

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(11) 025478

(13) B1

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента  
2016.12.30

(21) Номер заявки  
201490362

(22) Дата подачи заявки  
2012.07.27

(51) Int. Cl. *C11D 1/10* (2006.01)  
*C11D 1/28* (2006.01)  
*C11D 1/52* (2006.01)  
*C11D 1/88* (2006.01)  
*C11D 3/20* (2006.01)  
*C11D 10/04* (2006.01)  
*C11D 17/00* (2006.01)  
*A61K 8/34* (2006.01)  
*A61K 8/44* (2006.01)

## (54) КОНЦЕНТРИРОВАННЫЕ КОМПОЗИЦИИ НА ОСНОВЕ ЖИРНЫХ АЦИЛАМИДНЫХ ПАВ

(31) 61/512,434; 13/343,731

(32) 2011.07.28; 2012.01.05

(33) US

(43) 2014.05.30

(86) PCT/EP2012/064768

(87) WO 2013/014264 2013.01.31

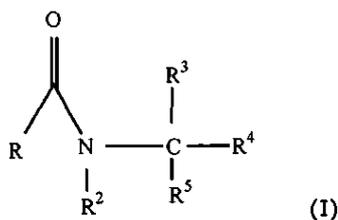
(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
УНИЛЕВЕР Н.В. (NL)

(72) Изобретатель:  
Хермансон Кевин Дэвид, Харичиан  
Бижан, Ветхамутху Мартин Свэнсон  
(US)

(74) Представитель:  
Нилова М.И. (RU)

(56) US-A1-2005176615  
US-A-5529712  
EP-A1-1801194  
US-A1-2002028954

(57) В изобретении разработан концентрат ПАВ, который включает (i) от 35 до 90 мас.% C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ацилаmidного ПАВ формулы (I), где R обозначает C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> насыщенный или ненасыщенный алкильный радикал; R<sup>2</sup> обозначает водород, CH<sub>2</sub>COOH или C<sub>1-5</sub> алкил; R<sup>3</sup> обозначает водород; R<sup>4</sup> выбран из группы, состоящей из (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>CO<sub>2</sub>X, (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>SO<sub>3</sub>X, CH<sub>2</sub>NR<sup>2</sup>(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>OH и глюкозила; R<sup>5</sup> выбран из группы, состоящей из водорода, гидроксифенила, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> гидроксилалкила, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> алкила, бензила, гидроксibenзила, алкилкарбамидо, тиоалкила и карбоксила; X выбран из водорода, иона металла, ионов аммония и C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> алкила; и m находится в диапазоне от 0 до 6; (ii) от 10 до 60 мас.% полиола; (iii) от 1 до 20 мас.% C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> жирных кислот; и (iv) от 0 до 10 мас.% воды, где указанный концентрат имеет pH в диапазоне от 9 до 13.



B1

025478

025478

B1

### Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение относится к концентрированным композициям, содержащим высокие уровни жирных ациламидных ПАВ и предназначенным в том числе, но не ограничиваясь только этим, для очистки кожи.

### Уровень техники

Высокая стоимость энергии, затрачиваемой на доставку продукции к потребителю, заставила пересмотреть подход ко многим продуктам массового потребления. Например, жидкие детергенты для стирки белья традиционно включали до 80% воды и были расфасованы в относительно крупные пластмассовые емкости. В последнее время потребительский спрос на рынке сместился в направлении концентрированных жидких продуктов для стирки. Small and Mighty® (маленький и мощный) вариант жидких продуктов для стирки всех торговых марок дает возможность получить тот же результат, что и традиционная большая упаковка продукта, но содержит значительно меньшее количество воды и поставляется в емкости существенно меньшего размера.

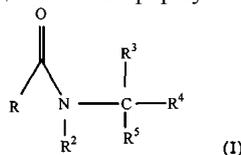
По аналогии с жидкими продуктами массового потребления можно уменьшать объем промышленных химикатов за счет удаления лишней воды. Примером являются коммерчески доступные ПАВ, например, кокоил глицинат натрия, которые отгружаются производителями в виде 25% раствора действующего ПАВ в воде. Транспортировка воды является нерациональной растратой энергии.

