



PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

|  |                  |   |
|--|------------------|---|
| <p>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>5</sup> :<br/><b>B01F 17/42, A61K 7/00, 9/10</b></p>  | <p><b>A2</b></p> | <p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 90/07976</b><br/>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: <b>26. Juli 1990 (26.07.90)</b></p>   |
| <p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP90/00013<br/>(22) Internationales Anmeldedatum: 4. Januar 1990 (04.01.90)<br/>(30) Prioritätsdaten:<br/>P 39 00 701.4 12. Januar 1989 (12.01.89) DE<br/>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN [DE/DE]; Henkelstraße 67, D-4000 Düsseldorf-Holthausen (DE).<br/>(72) Erfinder; und<br/>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US) : PAASCH, Stefan [DE/DE]; Lindener Straße 9H, D-3340 Wolfenbüttel (DE). TESMANN, Holger [DE/DE]; Vennstraße 61, D-4000 Düsseldorf 12 (DE). KAWA, Rolf [DE/DE]; Fontanestraße 28, D-4019 Monheim 2 (DE).</p>                 |                  | <p>(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (europäisches Patent), BR, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.<br/><br/>Veröffentlicht<br/><i>Ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts.</i></p> |
| <p>(54) Title: FREE-FLOWING NON-IONIC FAT DISPERSION</p>   |                  |   |
| <p>(54) Bezeichnung: FLIESSFÄHIGE, NICHTIONISCHE FETTSTOFFDISPERSION</p>   |                  |   |
| <p>(57) Abstract<br/><br/>Free-flowing aqueous dispersions of non water-soluble aliphatics meltable at 30 to 100°C and fats containing up to 60% of said aliphatics are produced by using as a dispersant up to 1 weight % of non-ionic surface-active ethylene addition products with an HLB value comprised between 12 and 19.6. Preferred dispersions contain 30 to 50 weight % of fatty alcohols and, as a dispersant, the products of the addition of 20 to 100 moles of ethylene oxide to a fatty alcohol with 16 to 22 atoms of C in a quantity of 0.1 to 0.5 weight %, relative to the whole of the dispersion.</p>                                |                  |   |
| <p>(57) Zusammenfassung<br/><br/>Fließfähige wässrige Dispersionen wasserunlöslicher, bei 30-100°C schmelzbarer Paraffinkohlenwasserstoffe und Fettstoffe mit einem Gehalt von bis zu 60 Gew.-% dieser Stoffe werden erhalten, wenn als Dispergator bis zu 1 Gew.-% nichtionischer oberflächenaktiver Ethylenanlagerungsprodukte mit einem HLB-Wert von 12-19,6 als Dispergator eingesetzt wird. Bevorzugt sind Dispersionen, die 30-50 Gew.-% Fettalkohol und als Dispergator Anlagerungsprodukte von 20-100 Mol Ethylenoxid and einen Fettalkohol mit 16-22 C-Atomen in einer Menge von 0,1-0,5 Gew.-% bezogen auf die gesamte Dispersion enthalten.</p> |                  |   |

**LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

|    |                                |    |                                   |    |                                |
|----|--------------------------------|----|-----------------------------------|----|--------------------------------|
| AT | Österreich                     | ES | Spanien                           | ML | Mali                           |
| AU | Australien                     | FI | Finnland                          | MR | Mauritanien                    |
| BB | Barbados                       | FR | Frankreich                        | MW | Malawi                         |
| BE | Belgien                        | GA | Gabon                             | NL | Niederlande                    |
| BF | Burkina Faso                   | GB | Vereinigtes Königreich            | NO | Norwegen                       |
| BG | Bulgarien                      | HU | Ungarn                            | RO | Rumänien                       |
| BJ | Benin                          | IT | Italien                           | SD | Sudan                          |
| BR | Brasilien                      | JP | Japan                             | SE | Schweden                       |
| CA | Kanada                         | KP | Demokratische Volksrepublik Korea | SN | Senegal                        |
| CF | Zentrale Afrikanische Republik | KR | Republik Korea                    | SU | Soviet Union                   |
| CG | Kongo                          | LI | Liechtenstein                     | TD | Tschad                         |
| CH | Schweiz                        | LK | Sri Lanka                         | TG | Togo                           |
| CM | Kamerun                        | LU | Luxemburg                         | US | Vereinigte Staaten von Amerika |
| DE | Deutschland, Bundesrepublik    | MC | Monaco                            |    |                                |
| DK | Dänemark                       | MG | Madagaskar                        |    |                                |

1

"Fließfähige, nichtionische Fettstoffdispersion"

Die Erfindung betrifft eine bei Normaltemperatur fließ- und pumpfähige wäßrige Dispersion eines schmelzbaren Fettstoffes, die eine hohe Menge von bis zu 60 Gew.-% des Fettstoffes und eine verhältnismäßig geringe Menge von bis zu 1 Gew.-% eines nichtionogenen Emulgators enthält.

