



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: 2 270 588

(51) Int. Cl.:

C11D 1/66 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

Т3

- 86 Número de solicitud europea: 99911265 .9
- 86 Fecha de presentación : **10.03.1999**
- 87 Número de publicación de la solicitud: 1062310 87 Fecha de publicación de la solicitud: 27.12.2000
- (54) Título: Alcanolamidas mejoradas.
- (30) Prioridad: **11.03.1998 US 38736**

- (73) Titular/es: MONA INDUSTRIES. Inc. 76 East 24th Street Paterson, New Jersey 07544, US
- Fecha de publicación de la mención BOPI: 01.04.2007
- (72) Inventor/es: Perella, James, E.; Komor, Joseph, A.; Fost, Dennis, L. y Katstra, Richard, D.
- (45) Fecha de la publicación del folleto de la patente: 01.04.2007
- (74) Agente: Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 270 588 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

Alcanolamidas mejoradas.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a alcanolamidas mejoradas útiles como surfactantes y, más particularmente, a monoalcanolamidas modificadas que son líquidas a temperatura ambiente, así como al método para su preparación.

Antecedentes de la invención

Los surfactantes no iónicos son bien conocidos y han conseguido una importancia comercial cada vez mayor. Los mismos abarcan una amplia variedad de compuestos que tienen diversas estructuras y aplicaciones. Un tipo de surfactantes no iónicos son las alcanolamidas las cuales son condensados, por ejemplo, de ácidos grasos con alcanolaminas tales como monoetanolamina (MEA), dietanolamina (DEA) y monoisopropanolamina (MIPA), y se han utilizado en diversas formulaciones cosméticas, de higiene personal, de uso doméstico e industriales.

Las alcanolamidas son utilizadas ampliamente en sistemas generalmente líquidos, tales como detergentes y productos de higiene personal, líquidos, como estabilizantes de espumas, como aditivos aportadores de viscosidad, solubilizantes y similares, en formulaciones para trabajar con metales como lubricantes, agentes controladores de la viscosidad, inhibidores de la corrosión y en otras diversas aplicaciones. Las alcanolamidas utilizadas como componentes en tales sistemas son etanolamidas y/o isopropanolamidas, tales como monoetanolamidas, dietanolamidas e isopropanolamidas, en donde el radical acilo del ácido graso contiene habitualmente de 8 a 18 átomos de carbono. Dichas dialcanolamidas son normalmente líquidas, mientras que las monoalcanolamidas son sólidas y tienen puntos de fusión de 40 a 90°C aproximadamente. Hasta ahora, las alcanolamidas especialmente satisfactorias han sido las dietanolamidas tales como aquellas derivadas de ácidos grasos mixtos de aceite de coco o fracciones especiales que contienen, por ejemplo, ácidos grasos C₁₂ a C₁₄ predominantemente. Estas alcanolamidas se encuentra generalmente en forma líquida lo cual simplifica enormemente su uso.

Hasta el presente, las monoalcanolamidas no han sido disponibles en forma líquida, lo cual ha limitado su uso en muchas aplicaciones. En los últimos años, debido a intereses y restricciones legales, la tendencia de las formulaciones se ha desplazado hacia el uso cada vez mayor de las monoalcanolamidas; al ser sólidos dichos productos, los mismos son más difíciles de manipular y su uso presenta inconvenientes en los procedimientos de producción a gran escala. Por tanto, sería altamente conveniente poder combinar las características de comportamiento de las monoetanolamidas con productos que presenten características físicas de líquidos en condiciones ambientales o por debajo de estas últimas.

Otro grupo básico bien conocido de surfactantes no iónicos son los derivados polioxilados, representados principalmente por compuestos polietoxilados y polipropoxilados, los cuales se emplean ampliamente como emulsionantes y detergentes pero que no proporcionan las ventajas de las alcanolamidas en conexión, por ejemplo, con la estabilización de espumas y aportación de viscosidad. Se han realizado intentos en el pasado para utilizar óxido de etileno como un agente de aducción para alcanolamidas con el fin de modificar las propiedades de las alcanolamidas de un modo favorable, incluyendo posiblemente la reducción de la temperatura de congelación de las monoetanolamidas. Si bien se comprobó que los aductos de óxido de etileno de alcanolamidas proporcionaban composiciones con ciertas propiedades modificadas, la cantidad de óxido de etileno necesario para conseguir cambios en las propiedades físicas de las alcanolamidas se tradujo en productos que se asemejaban más estrechamente a los compuestos de polioxietileno, y tales derivados no conservaban muchas de las características de las alcanolamidas que resultaban sumamente deseables.

La JP8337560-A está dirigida a mezclas de compuestos de alcanolamidas de polioxipropileno-ácidos grasos preparados haciendo reaccionar un éster de alquilo de ácido graso con una alcanolamida, seguido por una opcional etoxilación y posterior propoxilación.

