucal también puede incorporarse sobre tiras o películas para su aplicación o unión directa a la superficie oral.

Descripción detallada de la invención

5 La presente invención se refiere a composiciones de tensioactivo etoxilado de mono alquilo solubles en agua tratadas que tienen un sabor mejorado. Dichas composiciones contienen de 10 % a 94 %, en peso de la composición, de un tensioactivo soluble en agua seleccionado de tensioactivos de fosfato de alquilo, tensioactivos de fosfato de alquilo etoxilados, tensioactivos de betaína, tensioactivos de betaína etoxilada, tensioactivos de tipo óxido de amina, y mezclas de estos; y de 3 % a 90 %, en peso de la composición, de agua; en donde la composición además comprende de 10 % a 94 %, en peso de la composición, del tensioactivo de fosfato de monoalquilo etoxilado y mezclas de estos; y menos de 4 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables totales seleccionados de alcoholes residuales, etoxilados de alcohol, aldehídos, éteres, cetonas, alquilaminas, amidas, aminas y ésteres; menos de 2,5 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4; menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales de amina y amida; y menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables seleccionados de aldehídos, ésteres, cetonas y ácidos orgánicos.

En una realización, la composición de tensioactivo soluble en agua tratada se ha sometido previamente a un proceso de extracción líquido-líquido.

Estos elementos se describirán con más detalle a continuación.

Tensioactivo soluble en agua

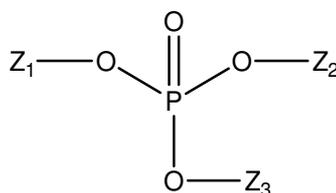
25 Las composiciones de la presente invención contienen de 10 % a 94 %, en peso de la composición de un tensioactivo soluble en agua. En una realización, las composiciones de la presente invención contienen de 10 % a 70 %, 10 % a 50 %, alternativamente de 20 % a 30 %, en peso de la composición, de un tensioactivo soluble en agua.

30 Como se utiliza en la presente memoria, “tensioactivo soluble en agua” se refiere a aquellos tensioactivos que son al menos parcialmente solubles en agua, cuando se mide a temperatura ambiente (25 °C). En una realización, el tensioactivo soluble en agua es al menos 10 % soluble en agua, alternativamente es al menos 20 % soluble en agua y, alternativamente también, al menos 30 % soluble en agua, alternativamente al menos 40 % soluble en agua.

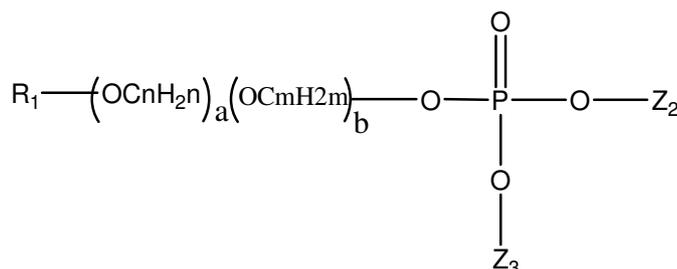
35 Los ejemplos de tensioactivos solubles en agua útiles en la presente memoria incluyen fosfatos de monoalquilo etoxilados, y mezclas de estos.

40 Los tensioactivos solubles en agua útiles en la presente memoria se seleccionan de tensioactivos aniónicos tales como fosfatos de monoalquilo etoxilados. Estos agentes tensioactivos de organofosfato presentan una fuerte afinidad por la superficie del esmalte y tienen suficiente propensión a la unión de superficie para desorber las proteínas de la película y permanecer fijados a las superficies del esmalte. Los ejemplos adecuados de compuestos de organofosfato incluyen monoésteres etoxilados, representados mediante la estructura general mostrada a continuación, en donde Z1, Z2 o Z3 pueden ser idénticos o diferentes, siendo uno un resto orgánico, seleccionado de un grupo alquilo lineal o ramificado etoxilado de 1 a 22 átomos de carbono, opcionalmente sustituido por uno o más grupos fosfato; un grupo alquilo o alquenoilo, (poli)sacárido, poliol o poliéter alcoxilado.

45



Otros agentes incluyen ésteres fosfato de alquilo o alquenoilo, representados mediante la siguiente estructura:



50

en donde R1 representa un grupo alquilo o alquenilo lineal o ramificado de 6 a 22 átomos de carbono, opcionalmente sustituido por uno o más grupos fosfato; n y m son, individualmente y por separado, de 2 a 4, y a y b individualmente y por separado, son de 0 a 20; Z2 y Z3 pueden ser iguales o diferentes y cada uno representa hidrógeno, metal alcalino, amonio, alquilamina protonada o alquilamina funcional protonada tal como alcanolamina, o un grupo R1—(OC_nH_{2n})_a(OC_mH_{2m})_b—. Los ejemplos incluyen fosfatos de alquilo y alquil (poli)alcoxilo, tales como fosfato de laurilo; Fosfato de PPG5 cetareth-10; Fosfato de laureth-1; Fosfato de laureth-3; Fosfato de laureth-9; Fosfato de trilaureth-4; Fosfato de PEG 9 C12-18; Fosfato de dilareth-10 sodio. En una realización, el alquifosfato es polimérico. Los ejemplos de fosfatos de alquilo poliméricos incluyen los que contienen grupos alcoxi que se repiten como parte polimérica, especialmente 3 o más grupos etoxi, propoxi, isopropoxi o butoxi.