Für die Herstellung zahlreicher flüssiger, wäßriger und emulsionsförmiger Zubereitungen für kosmetische, pharmazeutische oder industrielle Zwecke werden Fettstoffe verwendet, die in dispergierter Form die Eigenschaften dieser Zubereitungen beeinflussen. Die Einarbeitung von Fettstoffen, die bei Normaltemperatur feste, wachsartige Stoffe sind, erfordert ein Aufschmelzen und eine gleichmäßige stabile Dispergierung in der ebenfalls erwärmten Lösung oder Emulsion der übrigen Komponenten. Diese Arbeitsweise ist mit einem erheblichen Aufwand verbunden, so daß es für viele Verwender von Vorteil wäre, wenn solche Fettstoffe bereits in Form eines stabilen Dispersionskonzentrats verfügbar wären, das durch bloßes Vermischen homogen in anderen wäßrigen Zubereitungen verteilt werden kann.

Es waren bereits pumpfähige Dispersionen von Fettalkoholen aus EP-282 864 A 1 bekannt, die 10 - 25 Gew.-% linearer Fettalkohole mit 14 - 22 C-Atomen und 0,01 - 1,0 Gew.-% eines kationischen Emulgators enthalten.

...

- 2 -

mit 14 - 22 C-Atomen und 0,01 - 1,0 Gew.-% eines kationischen Emulgators enthalten.

Solche kationischen Dispersionen sind jedoch für die Anwendung in wäßrigen Medien, die anionische Tenside oder Polymere enthalten weniger gut geeignet, da sie Separationen verursachen. Auch erschien es wünschenswert, mehr als 25 % Gew.-% des Fettstoffes stabil zu dispergieren, um den Transport und die Lagerung solcher Dispersionen kostengünstiger durchführen zu können.

Es wurde nun gefunden, daß schmelzbare Fettstoffe unter Verwendung sehr geringer Mengen bestimmter nichtionogener Emulgatoren in niedrigviskose Dispersionen mit relativ hoher Fettstoffkonzentration überführt werden können:

Gegenstand der Erfindung sind bei 20 °C fließfähige, wäßrige Dispersionen von wasserunlöslichen, im Temperaturbereich von 30 - 100°C schmelzbaren Fettstoffen, die gekennzeichnet sind durch einen Gehalt von:

(A) 25 - 60 Gew.% eines oder mehrerer Fettstoffe

(B) 0,1 - 1 Gew.% eines oder mehrerer nichtionischer oberflächenaktiver Ethylenoxid-Anlagerungsprodukte mit einem HLB-Wert oberhalb 10 als Emulgator und

(C) 39 - 74,9 Gew.% Wasser.

Als Fettstoffe (A) sind Paraffinkohlenwasserstoffe und alle wasserunlöslichen Fettderivate im Schmelzbereich von ca. 30 - 100 °C geeignet, die mit Wasser in diesem Temperaturbereich keine Mischphasen, insbesondere keine flüssig-kristallinen Phasen oder

...

- 3 -

Gele bilden. Beispiele für geeignete Fettstoffe sind vor allem Fettalkohole oder Fettalkoholgemische mit 14 - 22 C-Atomen, Fettsäuren oder Fettsäuregemische mit 12 - 22 C-Atomen, Fettsäure-Fettalkoholester aus Fettsäuren und Fettalkoholen mit 12 - 22 Atomen, Dialkylether mit 16 - 44 C-Atomen, Ethylenglykol- oder Propylenglykol-Difettsäureester oder Fettsäure-Triglyceride von Fettsäuren mit 12 - 18 C-Atomen sowie Mischungen dieser Fettstoffe.