La WO-9208690-A describe un método para la producción de etoxilato de etanolamida en presencia de una amina terciaria que carece de protones que reaccionan con óxido de alquileno.

La invención proporciona además un método para la preparación de una composición surfactante de monoetanolamida modificada que tiene una temperatura de congelación de 20°C o inferior, que comprende:

(a) proporcionar una composición de monoetanolamida, preparada a partir de triglicérido, representada por la fórmula (2)

$$\begin{array}{c|c}
O & CH_2 - CH_2 - OH \\
\hline
R - C - N & (2)
\end{array}$$

en donde

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono; y

(b) reaccionar 1 mol de dicha composición de monoetanolamida en presencia de un catalizador adecuado con 1-6 moles de óxido de propileno, óxido de butileno o mezclas de los mismos, para formar una composición surfactante de monoetanolamida modificada que es sustancialmente líquida a 25°C o menos.

En consecuencia, la presente invención proporciona una composición surfactante de monoetanolamida modificada derivada de una monoetanolamida preparada a partir de triglicérido, que tiene una temperatura de congelación de 20°C o inferior, de fórmula (1)

20 en donde

15

25

35

40

50

55

60

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono,

B es CH₃ o -CH₂-CH₃, y

x es de 1 a 6;

siendo dicha composición de monoetanolamida modificada sustancialmente líquida a temperatura ambiente o por debajo de esta última y siendo adecuada por exhibir propiedades de estabilización de espuma y de aportación de viscosidad.

La invención también proporciona el uso de una composición de monoetanolamida preparada a partir de ésteres de glicéridos, para formar una composición surfactante de monoetanolamida modificada de fórmula (1)

en donde

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono,

B es CH₃ o -CH₂-CH₃, y

x es de 1 a 6;

que tiene una temperatura de congelación de 20°C o inferior y que es sustancialmente líquida a 25°C o menos.

Resumen de la invención

En consecuencia, un objeto de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento para preparar composiciones surfactantes de monoetanolamidas modificadas que tienen una temperatura de congelación menor de 25°C, que preferentemente son líquidas a temperatura ambiente o inferior (por ejemplo, 25°C o inferior) y que exhiben propiedades de estabilización de espuma, aportación de viscosidad y otras características surfactantes deseables de los surfactantes de dialcanolamida y monoalcanolamida sin modificar.

Otro objeto de la presente invención consiste en proporcionar un nuevo procedimiento para la preparación de una composición surfactante de monoetanolamida mejorada mediante reacción de una composición surfactante de monoetanolamida que tiene una temperatura de congelación de alrededor de 40°C o mayor con una cantidad de óxido de propileno o butileno suficiente para preparar una composición surfactante de monoetanolamida modificada que tiene una temperatura de congelación de 20°C o inferior y que exhibe sustancialmente las características surfactantes de las composiciones surfactantes de dialcanolamida y de la monoetanolamida reactante.

Un objeto más de la presente invención consiste en proporcionar una composición surfactante de monoetanolamida modificada mejorada que tiene una temperatura de congelación menor de 20°C, que preferentemente es líquida a temperatura ambiente (25°C) o inferior y que exhibe características de estabilización de espuma, aportación de viscosidad y características similares de los surfactantes de dialcanolamida y monoalcanolamida.

Otro objeto consiste en proporcionar preparados cosméticos y otros preparados para la higiene personal que contienen surfactantes de monoetanolamidas modificadas que presentan temperaturas de congelación de 20°C o menores.

Otro objeto más de la presente invención consiste en proporcionar composiciones para trabajar con metales y otras composiciones para diversas aplicaciones de uso doméstico e industriales que contienen surfactantes de monoetanolamida modificada que presentan temperaturas de congelación de 20°C o menos.

Estos y otros objetos llegarán a ser evidentes a partir de la siguiente descripción.

Las composiciones de monoetanolamida modificada de la presente invención que son sustancialmente líquidas a temperatura ambiente o inferior, tienen preferentemente una temperatura de congelación de 20°C o con suma preferencia aún más baja, exhiben de manera sorprendente e inesperada la mayoría, si no todas, de las características surfactantes de las composiciones surfactantes de dialcanolamida, tales como propiedades de estabilización de espuma y aportación de viscosidad, al mismo tiempo que conservan prácticamente todas las propiedades favorables de las monoetanolamidas a partir de las cuales se preparan las composiciones.

Según otro aspecto de la presente invención, se proporcionan composiciones cosméticas y para la higiene personal que comprenden al menos 0,1% en peso de una composición surfactante de monoetanolamida modificada preparada a partir de triglicéridos y que es sustancialmente líquida a temperatura ambiente o inferior y que se puede representar por la fórmula

en donde

15

2.5

30

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono,

40 x es de 1 a 6.