Los tensioactivos de ion híbrido o anfóteros incluyen derivados de compuestos alifáticos de amonio cuaternario, fosfonio y sulfonio, en los que los radicales alifáticos pueden ser de cadena lineal o ramificada y en donde uno de los sustituyentes alifáticos contiene de aproximadamente 8 a 18 átomos de carbono y uno contiene un grupo soluble en agua aniónico, p. ej., carboxilo, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato. Los tensioactivos anfóteros incluyen tensioactivos de tipo betaína, tales como los descritos en la patente US-5.180.577, concedida a Polefka y col. Las alquildimetilbetaínas típicas incluyen decilbetaína o acetato de 2-(N-decil-N,N-dimetilamonio), coco betaína o acetato de 2-(N-coco-N, N-dimetilamonio), miristilbetaína, palmitilbetaína, laurilbetaína, cetilbetaína, cetilbetaína, estearilbetaína, etc. Las amidobetaínas se ilustran mediante la cocoamidoetilbetaína, la cocoamidopropilbetaína (CAPB) y la lauramidopropilbetaína. Los sabores no deseables asociados con frecuencia a estos tensioactivos son jabonosos, amargos, de sustancia química y/o artificial.

Los agentes de tipo organofosfato polimérico incluyen fosfato de dextrano, fosfato de poliglucósido, fosfato de alquilpoliglucósido, fosfato de poliglicerilo, fosfato de alquil-poliglicerilo, poliéter fosfatos y fosfatos de poliol alcoxilados. Algunos ejemplos específicos son PEG-fosfato, PPG-fosfato, alquil-PPG-fosfato, PEG/PPG-fosfato, alquil-PEG/PPG-fosfato, PEG/PPG/PEG-fosfato, dipropilenglicol fosfato, PEG-glicerilfosfato, PBG (polibutilenglicol)-fosfato, PEG-ciclodextrinofosfato, PEG-fosfato de sorbitán, PEG-fosfato de alquilsorbitán, y PEG-fosfato de metilglucósido. Los fosfatos no poliméricos incluyen fosfato de alquilmonoglicérido, fosfato de alquilsorbitán, fosfato de alquilmetilglucósido, fosfatos de alquilsacarosa. Los sabores no deseados asociados con frecuencia a estos tensioactivos son sabor de jabón, de sustancia química y/o artificial.

Los tensioactivos anfóteros solubles en agua incluyen, además, tensioactivos de tipo óxido de amina. Los óxidos de amina son el resultado de la oxidación de aminas terciarias, de forma típica N-óxidos de alquil dimetilo C12-C18. Por ejemplo, los tensioactivos de tipo óxido de amina pueden incluir óxido de laurildimetilamina; óxido de lauril dihidroxiethylamina; óxido de cocamidopropil amina; óxido de lauramidopropilamina; óxido de cetil dimetilamina; óxido de 3-lauramidopropil-N,N-dimetilamina.

En una realización, el tensioactivo soluble en agua se selecciona de tensioactivos de fosfato de monoalquilo etoxilados, y mezclas de estos. En una realización, el tensioactivo soluble en agua es un tensioactivo de fosfato de monoalquilo etoxilado.

40 Agua

Las composiciones de la presente invención contienen de 3 % a 90 %, en peso de la composición, de agua. En una realización, la composición incluye de 30 % a 90 %, en peso de la composición, de agua. En una realización, las composiciones de la presente invención contienen de 3 % a 20 %, alternativamente de 60 % a 90 %, alternativamente de 70 % a 80 %, en peso de la composición, de agua.

Material no polar no deseable

Las composiciones de la presente invención contienen menos de 4 % en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables totales seleccionados de alcoholes residuales, etoxilados de alcohol, aldehídos, éteres, cetonas, alquilaminas, amidas, aminas y ésteres. El peso del material no polar no deseable se mide frente al peso total del tensioactivo soluble en agua presente en la composición para identificar claramente la relación deseada entre el material no polar no deseable y el tensioactivo soluble en agua y para evitar de este modo el efecto de dilución que puede estar presente con grandes cantidades de agua.

En una realización, la composición contiene menos de 3 %, alternativamente menos de 2,5 %, alternativamente menos de 2 %, alternativamente menos de 1 %, alternativamente menos de 0,5 %, alternativamente menos de 0,25 %, alternativamente menos de 0,15 %, de materiales no polares no deseables, todo en peso del tensioactivo soluble en agua.

En una realización, la composición comprende, al menos 20 %, en peso de la composición, de un tensioactivo soluble en agua y menos de 1 %, en peso de la composición, alternativamente menos de 0,5 %, en peso de la composición, de los materiales no polares no deseables.

Como se utiliza en la presente memoria “materiales no polares no deseables” se refiere a cualquier material no polar que se halla en la composición de tensioactivo soluble en agua que debe tratarse. Los materiales no polares

no deseables se seleccionan de alcoholes residuales, etoxilados de alcohol, aldehídos, éteres, cetonas, alquilaminas, amidas, aminas y ésteres.

5 En una realización, los materiales no polares no deseables pueden ser componentes con sabor extraño seleccionados de impurezas, materiales de partida sin reaccionar, subproductos y/o contaminantes. Estos materiales no polares no deseables pueden ser descritos por los consumidores como jabonosos, amargos, metálicos, terrosos o sucios, y astringentes. El sabor jabonoso se caracteriza, típicamente, por la presencia de dodecanal o dodecanol. El sabor amargo puede producirse en presencia de alquilaminas o alcoholes.

10 La composición además comprende menos de 2,5 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4. En una realización, la composición comprende menos de 2 %, alternativamente menos de 1,5 %, alternativamente menos de 1 %, alternativamente menos de 0,75 %, alternativamente menos de 0,5 %, alternativamente menos de 0,25 %, alternativamente menos de 0,1 %, alternativamente menos de 0,05 %, alternativamente menos de 0,01 %, en peso del tensioactivo soluble en agua,
15 de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4.