Авторы изобретения исследовали концентрированные композиции чистящих ПАВ. Особенный интерес представляли более удобные пути получения жирных ациламидных ПАВ, например, кокоилглицината натрия. В одном из аспектов настоящего изобретения был разработан концентрат, в котором носителем для ПАВ является полиол, а не вода. Одна из проблем, с которой столкнулись авторы, заключается в том, что концентрат представляет собой пастообразный материал. Пастообразный материал трудно использовать на перерабатывающем оборудовании и затем доставлять в удаленные места. Было бы очень полезно превратить такой концентрат в твердое вещество, которое, предпочтительно, можно было бы измельчить до частиц или стружек.

### Сущность изобретения

В изобретении разработан твердый концентрат C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидного ПАВ, который включает:

(i) от 35 до 90 мас.% C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидного ПАВ формулы (I)



где R обозначает C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> насыщенный или ненасыщенный алкильный радикал; R<sup>2</sup> обозначает водород, CH<sub>2</sub>COOH или C<sub>1-5</sub> алкил; R<sup>3</sup> обозначает водород; R<sup>4</sup> выбран из группы, состоящей из (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>CO<sub>2</sub>X, (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>SO<sub>3</sub>X, CH<sub>2</sub>NR<sup>2</sup> (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>OH и глюкозила; R<sup>5</sup> выбран из группы, состоящей из водорода, гидроксифенила, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> гидроксиалкила, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> алкила, бензила, гидроксibenзила, алкилкарбамидо, тиаалкила и карбоксила; X выбран из водорода, иона металла, ионов аммония и C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> алкила; и m находится в диапазоне от 0 до 6;

(ii) от 10 до 60 мас.% полиола;

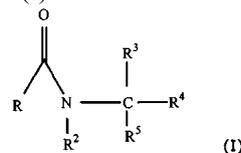
(iii) от 1 до 20 мас.% C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> жирных кислот и

(iv) от 0 до 10 мас.% воды, где указанный концентрат имеет pH в диапазоне от 9 до 13.

Подробное описание изобретения В настоящем изобретении авторы обнаружили, что концентрату C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидного ПАВ в комбинации с полиолом и небольшим количеством C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> жирных кислот можно придать твердую форму. Затвердевание достигается путем доведения pH концентрата до значения в диапазоне от 9 до 13, предпочтительно от 10,5 до 13 и, оптимально, от 11 до 12,8. Значение pH измеряют после получения 10% дисперсии концентрата в дистиллированной воде. Имеется в виду, что термин "твердый" определяет материал, для которого значение усилия вдавливания находится в диапазоне предпочтительно от 8 до 250, предпочтительно от 10 до 200, более предпочтительно от 15 до 175 и оптимально от 25 до 160 Н при измерении пенетрометром типа TA.XTplus Texture Analyzer.

Композиции концентратов по настоящему изобретению содержат

(i) C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидное ПАВ формулы (I)



где R обозначает C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> насыщенный или ненасыщенный алкильный радикал; R<sup>2</sup> обозначает водород, CH<sub>2</sub>COOH или C<sub>1-5</sub> алкил; R<sup>3</sup> обозначает водород; R<sup>4</sup> выбран из группы, состоящей из (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>CO<sub>2</sub>X, (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>SO<sub>3</sub>X, CH<sub>2</sub>NR<sup>2</sup> (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>OH и глюкозила; R<sup>5</sup> выбран из группы, состоящей из водорода, гидроксифенила, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> гидроксиалкила, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> алкила, бензила, гидроксibenзила, алкилкарбамидо, тиаалкила и карбоксила; X выбран из водорода, иона металла, ионов аммония и C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> алкила; и m находится в диапазоне от 0 до 6;

- (ii) от 10 до 60 мас.% полиола;
- (iii) от 1 до 20 мас.% C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> жирных кислот; и
- (iv) от 0 до 10 мас.% воды,

где указанный концентрат имеет рН в диапазоне от 9 до 13.

Наиболее конкретно, ПАВ формулы (I) представляет собой C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидокарбоновую или сульфоновую кислоту или ее соль. Эти соли могут иметь противоион (катион) X любого типа, но предпочтительно этот противоион выбран из натрия, калия или их смеси. Наиболее предпочтительной группой R является смесь остатков C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub> жирных кислот с преобладающей длиной цепи C<sub>12</sub>. Эти смеси часто именуют кокоатами, поскольку их выделяют из жирных кислот, содержащихся в кокосовых орехах.