Según otro aspecto más de la presente invención, se proporcionan composiciones para trabajar con metales y productos de limpieza de uso doméstico que preferentemente se encuentran en forma líquida y comprenden al menos 0,1% en peso de una composición surfactante de monoetanolamida modificada preparada a partir de triglicéridos, la cual es sustancialmente líquida a temperatura ambiente o inferior y que se puede representar por la fórmula

en donde

50

55

60

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono,

x es de 1 a 6.

Descripción de las modalidades preferidas

De acuerdo con la presente invención, se proporcionan materiales y métodos que mejoran las propiedades de una clase bien conocida y ampliamente utilizada de composiciones surfactantes no iónicas, haciendo que las mismas sean un grupo fácilmente manipulable, así como fácil y económicamente disponibles para utilizarse en una variedad de aplicaciones cosméticas, de higiene personal, de uso doméstico e industriales.

El método de esta invención se aplica al tratamiento de una composición surfactante de monoetanolamida que tiene en general una temperatura de congelación de 40°C o mayor, mediante reacción de la composición de monoetanolamida normalmente sólida, en presencia de un catalizador adecuado, preferentemente hidróxido potásico o alcoholato sódico, con una cantidad de óxido de butileno o preferentemente óxido de propileno solo suficiente para preparar una composición derivada de monoetanolamida que es sustancialmente líquida a temperatura ambiente (25°C) y que tiene preferentemente una temperatura de congelación de 20°C o inferior. Las composiciones derivadas de monoetanolamida que se preparan de acuerdo con la puesta en práctica de la presente invención, exhiben propiedades surfactantes tales como estabilización de la espuma y aportación de viscosidad, así como otras características deseables que son similares a las exhibidas por las dialcanolamidas y que son prácticamente las mismas que aquellas proporcionadas por las composiciones de monoetanolamida sin modificar. Además, las composiciones derivadas de monoetanolamida de la presente invención que son sustancialmente líquidas a temperatura ambiente o inferior, no son conocidas por presentar problemas toxicológicos o medioambientales indeseables.

En general, el método de la presente invención se puede efectuar tratando una composición de monoetanolamida que tiene la fórmula

en donde:

20

25

35

45

50

55

60

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, de 3-21, preferentemente 8-18 átomos de carbono;

con una cantidad de óxido de propileno, óxido de butileno o mezclas de los mismos, en presencia de un catalizador adecuado, tal como hidróxido potásico, alcoholato sódico y similares, que es solo suficiente para formar una composición derivada de monoetanolamida que es líquida a temperatura ambiente o inferior y que, preferentemente, conserva sustancialmente las características surfactantes de la composición de monoetanolamida sin modificar.

La reacción de la composición de monoetanolamida con óxido de propileno, óxido de butileno o mezclas de los mismos para incorporar uno o más moles de óxido de alquileno en la alcanolamida de acuerdo con la invención, se puede efectuar empleando cualquier método bien conocido. El grado de alcoxilación de la composición de monoetanolamida a tratar es importante pero se puede variar en función del peso molecular de la composición de monoetanolamida y del grado de insaturación de la mitad alquilamida grasa tal como se expresa por el índice de yodo de la misma, por adición de 1 a 6 moles, preferentemente de 1 a 4 moles, de óxido de propileno, óxido de butileno o mezclas de los mismos por mol de monoetanolamida. Sin embargo, el número de moles de óxido de alquileno utilizado, como el indicado anteriormente, deberá ser solo la cantidad suficiente para producir una composición derivada de monoetanolamida que es sustancialmente líquida a temperatura ambiente y que preferentemente tiene una temperatura de congelación de 20°C o más preferentemente inferior.

Las composiciones de monoetanolamidas normalmente sólidas, adecuadas para utilizarse en la preparación de composiciones de monoetanolamida modificada de la presente invención, que tienen una temperatura de congelación de 20°C o preferentemente inferior, de acuerdo con la práctica de la presente invención, son bien conocidas e incluyen aquellas derivadas de triglicéridos. Ejemplos de triglicéridos adecuados a partir de los cuales se pueden preparar las composiciones de monoetanolamida incluyen ésteres de glicéridos como los encontrados en aceite de coco, aceite de palma, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de pescado, grasa de sebo, grasa de leche, manteca y otras fuentes naturales, o bien pueden ser de origen sintético.

Las composiciones surfactantes de monoetanolamida modificada de la presente invención, que se preparan de acuerdo con la práctica de la presente invención, pueden ser representadas por la fórmula

en donde

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21, preferentemente 8-18 átomos de carbono

B es CH₃ o -CH₂-CH₃, y

x es de 1 a 6.