La composición además comprende menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales de amina y amida. En una realización, la composición comprende menos de 0,75 %, alternativamente menos de 0,5 %, alternativamente menos de 0,25 %, alternativamente menos de 0,1 %, alternativamente menos de 0,05 %, alternativamente menos de 0,01 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales de amina y amida.
20

La composición además comprende menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables seleccionados de aldehídos, ésteres, cetonas y ácidos orgánicos. En una realización, la composición comprende menos de 0,75 %, alternativamente menos de 0,5 %, alternativamente menos de 0,25 %, alternativamente menos de 0,1 %, alternativamente menos de 0,05 %, alternativamente menos de 0,01 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares no deseables seleccionados de aldehídos, ésteres, cetonas y ácidos orgánicos.
25

En una realización, el tensioactivo soluble en agua es un fosfato de monoalquilo etoxilado. En una de estas realizaciones, la composición comprende fosfato de monoalquilo etoxilado y la composición además contiene menos de 2,5 %, alternativamente menos de 2 %, alternativamente menos de 1,5 %, alternativamente menos de 1 %, alternativamente menos de 0,5 %, alternativamente menos de 0,1 %, alternativamente menos de 0,01 %, en peso del fosfato de monoalquilo etoxilado, de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono superior a 4.
30

En una realización la composición contiene de 10 % a 50 %, alternativamente de 20 % a 30 %, del tensioactivo soluble en agua tratado, de 30 a 70 %, alternativamente de 3 % a 30 %, de agua en peso de la composición y menos de 1 % de alcoholes totales, en peso del tensioactivo soluble en agua.
35

Proceso de extracción líquido-líquido

40 En una realización, las composiciones de la presente memoria se han sometido a un proceso de extracción líquido-líquido. Como se utiliza en la presente memoria, la extracción líquido-líquido, también conocida como extracción con disolvente y reparto, se refiere a un método estándar para separar compuestos en función de sus solubilidades relativas en dos líquidos inmiscibles diferentes, aquí, agua y un disolvente. Es una extracción de una sustancia de una fase líquida a otra fase líquida. La expresión "líquido-líquido" se refiere a los dos líquidos inmiscibles diferentes que se mezclan como parte del procedimiento de extracción. Como se utiliza en la presente memoria, inmiscible se refiere a la capacidad de los dos líquidos para formar al menos dos capas cuando se mezclan entre sí. Las capas pueden formarse después de mezclar los dos líquidos y dejarlos reposar durante un período de tiempo variable o, en algunos casos, la mezcla de los dos líquidos se puede centrifugar y/o enfriar por debajo de la temperatura ambiente para ayudar a la separación.
45

50 Típicamente, en la extracción líquido-líquido, una de las fases será acuosa y la otra un disolvente orgánico lipófilo no polar, tal como éter, MTBE, diclorometano, cloroformo o acetato de etilo. La mayoría de los disolventes orgánicos flotan en la parte superior de una fase acuosa, aunque una importante excepción la constituyen la mayor parte de los disolventes halogenados.

55 El equipo utilizado típicamente en una configuración de laboratorio para la extracción líquido-líquido incluye un embudo de decantación. En una planta o laboratorio de pequeña escala, se pueden usar métodos de extracción líquido-líquido por lotes, tales como mezclando los dos líquidos y a continuación introduciéndolos en un embudo de decantación a gran escala. En la producción en plantas de mayor escala, se puede utilizar un extractor de flujo a contracorriente continuo de múltiples etapas para realizar múltiples extracciones en secuencia de forma rápida y sencilla. En una realización, el proceso incluye el uso de una máquina seleccionada de contactores centrífugos, extractores de capa fina, columnas de pulverización, columnas pulsadas y mezcladores-decantadores, y combinaciones de los mismos, en el proceso de extracción.
60

65 En muchos casos, un embudo de decantación tiene la forma de un cono con una semiesfera montada encima. Tiene un tapón en la parte superior y una válvula de cierre (grifo), en el fondo. Los embudos de decantación usados en los laboratorios se elaboran, típicamente, a partir de vidrio de borosilicato y sus válvulas de cierre son

de vidrio o PTFE. Los tamaños típicos están entre 50 ml y 3 l. En química industrial pueden ser mucho mayores y para volúmenes muy superiores se utilizan centrifugadoras.

Para utilizar un embudo de decantación, la mezcla de extracción se introduce en el embudo de decantación por la parte superior con la válvula de cierre en la parte inferior cerrada. A continuación se cierra el embudo y se agita suavemente invirtiendo el embudo repetidamente. A continuación se invierte el embudo y se abre el grifo cuidadosamente para liberar el exceso de presión de vapor. El embudo de decantación se retira para permitir la separación completa de las fases. A continuación, se abren el grifo superior e inferior y las dos fases se liberan individualmente por gravitación y se recogen por separado.

En una realización, el proceso de extracción líquido-líquido utilizará una etapa de extracción en la cual los materiales no polares no deseables se transfieren desde la fase acuosa a la fase de disolvente y seguido a continuación opcionalmente por una etapa de lavado o depuración en la cual los materiales no polares no deseables se eliminan de la fase de disolvente, seguido a continuación opcionalmente por una etapa de extracción por contacto con vapor en la que los tensioactivos solubles en agua u otros materiales se eliminan de la fase de disolvente. A continuación, la fase de disolvente se puede tratar para dejarla lista para usar de nuevo.

En una realización, el proceso incluye una etapa de recogida del tensioactivo soluble en agua desde la fase acuosa. En otra realización, después de la etapa de recogida del tensioactivo soluble en agua desde la fase acuosa, el tensioactivo soluble en agua se somete a uno o más de los siguientes:

- a) al menos una repetición de las etapas de proceso, repitiendo opcionalmente las etapas del proceso al menos 3 veces, repitiendo opcionalmente las etapas de proceso al menos 4 veces, en sucesión;
- b) una etapa de filtración adicional, opcionalmente usando filtración con carbono; y/o
- c) incorporación del tensioactivo soluble en agua en una composición para el cuidado bucal.