В число предпочтительных соединений формулы (I) входят натриевые, калиевые или аммониевые соли кокоилглицина, кокоилсаркозина, кокоилтаурина, лауроилглицина, лауроилсаркозина, лауроилтаурина, миристилглицина, миристилсаркозина, миристилтаурина, пальмитоилглицина, пальмитоилсаркозина, пальмитоилтаурина и их комбинации.

Количества C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидных ПАВ формулы (I) находятся в пределах от 35 до 90%, предпочтительно от 40 до 80% и оптимально от 50 до 75 мас.% от массы концентрата.

В концентрированных композициях по настоящему изобретению также присутствует полиол. Иллюстративными примерами полиолов являются глицерин, пропиленгликоль, дипропиленгликоль, пентиленгликоль, бутиленгликоль, изобутиленгликоль и их комбинации. Наиболее предпочтительными являются глицерин и пропиленгликоль. Количества полиола в концентрате находятся в пределах от 10 до 60%, предпочтительно от 20 до 50% и оптимально от 25 до 45 мас.%.

Еще одним типом веществ, присутствующих в концентрате, являются C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> жирные кислоты. Иллюстративные примеры жирных кислот включают лауриновую, миристиновую, пальмитиновую, стеариновую, олеиновую, линолеовую и бегеновую кислоты, а также их комбинации. Количества жирных кислот в концентрате находятся в пределах от 1 до 20%, предпочтительно от 2 до 15% и оптимально от 4 до 10 мас.%.

Преимущественно концентрат по настоящему изобретению может быть практически свободен от воды. Под "практически свободным от воды" подразумеваются количества воды по массе от 0 до 10%, предпочтительно от 0 до 5%, более предпочтительно от 0 до 3%, еще более предпочтительно от 0 до 1% и особенно предпочтительно от 0,05 до 1%. Вода, входящая в состав гидратов (например, связанная любым из компонентов, или образующая с ним комплекс), не считается частью воды, присутствующей в концентрате.

В зависимости от того, как получен концентрат, в нем могут присутствовать триглицериды, диглицериды, моноглицериды и их смеси. Иллюстративными примерами моноглицеридов являются моноглицерил лаурат, моноглицерил олеат, моноглицерил линолеат, моноглицерил мирилат, моноглицерил стеарат, моноглицерил пальмитат, моноглицерил кокоат и их смеси. Иллюстративные примеры диглицеридов включают глицерил дилаурат, глицерил диолеат, глицерил дилинолеат, глицерил димирилат, глицерил дистеарат, глицерил диизоостеарат, глицерил дипальмитат, глицерил кокоат, глицерил монолаурат мономирилат, глицерил монолаурат монопальмитат и их смеси. Иллюстративные, но не ограничивающие примеры триглицеридов включают масла и жиры, например, кокосовое масло, кукурузное масло, пальмоядровое масло, пальмовое масло, соевое масло, масло хлопчатника, рапсовое масло, масло канолы, масло семян подсолнечника, кунжутное масло, рисовое масло, оливковое масло, жир, касторовое масло и их смеси. Количества глицеридов могут находиться в диапазоне от примерно 0,05 до примерно 15%, предпочтительно от примерно 0,1 до примерно 10%, более предпочтительно от примерно 0,5 до примерно 6% и обычно от примерно 1 до примерно 3 мас.%.

Щелочную реакцию концентрату можно придать с помощью ряда щелочных веществ. Иллюстративными, но не ограничивающими примерами являются оксид кальция, гидроксид кальция, оксид калия, гидроксид калия, оксид натрия, гидроксид натрия, оксид магния, гидроксид магния, фосфат кальция, фосфат магния, фосфат калия, фосфат натрия (в таких формах, как тринатрийфосфат, динатрийгидрофосфат), карбонат натрия, бикарбонат натрия и их смеси. Количества щелочных веществ могут находиться в пределах от 0,01 до примерно 10%, предпочтительно от примерно 0,05 до примерно 5%, более предпочтительно от примерно 0,1 до 4% и обычно от примерно 1 до примерно 4 мас.%.

Все документы, упомянутые в тексте заявки, включая все патенты, заявки на патенты и прочие публикации, включены в текст заявки посредством ссылки в полном объеме.