Como se ha indicado, las composiciones de monoetanolamida que son sólidos céreos que funden a elevada temperatura y que se convierten a los derivados de monoetanolamida de la presente invención, se pueden preparar de cualquier manera adecuada y para ello son bien conocidos numerosos procedimientos para su producción. Las composiciones surfactantes de monoetanolamida modificada de la presente invención, que son líquidas a temperatura ambiente y que preferentemente tienen una temperatura de congelación de 20°C o inferior, conservan las propiedades surfactantes y otras propiedades generalmente útiles y deseables de las composiciones de monoetanolamida a partir de las cuales se preparan, así como aquellas exhibidas por las composiciones de dietanolamida que son bien conocidas y ampliamente utilizadas.

El grado de alcoxilación, es decir el número de agrupaciones "x" en la fórmula anterior, se puede variar pero solo dentro de límites estrechos. Las composiciones derivadas de monoetanolamida de la invención que son aductos de solo una cantidad suficiente de óxido de butileno o, preferentemente, óxido de propileno por mol de monoetanolamida, de 1-6 moles, preferentemente de 1-4 moles, de óxido de alquileno, de manera sorprendente e inesperada son líquidas a temperatura ambiente y tienen preferentemente una temperatura de congelación de 20°C o inferior, al mismo tiempo que conservan convenientemente las características surfactantes deseables de las composiciones de monoetanolamida sin modificar, exhibiendo también las propiedades surfactantes de las dietanolamidas. Dependiendo del peso molecular y grado de insaturación de la mitad alquilamida grasa de la composición de monoetanolamida, tal como se expresa por el índice de yodo (I.Y.) de la misma, las composiciones derivadas de monoetanolamida de la presente invención contendrán una cantidad de óxido de propileno con respecto a la composición derivada de monoetanolamida del orden de al menos 22% en peso a 57% en peso, o una cantidad de óxido de butileno con respecto a la composición derivada de monoetanolamida del orden de 40% en peso a 60% en peso, aunque en el caso de las composiciones de monoetanolamida que contienen mitades amida saturadas de alto peso molecular (índices de yodo de 0), puede ser conveniente que la cantidad de óxido de propileno y/u óxido de butileno con respecto al derivado de monoetanolamida sea de alrededor de 60% en peso o mayor.

Las nuevas composiciones de monoetanolamida modificadas de la invención exhiben muchas de las propiedades bien conocidas de las dietanolamidas, tales como estabilización de espuma y aportación de viscosidad, así como otras propiedades deseables, tales como emulsificación de materiales a base de aceite, solubilización de fragancias y colorantes y tintes para el cabello, humectación de fibras naturales y sintéticas, compatibilidad con surfactantes aniónicos y detergentes y similares, al mismo tiempo que muestran temperaturas de congelación que son sustancialmente más bajas que aquellas de las composiciones de monoetanolamida sin modificar, siendo así fáciles de formular en una amplia variedad de sistemas cosméticos, de higiene personal, de uso doméstico e industriales. De manera sorprendente e inesperada, se ha comprobado que si bien la alcoxilación de monoetanolamidas con cantidades pequeñas y controladas de óxido de propileno u óxido de butileno, de acuerdo con la práctica de la invención, proporciona derivados de monoetanolamida que son líquidos a temperatura ambiente o inferior y retienen todas o la mayoría de las características surfactantes deseables de las monoetanolamidas y dietanolamidas sin modificar, las reacciones que implican el tratamiento de composiciones de monoetanolamida habitualmente sólidas con cinco o más moles de óxido de etileno en presencia de un catalizador adecuado, son útiles en la formación de derivados de las mismas que son sólidos fluibles o geles a temperatura ambiente (20-25°C), pero los derivados de monoetanolamidas, tales como estabilización de espuma y aportación de viscosidad.

Por tanto, otro aspecto de la invención consiste en el uso de las nuevas composiciones de la invención, por ejemplo en preparados cosméticos y similares, especialmente en preparados para el cuidado del cabello y tratamiento de la piel. A este respecto, las formulaciones para la higiene personal pueden ser champús, colorantes para el cabello, acondicionadores del cabello, productos para el baño y cremas y lociones para el tratamiento de la piel. Otras formulaciones en donde se pueden emplear las propiedades de las nuevas composiciones de la invención incluyen cremas de maquillaje, protectores solares, lápiz de labios, polvos comprimidos, tóners para piel, antitranspirantes y similares. Los champús a los cuales se han incorporado las nuevas composiciones de monoetanolamida modificada de la invención en cantidades de 0,1 a 10% en peso o mayor y que contienen hasta 30% en peso aproximadamente de sustancias con actividad detergente, además de agua y posiblemente otros ingredientes, se traducen en composiciones que tienen las propiedades deseadas de estabilidad de la espuma y aportación de viscosidad, así como otras muchas características deseables.