Composiciones para el cuidado bucal

Las composiciones de tensioactivo soluble en agua tratadas de la presente memoria pueden incorporarse en una composición para el cuidado bucal dando lugar a una composición para el cuidado bucal que tiene un mejor sabor que una que contiene un tensioactivo soluble en agua no tratado.

Como se utiliza en la presente memoria, la expresión “composición para el cuidado bucal” significa un producto que, durante el uso habitual, no es intencionadamente ingerido para los fines de una administración sistémica de determinados agentes terapéuticos, sino que se mantiene en la cavidad bucal durante un tiempo suficiente para entrar en contacto sustancialmente con todas las superficies dentales y/o tejidos bucales para los fines de la actividad oral. La composición para el cuidado bucal puede presentar diversas formas, incluidas pasta de dientes, dentífrico, gel dental, gel subgingival, colutorio, *mousse*, espuma, spray bucal, gominola, pastilla masticable, goma de mascar o producto para dentaduras postizas. La composición para el cuidado bucal también puede incorporarse sobre tiras o películas para su aplicación o unión directa a la superficie oral.

En una realización, la composición para el cuidado bucal además comprende un material abrasivo. Los ejemplos de materiales abrasivos útiles en la presente invención incluyen sílice precipitada, sílice fundida, y mezclas de estas.

Ejemplos

Ejemplo I

Tensioactivo MAP L213/S mejorado

Los materiales no polares no deseables se extrajeron de MAP L213/S (un tensioactivo de fosfato de monoalquilo en solución acuosa, suministrado por Rhodia), utilizando los procesos expuestos en la presente memoria, en donde se usó acetato de etilo (suministrado por Honeywell Burdick y Jackson, Muskegon, MI, EE. UU.) como disolvente de extracción. A continuación, los materiales extraídos se analizaron y se evaluó el MAP L213/S tratado en términos de sabor y olor después de la extracción y se comprobó que eran muy suaves, especialmente en comparación con el material MAP L213/S de partida. Los materiales no deseables retirados del material MAP L213/S suministrado en el mercado se indican a continuación en la Tabla 3. Se llevaron a cabo las siguientes etapas de proceso:

1. Se colocaron 100 gramos de MAP L213/S en un embudo de decantación limpio de 250 ml.
2. Se añadieron 100 ml de acetato de etilo al embudo de decantación, que se tapó, y se agitó vigorosamente durante aproximadamente 1 minuto.

3. Se dejó reposar a continuación el contenido del embudo de decantación durante un período de tiempo hasta que se decantaron en dos capas visiblemente diferenciables.

5 4. La capa inferior (MAP L213/S tratado) se purgó desde el embudo de decantación a un segundo embudo de decantación limpio de 250 ml.

5. El acetato de etilo se recogió por separado y se retiró para otras finalidades.

10 6. A continuación se añadió una segunda alícuota de 100 ml de acetato de etilo recién preparado al MAP L213/S tratado en el embudo de decantación y se repitieron las etapas 2-5 un total de 5 veces.

15 7. Después de la última etapa de extracción, la capa acuosa se recogió en un matraz de fondo redondo, que se colocó a continuación sobre un rotavapor (modelo RE111 suministrado por BUCHI Labortechnik AG en Flawil, Suiza). El baño de agua del rotavapor se fijó a 80 °C y se dejó funcionando hasta dejar de percibirse el olor del acetato de etilo.

20 7. A continuación, se obtuvo la masa del tensioactivo MAP L213/S tratado y se añadió agua para compensar la pérdida de masa debida a la pérdida de agua junto con la retirada de EtOAc. "Para evaluar la eficacia de extracción, las muestras tanto del componente para el cuidado bucal antes de la extracción como después de la extracción se analizaron mediante Solid Phase Microextraction (Microextracción inmersión de fase sólida - SPME) seguido de GC-MS (usando un equipo de GC modelo 6890 y un detector de espectrometría de masa modelo 5973 de Agilent, Agilent Technologies, Wilmington, DE, EE. UU.). Comparar el área del pico de impurezas en las muestras antes de la extracción y después de la extracción para determinar la eficacia de su retirada."

25 Tabla 3 - Resultados de tratamiento de LLE de fosfato de monoalquilo con EtOAc

| <u>Material no deseable</u> | <u>Tiempo de residencia (min)</u> | <u>Área del pico de control (antes de la extracción)</u> | <u>Área del pico después de la extracción</u> | <u>Reducción de área (%)</u> |
|-----------------------------|-----------------------------------|--|---|------------------------------|
| Undecano | 3,39 | 1216114 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,35 | 3218343 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,42 | 3450618 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,46 | 2311369 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,57 | 4329376 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,66 | 2547216 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 5,09 | 2406145 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 5,15 | 1220445 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 5,19 | 438095 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 5,29 | 1367495 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 5,38 | 1114436 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,45 | 674727 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,52 | 1030783 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,59 | 1218184 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,63 | 1589820 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,77 | 573418 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,80 | 220422 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,83 | 184627 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,88 | 300141 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,97 | 199647 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 5,99 | 175759 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 6,06 | 177721 | 0 | 100,0 |
| Pentadecano | 6,22 | 669888 | 0 | 100,0 |
| Metil 4,6-decadienil éter | 6,61 | 1023628 | 0 | 100,0 |
| Hexadecano | 6,83 | 1645290 | 0 | 100,0 |
| Dodecanal | 7,57 | 2654710 | 129439 | 95,1 |
| Secuencia | 7,60 | 776038 | 0 | 100,0 |
| Secuencia | 7,64 | 1108611 | 0 | 100,0 |
| Secuencia | 7,70 | 1879031 | 0 | 100,0 |
| Metil 6,8-dodecadienil éter | 7,80 | 1223734 | 0 | 100,0 |