Als Emulgatoren (B) eignen sich besonders nichtionische Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an Fettalkohole, an Fettsäuren, an Fettsäureamide, an Fettsäurealkanolamide, an Fettsäuremonoglyceride, an Fettsäure-Propylenglykolmonoester, an Fettsäuresorbitanpartialester und an andere Fettsäure-polyol-partialester, an Alkylmono- oder -oligoglycoside, an Methylglucosidmonofettsäureester und an Alkylphenole. Die genannten Emulgatoren sollten eine Alkyl- oder Acylgruppe mit 12 - 22 C-Atomen aufweisen. Das Gewichtsverhältnis von hydrophilen zu lipophilen Gruppen in diesen Ethylenoxidaddukten sollte so sein, daß das Gewicht der hydrophilen, von Ethylenoxid gebildeten Polyethylenglycolethergruppen und der Polyolgruppen etwa 60 - 96 %-Gew. des Gesamtmoleküls ausmacht. Bei diesen, für die Herstellung der erfindungsgemäßen Fettstoffdispersionen geeigneten Ethylenoxidaddukten liegt der HLB-Wert gemäß der Formel  $HLB = (E + P) / 5$ , (wobei E=Gehalt an Oxyethylengruppen in Gew.-% und P = Gehalt an Polyolethergruppen in Gew.-% im Addukt) also im Bereich  $60 - 96/5 = 12 - 19,2$ .

Die Herstellung solcher Ethylenoxidaddukte durch Anlagerung von Ethylenoxid an Verbindungen mit beweglichen Wasserstoffatomen, z.B. an Verbindungen mit Hydroxylgruppen, Carboxylgruppen oder

...

- 4 -

Aminogruppen ist bekannt (vgl. H. Schönfeldt, Surface Active Ethylene Oxide Adducts, Pergamon Press 1969). Es ist auch bekannt, daß dabei nicht einheitliche Polyglycolether entstehen, sondern Gemische homologer Polyglycolether, deren mittlerer Oxethylierungsgrad der Molmenge des angelagerten Ethylenoxids entspricht.

Besonders gut geeignete Ethylenoxidaddukte sind die Anlagerungsprodukte von 20 - 100 Mol Ethylenoxid an Fettalkohole mit 12 - 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 - 22 C-Atomen, an Fettsäuremonoglyceride, an Fettsäure-Sorbitanmonoester oder an Fettsäurepropylenglykolmonoester von Fettsäuren mit 12 - 22 C-Atomen, an Ricinusöl oder hydriertes Ricinusöl, an ein Alkyl-mono- oder oligoglycosid mit 12 - 22 Atomen in der Alkylgruppe oder an ein Alkylphenol mit 8 - 15 Atomen in der Alkylgruppe sowie Mischungen dieser Emulgatoren.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen werden besonders dünnflüssig, wenn der Emulgator in niedrigen Konzentrationen von nur 0,1 - 0,5 Gew.-% der gesamten Dispersion enthalten ist. Die erfindungsgemäß zu verwendenden Emulgatorkomponenten (B) sind bevorzugt die einzigen in den erfindungsgemäßen Dispersionen verwendeten oberflächenaktiven Stoffe. Die zusätzliche Gegenwart ionischer Tenside ist nicht nur in der Regel unnützlich, sondern kann gelegentlich die Fließfähigkeit verschlechtern. Es kann allerdings zur Stabilität der Dispersionen durchaus günstig sein, kleinere Mengen, etwa von 0,1 - 3 Gew.-%, wasserlöslicher Polymerer zuzugeben. Bevorzugt eignen sich hierfür nichtionische Polymere wie z.B. Hydroxyethylcellulose, Methyl-hydroxypropylcellulose, Polyvinylpyrrolidon, Polyvinylalkohol, Polyethylenoxide, nichtionogene Stärkeether, Xanthan-Gum, Guar- und Pflanzengummen. Die erfindungsgemäßen Dispersionen lassen sich aber auch mit ionischen Polymeren, z.B. mit den anionischen Polyacrylaten und Polyacrylsäure-Copolymerisaten,

...

- 5 -

Carboxymethylcellulose, Carboxyethylstärke oder Maleinsäure-Copolymerisaten oder mit kationischen Polymeren versetzen, ohne daß es zu störenden Reaktionen kommt.