En cualquiera de los productos para la higiene personal antes mencionados se pueden incorporar aditivos convencionales tales como perfumes, conservantes, agentes complejantes, opacificantes, agentes desarrolladores del brillo y similares.

Las nuevas composiciones de monoetanolamida modificada se pueden añadir también a una amplia variedad de formulaciones de uso doméstico e industriales en donde han resultado ser útiles como detergentes, agentes para trabajar con metales y agentes lubricantes, emulsionantes, agentes anticorrosión para productos metálicos y otras diversas composiciones para higiene personal, uso doméstico e industriales, líquidas y/o a base de agua, en donde resultan útiles las composiciones de dietanolamida y de monoetanolamida sin modificar. La preparación de composiciones específicas de la invención se ilustra en los siguientes ejemplos los cuales se ofrecen únicamente con fines ilustrativos y no han de ser considerados de modo alguno como limitativos del alcance de la misma.

Ejemplo 1

Un matraz de tres cuellos equipado con agitador, termómetro, condensador de hielo seco, manto de calentamiento y embudo de adición, se carga con 125 g de una monoetanolamida de coco sólida comercialmente disponible que tiene el nombre comercial de MONOAMID CMA, preparada a partir de aceite de coco y monoetanolamina. La monoetanolamida sólida (temperatura de congelación 63°C; índice de yodo (I.Y.) 9) se funde a 70-80°C, se añaden 0,9 g de catalizador de hidróxido potásico al 85% y la mezcla se agita hasta ser homogénea. La temperatura de la mezcla de reacción se sube a 140-150°C y se añaden gota a gota 58 g de óxido de propileno durante un periodo de 1,5 horas. La mezcla de reacción se agita a 140-150°C durante una hora más, tras lo cual se enfría a 25°C. El producto de monoetanolamida propoxilada con un contenido en óxido de propileno de 31,5% en peso es un líquido de color ámbar transparente que tiene una temperatura de congelación de -1°C.

Ejemplo 2

5 (Al margen de lo reivindicado)

Empleando el recipiente de reacción del ejemplo 1, se hacen reaccionar 125 g de una monoetanolamida de coco sólida comercialmente disponible que tiene el nombre comercial de MONAMID CMA-A, preparada a partir de aceite de coco y monoetanolamina, con 58 g de óxido de propileno empleando el procedimiento del ejemplo 1. Se obtiene un producto líquido de color ámbar transparente que tiene una temperatura de congelación de 0°C.

Ejemplo 3

- A) Empleando el procedimiento de reacción y el procedimiento del ejemplo 1, se prepara una monoetanolamida propoxilada a partir de 125 g de la monoetanolamida de coco del ejemplo 1 excepto que solo se añaden 29 g de óxido de propileno al reactante de monoetanolamida caliente. Terminada la reacción, el producto con un contenido en óxido de propileno de 18,7% en peso se enfría a 25°C y se obtiene un líquido pastoso no transparente.
- B) Empleando el recipiente de reacción y el procedimiento del ejemplo 1, se prepara una monoetanolamida propoxilada a partir de 125 g de la monoetanolamida de coco del ejemplo 1 excepto que se añaden 174,3 g de óxido de propileno a la mezcla de reacción de monoetanolamida caliente. Terminada la reacción y realizado el enfriamiento, se obtiene un producto de reacción con un contenido en óxido de propileno de 58,2% en peso y que es un líquido de color ámbar transparente.
- C) Empleando el recipiente de reacción y el procedimiento del ejemplo 1, se prepara una monoetanolamida propoxilada a partir de 125 g de la monoetanolamida de coco del ejemplo 1 excepto que se añaden 232,4 g de óxido de propileno a la mezcla de reacción de monoetanolamida caliente. Terminada la reacción y una vez realizado el enfriamiento, se obtiene un producto de reacción líquido de color ámbar oscuro, transparente, que tiene un contenido en óxido de propileno de 65,0% en peso.

Ejemplo 4

- A) Empleando el recipiente de reacción del ejemplo 1, se cargan en el reactor 192,6 g de una monoetanolamida de soja (sólido de color canela; temperatura de congelación 45°C; índice de yodo 130) preparada a partir de aceite de soja y monoetanolamina, y se calienta a 70-80°C junto con 1,5 g de hidróxido potásico al 85% en escamas. La mezcla se agita hasta ser homogénea y la temperatura se sube entonces a 140-150°C. Mientras se mantiene la temperatura con agitación, se añaden gota a gota 104,6 g de óxido de propileno durante un periodo de 2,5 horas. La mezcla de reacción se agita durante 1 hora más a 140-150°C y luego se enfría a 25°C. Después de enfriar, el producto de reacción con un contenido en óxido de propileno de 35,0% es un líquido de color ámbar transparente que tiene una temperatura de congelación de -1°C.
- B) Se lleva a cabo la reacción de A) anterior excepto que solo se añaden 69,76 g de óxido de propileno gota a gota al reactante de monoetanolamida de soja fundido. El producto resultante que tiene un contenido en óxido de propileno de 26,4% es una pasta a 25°C.