ES 2 747 811 T3

| | | | | |
|--|-------|-----------|----------------------|-------|
| Secuencia | 7,84 | 1463962 | 0 | 100,0 |
| Secuencia | 7,95 | 3115904 | 0 | 100,0 |
| Tetrahidrofurano sustituido con butilo | 8,04 | 5371992 | 0 | 100,0 |
| Alcohol ramificado | 8,29 | 1323195 | 0 | 100,0 |
| Alcoholes ramificados | 8,38 | 4633193 | 0 | 100,0 |
| Alcoholes ramificados | 8,48 | 8500950 | 0 | 100,0 |
| Dodecanol | 8,88 | 101956289 | 932638 | 99,1 |
| Etilenglicol monododecil éter | 10,23 | 55816598 | 522217 | 99,1 |
| Dietilenglicol monododecil éter | 12,00 | 31588284 | 560933 | 98,2 |
| Trietilenglicol monododecil éter | 14,90 | 8518697 | 264967 | 96,9 |
| | | | Reducción % promedio | 99,7 |

El MAP L213/S tratado resultante que tiene una composición según la presente invención se sometió a continuación a una prueba de sabor comparativa del siguiente modo:

5 Los siguientes compuestos MAP L213/S (todos basados en el tensioactivo MAP L213/S comercializado por Rhodia) se sometieron a un panel de 6 personas para que los probasen. Cada material de MAP se diluyó a un nivel de tensioactivo al 1 % en agua destilada y se neutralizó a pH 7. Se proporcionaron muestras de 10 ml en copas de 15 ml a los panelistas. A los panelistas se les indicó que no probaran los materiales de muestra más que una vez por la mañana y una vez por la tarde para dar suficiente tiempo a aclarar el paladar entre las muestras y se les indicó que no comieran ni bebieran 15 minutos antes de la prueba. Se indicó a los panelistas que vaciaran el contenido de la copa en la boca sin tragar, se enjuagaran la boca con el producto durante 10-20 segundos, expectorasen, esperasen 10-20 segundos y a continuación evaluaran sus percepciones conforme a las siguientes categorías en una escala de 0 a 60: 1) sabor jabonoso; 2) cantidad de amargor; 3) cantidad de otros sabores extraños; 4) intensidad de “sabor jabonoso”; 5) intensidad de “sabor amargo”.

15 176 = Rhodia L213/S, lote SW10G-4636 251= Rhodia L213/S, lote 012

389 = Rhodia L213/S, lote 010

20 462= Rhodia L213/S, lote 011

937 = Rhodia L213/S, lote 001 extraído con acetato de etilo de acuerdo con las etapas de proceso indicadas anteriormente en este Ejemplo I

25 Control = Rhodia L213/S, lote 001

30 Como puede verse en la Tabla 4, el control y los ejemplos comparativos 176, 251, 389, y 462, tenían todos puntuaciones significativamente mayores para los elementos de sabor negativo tales como el sabor jabonoso, cantidad de amargor, cantidad de otros sabores extraños, intensidad de sabor jabonoso, e intensidad de sabor amargo que la composición de MAP tratada con acetato de etilo según los procesos expuesto en la presente memoria.

Tabla 4

| <u>Cualidad</u> <u>n=6</u> | CTL | 176 (Comp) | 251 (Comp) | 389 (Comp) | 462 (Comp) | 937 (Ejemplo I) |
|---|------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Sabor jabonoso | 41,25 | 47,50 | 33,75 | 30,42 | 38,75 | 12,50 |
| Cantidad de amargor | 32,50 | 44,08 | 42,08 | 39,58 | 44,58 | 5,83 |
| Cantidad de otros sabores extraños | 32,50 | 34,00 | 24,58 | 26,25 | 26,08 | 3,75 |
| Intensidad de “sabor jabonoso” | 42,08 | 45,00 | 32,00 | 28,75 | 39,25 | 7,50 |
| Intensidad de “sabor amargo” | 31,25 | 39,17 | 41,25 | 38,75 | 42,92 | 3,17 |

Ejemplo II

Tensioactivo de cocoamidopropil betaína mejorado

5 Se extrajeron materiales no polares no deseables de tensioactivo cocoamidopropil betaína, suministrado por Stepan, México SA DE CV (Matamoros, MX), usando las etapas de proceso mostradas en el Ejemplo I, salvo que se utilizaron 20 gramos de cocoamidopropil betaína y 20 ml de disolvente (en lugar de 100 gramos de MAP y 100 ml de disolvente) y solo 3 repeticiones (pasos) de las etapas 2 a 5 sustituyendo el MAP L213/S por cocoamidopropil betaína. A continuación, se analizaron los materiales extraídos y se evaluó el tensioactivo de cocoamidopropil betaína tratado en términos de sabor y olor después de la extracción y se comprobó que era muy suave, especialmente en comparación con el material de partida. Los materiales no deseables retirados del material suministrado en el mercado se indican a continuación en la Tabla 5.