Имеется в виду, что термин "включающий" не ограничивается перечисленными после него элементами, но охватывает также и не указанные элементы, имеющие большее или меньшее функциональное значение. Другими словами, перечисленные стадии, элементы или возможности необязательно являются исчерпывающими. Во всех случаях использования слов "содержащий" или "имеющий", подразумевается, что эти термины эквивалентны определенному выше термину "включающий".

Исключая описание операций, сравнительные примеры или явно указанные случаи, все приведенные в заявке величины, указывающие количества веществ, следует понимать, как снабженные термином "примерно".

Следует отметить, что при описании любого диапазона концентраций или количеств, любая кон-

кретная верхняя граница концентрации может быть объединена с любой конкретной нижней границей концентрации или количества.

Приведенные ниже примеры призваны более полно проиллюстрировать варианты осуществления настоящего изобретения. Все доли, процентные величины и соотношения, упомянутые в заявке и приложенной формуле изобретения, являются массовыми долями, процентными величинами и соотношениями, если не указано иное.

### Примеры

Получали ряд концентратов для оценки влияния pH на реологию состава.

#### Получение образцов

Для получения образцов, во-первых, измельчали гранулы гидроксида натрия (чистота 98%, Sigma Aldrich S8045) в тонкодисперсный порошок. Затем этот порошок гидроксида натрия диспергировали в глицерине или в воде. Затем в полученной глицериновой/водной смеси диспергировали оксид кальция и глицинат натрия. После диспергирования оксида кальция и глицината натрия глицериновые смеси нагревали до 130°C и водные смеси нагревали до 80°C при перемешивании лопастной мешалкой. После нагревания до желаемой температуры в водную/глицериновую смесь добавляли кокоил глицинат натрия (Amilite GCS-11). Образцы перемешивали в течение 30 минут, пока кокоил глицинат натрия не образовывал мягкую пасту/жидкость. Затем добавляли жирные кислоты кокосового масла и перемешивали образцы в течение еще 20 мин. Смешивание кокоил глицината натрия и жирных кислот осуществляли в открытой емкости, что позволяло удалить избыток воды выпариванием. После того, как все ингредиенты были хорошо перемешаны, образцы охлаждали до комнатной температуры.

#### Методика определения усилия вдавливания

Твердость состава измеряли с использованием стандартной методики, которая обычно применяется для определения твердости брусков мыла. В этой методике образцы, во-первых, прессовали в цилиндрические таблетки. Затем измеряли силу, необходимую для вдавливания в каждую таблетку металлического конуса на глубину 10 мм, используя прибор TA.XTplus Texture Analyzer. В этой методике для твердых образцов будет зарегистрировано большее усилие вдавливания, чем для пастообразных образцов.

Таблетки получали, помещая образец в цилиндрическую форму. Для вдавливания цилиндрического поршня в форму с целью прессования образца в цилиндрическую таблетку использовали испытательную машину Instron 55 67 при комнатной температуре. Прессование образцов производили со скоростью 5 мм/мин до достижения конечного усилия 15 кН. Полученные таблетки имели диаметр 40 мм и высоту 25 мм.

Твердость образцов измеряли с помощью прибора TA.XTplus Texture Analyzer, снабженного 30-градусным конусом из нержавеющей стали. Тестирование образцов проводили при комнатной температуре с предварительной скоростью 10 мм/с, скоростью тестирования 1 мм/с и скоростью после тестирования 10 мм/с. Образцы тестировали в анализаторе текстуры до конечной глубины погружения 10 мм, используя усилие включения 0,049 Н. Для каждого образца производили три измерения. Сравнивали усилие вдавливания для образцов на глубине 10 мм. В качестве образца сравнения использовали куски имеющегося в продаже мыла Ivory® soap, которые также прессовали в таблетки (усилие вдавливания 16,1 Н).

Значения pH измеряли, диспергируя 10% образца композиции в деионизированной воде. Затем полученные дисперсии оставляли перемешиваться при комнатной температуре в течение 24 часов, после чего проводили измерение pH. Измерения осуществляли при комнатной температуре, применяя pH-метр Fisher Scientific® Accumet AP61.

Концентрированные композиции и результаты Составы композиций и реологические данные приведены ниже в табл. I.