Ejemplo 5

Empleando el recipiente de reacción del ejemplo 1, se cargan en el reactor 230,1 g de una monoetanolamida caprílica/cáprica (I.Y. 0) preparada a partir de un triglicérido C_8/C_{10} y monoetanolamina, junto con 1,5 g de hidróxido potásico en escamas al 85% y se calienta a 70-80°C con agitación hasta que se forma una mezcla homogénea. La temperatura de la mezcla de reacción se sube entonces a 140-150°C y se añaden gota a gota 68,4 g de óxido de propileno durante un periodo de 1,5 horas. La mezcla de reacción se agita durante otra hora a una temperatura de 140-150°C. El producto de reacción con un contenido en óxido de propileno de 22,8% en peso es un líquido de color ámbar transparente a 25°C.

65

Ejemplo 6

- A) Empleando el recipiente de reacción del ejemplo 1, se cargan en el reactor 125 g de la monoetanolamida de coco sólida del ejemplo 1 y se funde a 70-80°C, en cuyo momento se añaden 0,9 g de hidróxido potásico al 85% y la mezcla se agita hasta ser homogénea. La temperatura de la mezcla de reacción se sube a 140-150°C y se añaden gota a gota 108 g de óxido de butileno a la mezcla de reacción con agitación durante un periodo de 1,5 horas. La mezcla de reacción se mantiene a 140-150°C con agitación durante 1 hora más, tras lo cual se enfría a 25°C. El producto de reacción con un contenido en óxido de butileno de 46,2% es un líquido de color ámbar transparente.
- B) Se efectúa la reacción de A) anterior excepto que solo se añaden 72 g de óxido de butileno gota a gota a la mezcla de reacción de alcanolamida de coco durante un periodo de 2,5 horas. Después de enfriar, el producto de reacción que tiene un contenido en óxido de butileno de 36,4% es un sólido.
- C) Se efectúa la reacción de A) anterior excepto que se añaden 180 g de óxido de butileno gota a gota a la mezcla de reacción de alcanolamida de coco durante un periodo de 2,5 horas. Después de enfriar, el producto de reacción con un contenido en óxido de butileno de 59% es un líquido de color ámbar transparente.

Ejemplo 7

30

35

40

50

55

En este ejemplo se emplean las composiciones derivadas de monoetanolamida propoxilada de los ejemplos 1, 4A y 5. Se evalúan las propiedades de estabilización de espuma de varias composiciones de monoetanolamida modificada y se comparan las propiedades de las composiciones derivadas de monoetanolamida (todas ellas con una temperatura de congelación menor de 0°C) de la presente invención con aquellas obtenidas con una composición de dietanolamida comercial, una monoetanolamida sin modificar (sólida con una temperatura de congelación de 63°C) y una monoetanolamida comercial reaccionada con 5 moles de óxido de etileno (temperatura de congelación 25°C). Los resultados de los ensayos se ofrecen a continuación en la tabla 1.

TABLA 1

Ensayo de espuma Ross Miles (mm de espuma)

| Muestra ensayada | a los 0 min | después de 1 min | después de á min |
|---|----------------|------------------|---------------------|
| Ejemplo comparativo 1 | 230 | 201 | 197 |
| Monoetanolamida de coco sin modificar | 231 | 206 | 201 |
| MONOAMID CMA | | | |
| Ejemplo comparativo 4A | 236 | 212 | 206 |
| Ejemplo comparativo 5 | 233 | 208 | 203 |
| Dietanolamida de coco | 234 | 204 | 201 |
| Monoetanolamida de coco + 5 moles de óxido de etileno | 135 | 119 | 15 |

El ensayo se efectúa de acuerdo con el método ASTM D1173-53 con 19% de laurilsulfato sódico + 1% de la amida del ensayo. Material activo total 0,1% en 0 ppm de dureza del agua, temperatura = 25°C.

Como puede verse, las composiciones derivadas de monoetanolamida con bajos niveles de propoxilación, que son líquidas, exhiben excelentes propiedades de estabilización de la espuma cuando se mezclan con un surfactante aniónico, tal como laurilsulfato sódico, prácticamente las mismas características de estabilización de la espuma de la dietanolamida de coco y de la monoetanolamida de coco sin modificar. En contraste con esto, un aducto de óxido de etileno de la monoetanolamida de coco no es líquido y no estabiliza la espuma.