15 Tabla 5 - Cocoamidopropil betaína - antes y después de 3 etapas de extracción con EtOA

| Impureza | Tiempo de residencia (min) | Área del pico de control (antes de la extracción) | Área del pico después de la extracción | Reducción de área (%) |
|-------------------------------|----------------------------|---|--|-----------------------|
| - | - | - | - | - |
| Ciclohexil benceno | 7,43 | 421510 | 0 | 100,0 |
| Dodecanal | 7,57 | 2718310 | 91634 | 96,6 |
| Dodecanoato de metilo | 8,04 | 3597403 | 12025 | 99,7 |
| Alcohol bencílico | 8,52 | 11186150 | 370371 | 96,7 |
| Tetradecanal | 8,70 | 396280 | 0 | 100,0 |
| Dodecanol | 8,87 | 1590140 | 319173 | 79,9 |
| Tetradecanoato de metilo | 9,11 | 515756 | 0 | 100,0 |
| Bifenilo | 9,19 | 2524375 | 0 | 100,0 |
| Difenil éter | 9,28 | 8312954 | 0 | 100,0 |
| Tetradecanol | 9,86 | 264984 | 0 | 100,0 |
| Secuencia | 10,16 | 1794756 | 570477 | 68,2 |
| N,N-dimetildodecanamida | 10,85 | 737881 | 0 | 100,0 |
| Ácido benzoico | 11,13 | 627445 | 70858 | 88,7 |
| Ácido dodecanoico | 11,23 | 7295585 | 295959 | 95,9 |
| N,N-dimetilpalmitamida | 11,83 | 300264 | 0 | 100,0 |
| Ácido tetradecanoico | 12,26 | 2070533 | 93129 | 95,5 |
| Dodecanamida | 12,80 | 378693 | 0 | 100,0 |
| Secuencia | 13,66 | 948057 | 515784 | 45,6 |
| Alquil dimetilamina terciaria | 14,26 | 1761483 | 495040 | 71,9 |
| | | | Reducción % promedio | 91,5 |

Ejemplo III

Tensioactivo de laurilbetaína mejorado

20 Se extrajeron materiales no polares no deseables de tensioactivo laurilbetaína, suministrado por Mason Chemical Company (Arlington Heights, IL, EE. UU.), utilizando las etapas de proceso mostradas en el Ejemplo I, sustituyendo el MAP L213/S por laurilbetaína y solo se completaron cuatro repeticiones de las etapas (pasos) 2 a 5. A continuación, se analizaron los materiales extraídos y se evaluó el tensioactivo de laurilbetaína tratado en términos de sabor y olor después de la extracción y se comprobó que era muy suave, especialmente en comparación con el material de partida. Los materiales no deseables retirados del material suministrado en el mercado se indican a continuación en la Tabla 6.

25 Tabla 6 - Laurilbetaína - antes y después de 4 etapas de extracción con EtOA

| Impureza | Tiempo de residencia (min) | Área del pico de control (antes de la extracción) | Área del pico después de la extracción | Reducción de área (%) |
|------------------|----------------------------|---|--|-----------------------|
| Isómero dodeceno | 4,14 | 268607 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,25 | 269099 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,36 | 100143 | 0 | 100,0 |

| | | | | |
|-------------------------------|------|----------|-------------------------|-------|
| Isómero dodeceno | 4,42 | 249301 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,51 | 210691 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,61 | 533604 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 4,68 | 77816 | 0 | 100,0 |
| Alquil dimetilamina terciaria | 5,83 | 119401 | 0 | 100,0 |
| Alquil dimetilamina terciaria | 6,11 | 110815 | 0 | 100,0 |
| 2-etil-1-hexanol | 6,18 | 197861 | 0 | 100,0 |
| N,N-dimetil-1-dodecanamina | 7,05 | 12603358 | 1716473 | 86,4 |
| | | | Reducción % promedio | 98,8 |

Ejemplo IV

Composiciones de dentífrico

5

Las composiciones de dentífrico preparadas con la composición de tensioactivo tratada según la presente invención se muestran a continuación como Ejemplos IVf-IVi en la Tabla 7. Estas composiciones contienen tensioactivos resultantes del proceso expuesto en la presente memoria en los Ejemplos I-III. Dichas composiciones tienen mejor sabor frente a las composiciones que contienen los tensioactivos solubles en agua disponibles en el mercado no tratados.

10

Tabla 7 - Composiciones de dentífrico

| Ingrediente | IVa | IVb | IVc | IVd | IVe | IVf | IVg | IVh | IVi |
|--|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Carbómero 956 | 0,2 | | | 0,3 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 |
| CMC | | 0,75 | 0,2 | | | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Solución de color (1 %) | 0,05 | 0,05 | 0,50 | 0,75 | 0,18 | 0,02 | 0,25 | 0,05 | 0,05 |
| Agente saborizante de gaulteria | | | | | 0,15 | | | | |
| Agente saborizante de fruta menta | | 0,55 | | | | | | | |
| Agente saborizante de menta | 0,59 | | 0,45 | | 0,42 | 1,0 | 1,2 | 1,0 | 1,0 |
| Agente saborizante de canela | | | | 0,5 | | | | | |
| WS-23 | | | 0,02 | 0,05 | 0,02 | | | | |
| WS-3 | | | 0,02 | 0,05 | 0,02 | | | | |
| MGA | | | | 0,2 | | | | | |
| Mentol | 0,52 | 0,55 | 0,56 | 0,15 | 0,58 | | | | |
| G-180 | 0,01 | 0,03 | 0,015 | 0,004 | 0,01 | 0,01 | 0,03 | 0,008 | 0,02 |
| Sorbato de potasio | | | | | | 0,004 | 0,008 | 0,004 | 0,004 |
| Poloxámero 407 | | | 1,0 | | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 |
| Polietilenglicol 300 | 3,0 | 3,0 | | 3,00 | | | | | |
| Polietilenglicol 600 | | | 2,3 | | | | | | |
| Propilenglicol | | | 10,0 | | | | | | |
| Edulcorante | 0,46 | 0,5 | 0,45 | 0,4 | 0,58 | 0,4 | 0,4 | 0,4 | 0,4 |
| Sílice abrasiva | 22,0 | 31,0 | 20,0 | 21,0 | 17,0 | 15,0 | 15,0 | 15,0 | 15,0 |
| Benzoato sódico | | | | | | 0,004 | 0,004 | 0,004 | 0,004 |
| Espesante de sílice | | | 2,0 | | | 7,0 | 7,0 | 7,0 | 7,0 |
| Bicarbonato sódico | | 1,50 | 9,0 | | | | | | |
| Carbonato sódico | | 0,50 | | | | | | | |
| NaOH sol. al 50 % | | | 1,74 | 2,20 | | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Lauril Sulfato de Na según el Ejemplo IV | 4,0 | 5,0 | 3,0 | 4,0 | 4,0 | | | 3,0 | 2,0 |
| Fluoruro sódico | | | | | | 0,243 | 0,243 | 0,243 | |
| MFP de sodio | 0,76 | 0,76 | 0,76 | 0,76 | 0,76 | | | | 0,76 |
| Glicerina USP 99,7 % | 9,0 | 11,9 | 33,0 | 9,0 | | | | | |