Таблица I

Состав образца (масс.%)											
Компонент	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Кокоил глицинат натрия (100% действ. в-ва)*	57,2	57,2	57,2	57,2	61,9	57,2	57,2	57,2	70,0	63,0	41,9
Жирные кислоты кокос. масла**	4,7	4,7	4,7	4,7	0,0	4,7	4,7	4,7	4,7	4,7	20,0
Глицерин	37,6	36,0	27,8	29,4	29,4	28,3	0,0	35,6	15	22,0	27,8
Глицинат натрия	0,0	1,6	1,6	0,0	0,0	1,6	1,6	0,0	1,6	1,6	1,6
Вода	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	27,8	0,0	0,0	0,0	0,0
Оксид кальция	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,00	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Гидроксид натрия	0,00	0,00	8,17	8,17	8,17	8,17	8,17	2,04	8,17	8,17	8,17
pH	7,2	7,8	12,2	12,3	12,4	12,4	12,3	11,9	12,6	12,5	12,4
Усилие вдавливания	5,3	2,7	29,8	32,0	56,8	19,7	8,4	15,0	148,7	154,7	65,1

\*Получен у Amilite GCS-11;

\*\* Получены у Prifac 7901.

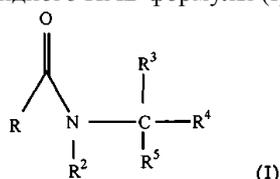
Состав образцов А и В подбирали таким образом, чтобы значения рН составляли 7,2 и 7,8 соответственно. При этих значениях рН, соответствующих низкой щелочности, полученные концентраты представляли собой пасты, демонстрирующие значения усилия вдавливания лишь 5,3 и 2,7 соответственно. Повышение щелочности до 12,2-12,6 у образцов С, D, E, F, H, I, J и К приводит к получению твердых концентратов, для которых характерны значения усилия вдавливания более 10 Ньютонов. Образец G содержал значительные количества воды, которая значительно снижала значение усилия вдавливания.

Хотя настоящее изобретение было подробно описано со ссылками на конкретные варианты его осуществления, специалисту в данной области техники должно быть очевидно, что в изобретение можно вносить различные изменения и модификации без отступления от сути изобретения и выхода за пределы его объема.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Твердый концентрат C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидного ПАВ, включающий:

(i) от 35 до 80 мас.% C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидного ПАВ формулы (I)



где R обозначает C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> насыщенный или ненасыщенный алкильный радикал; R<sup>2</sup> обозначает водород, CH<sub>2</sub>COOH или C<sub>1-5</sub> алкил; R<sup>3</sup> обозначает водород; R<sup>4</sup> выбран из группы, состоящей из (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>CO<sub>2</sub>X, (CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>SO<sub>3</sub>X, CH<sub>2</sub>NR<sup>2</sup>(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>OH и глюкозила; R<sup>5</sup> выбран из группы, состоящей из водорода, гидроксифенила, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> гидроксиалкила, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> алкила, бензила, гидроксibenзила, алкилкарбамида, тиоалкила и карбоксила; X выбран из водорода, иона металла, ионов аммония и C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> алкила; и m находится в диапазоне от 0 до 6;

(ii) от 10 до 60 мас.% полиола;

(iii) от 1 до 20 мас.% C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> жирных кислот и

(iv) до 10 мас.% воды,

где указанный концентрат имеет рН в диапазоне от 9 до 13.

2. Концентрат по п.1, где рН находится в диапазоне от 11 до 12,8.

3. Концентрат по п.1, где полиол выбран из группы, состоящей из глицерина, пропиленгликоля, дипропиленгликоля, пентиленгликоля, бутиленгликоля, изобутиленгликоля и их комбинаций.

4. Концентрат по п.1, где полиол выбран из группы, состоящей из глицерина, пропиленгликоля или их комбинаций.

5. Концентрат по п.1, где ациламидное ПАВ выбрано из группы, состоящей из кокоилглицината, кокоилсаркозината, кокоилтаурата, лауроилглицината, лауроилсаркозината, лауроилтаурата, миристилглицината, миристилсаркозината, миристилтаурата, пальмитоилглицината, пальмитоилсаркозината, пальмитоилтаурата и их комбинаций.

6. Концентрат по п.1, включающий воду в количестве до 1 мас.%.

7. Концентрат по п.1, имеющий значение усилия вдавливания от 8 до 250 Н.

8. Концентрат по п.1, имеющий значение усилия вдавливания от 10 до 250 Н.

9. Концентрат по п.1, где C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> ациламидное ПАВ присутствует в количестве от 50 до 75 мас.%.