Ejemplo 8

En este ejemplo se emplean las composiciones derivadas de monoetanolamida propoxilada de los ejemplos 1, 4A y 5. Se evalúan las propiedades de aportación de viscosidad de varias composiciones derivadas de monoetanolamida de la invención y se comparan con las propiedades logradas por una composición de dietanolamida comercial (temperatura de congelación -4°C), una monoetanolamida sin modificar (sólida, temperatura de congelación 63°C) y una monoetanolamida comercial incorporada con 5 moles de óxido de etileno (temperatura de congelación 25°C). Los resultados se ofrecen a continuación en la tabla 2.

TABLA 2 Comparaciones de viscosidad de mezclas con laurilsulfato sódico

| Muestra ensayada | Viscosidad (cPs), adición de 1% de NaCl |
|---|--|
| Ejemplo comparativo 1 | 283 |
| Monoetanolamida de coco sin modificar MONOAMID CMA | 325 |
| Ejemplo comparativo 4A | 120 |
| Ejemplo comparativo 5 | 130 |
| Dietanolamida de coco | 173 |
| Monoetanolamida de coco + 5 moles de óxido de etileno | 45 |

15

20

25

5

10

Formulación del ensayo: 19% de laurilsulfato sódico activo + 1% de muestra del ensayo.

Si bien las composiciones de monoetanolamida propoxilada (composiciones de los ejemplos 1, 4A y 5) exhiben características de aportación de viscosidad algo reducidas en comparación con una composición de monoetanolamida de coco sin modificar, las mismas son aproximadamente equivalentes, en cuanto a aportación de viscosidad, con una composición de dietanolamida de coco y son claramente superiores al aducto de óxido de etileno de una monoetanolamida de coco.

Ejemplo 9

En este ejemplo se emplean las composiciones derivadas de monoetanolamida alcoxilada de los ejemplos 1, 2 (al margen de lo reivindicado), 3B) y 3C). Se preparan formulaciones prototipo de champú para el cabello empleando 30% de laurilsulfato sódico activo y 3% de composiciones derivadas de monoetanolamida activas. Con fines comparativos, se prepara una muestra de champú a partir de una monoetanolamida derivada de ácido graso, sólida, comercialmente disponible, que tiene el nombre comercial de MONAMID CMA-A. Las diversas muestras de champú se evalúan respecto a la espuma Ross-Miles y viscosidad y los resultados se ofrecen en la siguiente tabla 3.

35

TABLA 3 Muestra ensayada

| | | CMA-A | Comp 1 | Comp 2 | Comp 3B | Comp 3C |
|----|-------------------|-------|--------|--------|---------|---------|
| 40 | Espuma Ross-Miles | | | | | |
| | (mm) inicial | 185 | 205 | 208 | 180 | 177 |
| | 1 min | 170 | 179 | 180 | 155 | 152 |
| | 5 min | 165 | 172 | 171 | 147 | 142 |
| 45 | Viscosidad (cP) | | | | | |
| 43 | Sin sal | 25 | 16 | 16 | 4 | 6 |
| | 1% NaCl | 6.200 | 440 | 2.375 | 7,5 | 5 |

50

Como puede verse, las composiciones derivadas de monoetanolamida con bajos niveles de propoxilación (composiciones de los ejemplos 1 y 2), que son líquidas, exhiben excelentes propiedades de estabilización de la espuma cuando se mezclan con un surfactante aniónico, tal como laurilsulfato sódico, prácticamente las mismas que las características de estabilización de la espuma de monoetanolamida de coco sin modificar que no es líquida. En contraste con ello, las composiciones derivadas de monoetanolamida de coco con altos niveles de óxido de propileno, por ejemplo las composiciones de los ejemplos 3B) y 3C), no estabilizan la espuma de un modo tan eficaz. Además, las composiciones de monoetanolamida propoxilada con bajos niveles de óxido de propileno (composiciones de los ejemplos 1 y 2) que son líquidas, exhiben importantes características de aportación de viscosidad, mientras que las composiciones de monoetanolamida propoxilada con altos niveles de óxido de propileno, composiciones de los ejemplos 3B) y 3C), exhiben pobres características de aportación de viscosidad.

Ejemplo 10

En este ejemplo se emplean las composiciones derivadas de monoetanolamida alcoxilada de los ejemplos 1 y 2 al margen de lo reivindicado. Se evalúa la humectación de algodón por las composiciones derivadas de monoetanolamida de la invención y se compara con la característica de humectación de la composición de monoetanolamida sin modificar del ejemplo 1. Los resultados se ofrecen en la siguiente tabla 4.

Como puede verse, las características de humectación de las composiciones de monoetanolamida modificada, líquidas, de la invención, que son fácilmente solubles y/o dispersables en agua, son claramente superiores a las características de humectación de una composición de monoetanolamida sin modificar, sólida.