ES 2 747 811 T3

| | | | | | | | | | |
|--|------|-----------|------|------|------|------|------|------|------|
| Sol. sorbitol USP | 24,3 | 24,5 | 4,0 | 44,7 | 56,9 | 43,0 | 43,0 | 40,0 | 38,0 |
| Pirofosfato tetrasódico, anhidro | 2,05 | 5,04 5 | 3,85 | | 3,85 | | | | |
| Pirofosfato tetrapotásico (sol. al 60 %) | 6,38 | | | | | | | | |
| Pirofosfato sódico ácido | 2,1 | | | 4,0 | 1,0 | 4,3 | 4,5 | 4,5 | 2,0 |
| Fosfato de monoalquilo según el Ejemplo I | | | | | | 3,5 | 6,7 | 3,5 | 3,5 |
| Cocoamidopropil betaina (sol. al 30 %) según el Ejemplo II | | | | | | 3,5 | | | |
| Dióxido de titanio | 0,5 | | 1,0 | | 0,25 | 0,3 | 0,3 | 0,2 | 0,2 |
| Pellets de TiO ₂ /cera de carnauba | | 0,6 | | 0,3 | | | | | |
| Goma xantano | 0,6 | | 0,4 | 0,45 | 0,7 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 |
| Agua | C.S. | C.S. | C.S. | C.S. | C.S. | C.S. | C.S. | C.S. | C.S. |

Ejemplo V

Tensioactivo de tipo óxido de amina mejorado

5 Se extrajeron materiales no polares no deseables del tensioactivo N-óxido de N,N-dimetildodecilamina (de tipo óxido de amina) (~30 % de solución acuosa), suministrado por Sigma Aldrich Corporation (St. Louis, MO, EE. UU.) usando las etapas de proceso mostradas en el Ejemplo I, sustituyendo el MAP L213/S por óxido de amina. De forma adicional, se utilizó un evaporador giratorio diferente (modelo EL131 BUCHI Labortechnik AG in Flawil, Suiza) para eliminar el EtOAc residual. Durante el tratamiento en el rotavapor, se aplicó también un vacío mediante una bomba de bajo vacío (General Electric modelo SKC36PN435GX, Fort Wayne, IN, EE. UU.), controlada mediante ajuste manual con una abrazadera añadida a un segmento de tubo conectado en T entre la entrada de la bomba y el rotavapor. Se aumentó el vacío hasta que el tensioactivo comenzó a burbujear suavemente. Al aplicar vacío, se aumentó significativamente la velocidad de eliminación de EtOAc residual. A continuación se analizaron los materiales de óxido de amina antes y después de la extracción mediante SPME GC-MS de inmersión (equipo de GC modelo 7890 de Agilent y un detector de espectrometría de masa modelo 5975 de Agilent Technologies, Wilmington, DE, EE. UU.), y el tensioactivo de tipo óxido de amina tratado se evaluó en términos de sabor y olor después de la extracción y se demostró que era muy suave, especialmente en comparación con el material de partida. Los análisis de GC-MS para este ejemplo se realizaron en un momento posterior con un equipo más nuevo y los tiempos de residencia resultantes son ligeramente mayores que para otros ejemplos. Los materiales no deseables retirados del material suministrado en el mercado se indican a continuación en la Tabla 8.

Tabla 8 - Resultados de tratamiento de LLE de óxido de amina con EtOAc

| <u>Material no deseable</u> | <u>Tiempo de residencia (min)</u> | <u>Área del pico de control (antes de la extracción)</u> | <u>Área del pico después de la extracción</u> | <u>Reducción de área (%)</u> |
|-----------------------------|-----------------------------------|--|---|------------------------------|
| Decano | 3,45 | 729450 | 0 | 100,0 |
| N,N-dimetilhidroxilamina | 4,198 | 5799292 | 0 | 100,0 |
| Undecano | 4,326 | 1,58E+08 | 0 | 100,0 |
| Isómero undeceno | 4,613 | 2433592 | 0 | 100,0 |
| Isómero undeceno | 4,663 | 514924 | 0 | 100,0 |
| Isómero undeceno | 4,696 | 4576558 | 0 | 100,0 |
| Isómero undeceno | 4,731 | 3314628 | 0 | 100,0 |
| Isómero undeceno | 4,873 | 13478025 | 0 | 100,0 |
| Isómero undeceno | 4,981 | 7185801 | 0 | 100,0 |
| Dodecano | 5,262 | 97542837 | 275259 | 99,7 |
| Isómero dodeceno | 5,517 | 1722855 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 5,564 | 256787 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 5,594 | 1970807 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 5,637 | 1,34E+08 | 20278565 | 84,9 |
| Isómero dodeceno | 5,686 | 1713571 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 5,749 | 5157893 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodeceno | 5,847 | 2337409 | 0 | 100,0 |