TABLA 4

Ensayo de humectación Draves Cotton Skein

| 10 | Concentración: 0,1% material activo en agua desionizada* | | | | | |
|----|--|-------------------|-------------------|--|--|--|
| 10 | Temperatura: 25° C | | | | | |
| | Método AATCC 17-94 | | | | | |
| | Tiempo de humectación Cotton Skein | | | | | |
| | Monoetanolamida de coco sin modificar derivada de | Composición del | Composición del | | | |
| 15 | triglicérido | ejemplo 1 | ejemplo 2 | | | |
| | Ensayo terminado sin humectación alguna después de 35 | Humectación a los | Humectación a los | | | |
| | min | 39 seg | 39,5 seg | | | |
| | * Nota: se observa que las composiciones de alcanolamida propoxilada de los ejemplos 1 y 2 son más | | | | | |
| 20 | fácilmente dispersables y solubles que la composición de alcanolamida sin modificar. | | | | | |

A partir de lo anterior, será evidente que dentro del alcance de la invención quedan incluidas otras modalidades y métodos, que no se han descrito anteriormente aquí de manera expresa. Por tanto, la descripción anterior ha de ser considerada solo como ejemplificativa y el alcance de esta invención quedará limitado exclusivamente por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Una composición surfactante de monoetanolamida modificada derivada de una monoetanolamida preparada a partir de triglicérido, que tiene una temperatura de congelación de 20°C o inferior, de fórmula (1)

$$\begin{array}{c|cccc}
O & CH_2 - CH_2 - O - (CH_2 - CH - O)_k - H \\
\hline
R - C - N & B
\end{array}$$
(1)

en donde

10

20

25

45

50

55

60

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono,

x es de 1 a 6;

siendo dicha composición de monoetanolamida modificada sustancialmente líquida a temperatura ambiente o por debajo de esta última y siendo adecuada por exhibir propiedades de estabilización de espuma y de aportación de viscosidad.

2. Una composición surfactante según la reivindicación 1, en donde x es de 1 a 4.

- 3. Una composición surfactante según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, en donde B es un grupo CH₃.
- 4. Una composición surfactante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde R es de 8-18 átomos de carbono.
 - 5. Una composición surfactante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el triglicérido es aceite de coco, aceite de palma, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de pescado, grasa de sebo, grasa de leche y/o manteca.
 - 6. Una composición surfactante según la reivindicación 5, en donde el triglicérido es aceite de coco y/o aceite de soja.
- 7. Un método para la preparación de una composición surfactante de monoetanolamida modificada que tiene una temperatura de congelación de 20°C o inferior, que comprende:
 - (a) proporcionar una composición de monoetanolamida, preparada a partir de triglicérido, representada por la fórmula (2)

en donde

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono; y

- (b) reaccionar 1 mol de dicha composición de monoetanolamida en presencia de un catalizador adecuado con 1-6 moles de óxido de propileno, óxido de butileno o mezclas de los mismos, para formar una composición surfactante de monoetanolamida modificada que es sustancialmente líquida a 25°C o menos.
 - 8. Un método según la reivindicación 7, en donde R es de 8-18 átomos de carbono.
- 9. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 7 y 8, en donde la composición de monoetanolamida se hace reaccionar con 1 a 4 moles de óxido de propileno.
- 10. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en donde la composición de monoetanolamida a reaccionar es un sólido que tiene una temperatura de congelación de al menos 40°C.

- 11. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en donde la composición de monoetanolamida se prepara a partir de triglicéridos de aceite de coco, aceite de palma, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de pescado, grasa de sebo, grasa de leche y/o manteca.
- 12. Un método según la reivindicación 11, en donde la composición de monoetanolamida se prepara a partir de aceite de coco y/o aceite de soja.
- 13. Composiciones cosméticas, de higiene personal y de uso doméstico que comprenden al menos 0,1% en peso de una composición surfactante de monoetanolamida modificada como la definida en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.
- 14. El uso de una composición de monoetanolamida preparada a partir de ésteres de glicéridos, para formar una composición surfactante de monoetanolamida modificada de fórmula (1)

en donde

15

20

2.5

35

45

50

55

60

65

R es un radical hidrocarburo saturado o insaturado de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituido o insustituido, que tiene de 3 a 21 átomos de carbono,

B es CH₃ o -CH₂-CH₃, y

x es de 1 a 6;

- que tiene una temperatura de congelación de 20°C o inferior y que es sustancialmente líquida a 25°C o menos.
 - 15. El uso según la reivindicación 14, en donde la composición de monoetanolamida se prepara a partir de aceite de coco, aceite de palma, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de pescado, grasa de sebo, grasa de leche y/o manteca.
 - 16. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 14 y 15, en donde la composición surfactante de monoetanolamida modificada exhibe propiedades de estabilización de espuma y de aportación de viscosidad.
- 17. Composiciones para trabajar con metales y para su uso industrial que se encuentran en forma líquida y que comprenden al menos 0,1% en peso de una composición surfactante de monoetanolamida modificada como la definida en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.