ES 2 747 811 T3

| | | | | |
|-----------------------------------|--------|----------|---------------------------|-------|
| Tridecano | 6,079 | 60387770 | 0 | 100,0 |
| Tetrahidrofurano sustituido | 6,211 | 741293 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 6,304 | 934388 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 6,373 | 2370074 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 6,411 | 1509006 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 6,514 | 5357518 | 0 | 100,0 |
| Isómero trideceno | 6,61 | 2493787 | 0 | 100,0 |
| Tetradecano | 6,808 | 88989028 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 7,013 | 648872 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 7,075 | 793547 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 7,119 | 51889810 | 6298997 | 87,9 |
| Isómero metil tetradecano | 7,184 | 1406294 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 7,209 | 1387502 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradeceno | 7,301 | 1082259 | 0 | 100,0 |
| Pentadecano | 7,469 | 10662978 | 0 | 100,0 |
| Secuencia | 7,683 | 3450057 | 0 | 100,0 |
| Metil 4,6-decadienil éter | 7,863 | 19513653 | 0 | 100,0 |
| Hexadecano | 8,094 | 34907941 | 0 | 100,0 |
| Isómero undecanona | 8,166 | 258835 | 0 | 100,0 |
| N,N-dimetil-1-dodecanamina | 8,304 | 76976187 | 228611 | 99,7 |
| Undecanol | 8,381 | 5483997 | 0 | 100,0 |
| Dimetil undecanona | 8,421 | 1533470 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodecanona | 8,582 | 394239 | 0 | 100,0 |
| Heptadecano | 8,681 | 4445134 | 0 | 100,0 |
| Isómero dodecanona | 8,783 | 537729 | 0 | 100,0 |
| Dodecanal | 8,824 | 16858547 | 3586725 | 78,7 |
| Tetrahidrofurano sustituido | 8,956 | 4420861 | 0 | 100,0 |
| Metil 6,8-dodecadienil éter | 9,056 | 13713367 | 0 | 100,0 |
| Octadecano | 9,238 | 23859062 | 0 | 100,0 |
| Ácido dodecanoico, éster metílico | 9,303 | 6560940 | 0 | 100,0 |
| N,N-dimetil-1-tetradecanamina | 9,358 | 26094804 | 3499984 | 86,6 |
| Isómero tetradecanona | 9,737 | 1458218 | 0 | 100,0 |
| Nonadecano | 9,768 | 1489949 | 0 | 100,0 |
| Amida desconocida | 9,864 | 255865 | 0 | 100,0 |
| Isómero tetradecanona | 9,923 | 589980 | 0 | 100,0 |
| Amida desconocida | 10,048 | 341466 | 0 | 100,0 |
| Dodecanol | 10,137 | 40526459 | 856635 | 97,9 |
| Isómero pentadecanona | 10,273 | 4602974 | 0 | 100,0 |
| Tetradecanoato de metilo | 10,374 | 1435045 | 0 | 100,0 |
| Isómero pentadecanona | 10,451 | 1668318 | 0 | 100,0 |
| Tetradecanol | 11,128 | 9874928 | 0 | 100,0 |
| N,N-dimetildodecanamida | 12,113 | 44118371 | 65123 | 99,9 |
| p-diciclohexilbenceno | 12,445 | 2523931 | 0 | 100,0 |
| N,N-dimetiltetradecanamida | 13,048 | 14118245 | 679312 | 95,2 |
| Éster de ácido dodecanoico | 14,154 | 24988729 | 0 | 100,0 |
| Éster de ácido dodecanoico | 15,662 | 2168393 | 0 | 100,0 |
| | | | Reducción % promedio = | 98,9 |

Salvo que se indique lo contrario, los artículos “un”, “una” y “el”, “la” significan “uno o más”.

5 En la presente memoria, “que comprende” significa que se pueden añadir otras etapas y otros ingredientes que no afectan al resultado final. Este término abarca los términos “que consiste en” y “que esencialmente consiste en”. Las

composiciones y los métodos/procesos de la presente invención pueden comprender, consistir en y esencialmente consistir en los elementos y limitaciones esenciales de la invención descritos en la presente memoria, así como cualquiera de los ingredientes, componentes, etapas o limitaciones adicionales u opcionales descritos en la presente memoria.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición de tensioactivo tratado que contiene un tensioactivo de fosfato de monoalquilo etoxilado soluble en agua y que presenta un sabor mejorado, comprendiendo dicha composición:
- 10 a) de aproximadamente 10 % a aproximadamente 94 %, en peso de la composición, de un tensioactivo soluble en agua seleccionado de tensioactivos de fosfato de alquilo, tensioactivos de fosfato de alquilo etoxilados, tensioactivos de betaina, tensioactivos de betaina etoxilada, tensioactivos de óxido de amina, y mezclas de estos; y
- 15 b) de aproximadamente 3 % a aproximadamente 90 %, en peso de la composición, de agua;
- 20 c) en donde la composición además comprende de 10 % a 94 %, en peso de la composición, del tensioactivo de fosfato de monoalquilo etoxilado y mezclas de estos: y;
- i) menos de 4 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares totales;
- ii) menos de 2,5 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4;
- iii) menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales de amina y amida; y
- iv) menos de 1 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares seleccionados de aldehídos, ésteres, cetonas, y ácidos orgánicos.
- 25 2. Una composición según la reivindicación 1, en donde la composición comprende de 10 % a 50 %, en peso de la composición, de tensioactivo soluble en agua.
- 30 3. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición comprende menos de 2 %, en peso del tensioactivo soluble en agua, de materiales no polares seleccionados de alcoholes residuales, etoxilados de alcohol, aldehídos, éteres, cetonas, alquilaminas, amidas, aminas y ésteres.
4. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición comprende menos de 1 %, en peso, preferiblemente menos de 0,5 % en peso del tensioactivo soluble en agua, de alcoholes que tienen una longitud de cadena de carbono de más de 4.