Eine besonders bevorzugte Ausführung der Erfindung ist eine erfindungsgemäße Dispersion, die als Fettstoff einen Fettalkohol mit 14 - 22 C-Atomen in einer Menge von 30 - 50 Gew.-% und als Emulgator ein Anlagerungsprodukt von 20 - 100 Mol Ethylenoxid an ein Mol eines Fettalkohols mit 16 - 22 C-Atomen in einer Menge von 0,1 - 0,5 Gew.-% der gesamten Dispersion enthält.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersionen erfolgt wie üblich in der Weise, daß man den Fettstoff und den Emulgator gemeinsam über den Schmelzpunkt der Mischung erwärmt und intensiv mischt. Dann fügt man unter Rühren oder in üblichen Misch- und Emulgiervorrichtungen das auf etwa die gleiche Temperatur erwärmte Wasser zu; dabei kommt es zur Ausbildung einer Öl-in-Wasser-Emulsion. Die fertige Emulsion läßt man dann auf eine Temperatur unter den Schmelzpunkt der Fettstoffe abkühlen. Dabei erstarren die emulgierten Fettstoffe und es bildet sich eine stabile Dispersion.

Die nach den erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Dispersionen lassen sich mit Wasser bei Normaltemperatur von 20 °C problemlos weiter verdünnen und auf beliebige, niedrigere Konzentrationen des Fettstoffs einstellen. Sie lassen sich auch anderen wäßrigen Zubereitungen, unabhängig von deren Ionogenität, problemlos zusetzen und verteilen sich spontan darin ohne daß es zu Instabilität und Separationen kommt. Sie eignen sich daher zur Lagerung, zum Transport und zur Verarbeitung schmelzbarer Fettstoffe in einer bei Normaltemperatur fließfähigen und mit Wasser verdünnbaren Form.

...

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern ohne ihn hierauf zu beschränken.

- 7 -

Beispiele

## 1. Herstellung erfindungsgemäßer Dispersionen

## 1.1 Verwendete Fettstoffe

CSAL (Cetyl-Stearylalkohol (Gewichtsverhältnis 50 : 50))

CP (Cetylpalmitat)

EGS (Ethylenglykol-distearat)

SAC (Stearinsäure)

## 1.2 Verwendete Emulgatoren

TA 20 (Anlagerungsprodukt von 20 Mol Ethylenoxid an Cetyl-Stearylalkohol (Gewichtsverhältnis 30 : 70))

TA 80 (Anlagerungsprodukt von 80 Mol Ethylenoxid an Cetyl-Stearylalkohol (Gewichtsverhältnis 30 : 70))

NP 50 (Anlagerungsprodukt von 50 Mol Ethylenoxid an Nonylphenol)

HRE 60 (Anlagerungsprodukt von 60 Mol Ethylenoxid an hydriertes Ricinusöl (12-Hydroystearinsäuretriglycerid))

GMS 24 (Anlagerungsprodukt von 24 Mol Ethylenoxid an Glycerinmonostearat)

...

### 1.3 Herstellung der Dispersionen

Fettstoff und Emulgator wurden erwärmt und bei einer Temperatur oberhalb des Schmelzpunktes der Mischung, im vorliegenden Fall bei 80 °C, gemischt. Die Mischung wurde dann unter Rühren mit dem ebenfalls auf 80 °C erwärmten Wasser vermischt. Dabei trat spontane Emulgierung ein. Die erhaltenen Emulsionen wurden dann rasch auf + 20 °C abgekühlt.

Die Zusammensetzung und Viskosität der Emulsionen ist der folgenden Tabelle zu entnehmen. Die Viskosität wurde jeweils 5 Stunden nach der Herstellung der Emulsion bei + 20 °C mit Hilfe eines Rotationsviskosimeters bei einer Schergeschwindigkeit von 400 s<sup>-1</sup> gemessen.

Tabelle

| Zusammensetzung              | 1    | 2     | 3    | 4     | 5     | 6    | 7    | 8     | 9     | 10  | 11   | 12   |
|------------------------------|------|-------|------|-------|-------|------|------|-------|-------|-----|------|------|
| CSAL                         | 40   | 40    | 40   | 40    | 60    | 40   | 40   | 40    | -     | -   | -    | -    |
| CP                           | -    | -     | -    | -     | -     | -    | -    | -     | 40    | 40  | -    | -    |
| EGS                          | -    | -     | -    | -     | -     | -    | -    | -     | -     | -   | 40   | -    |
| SAC                          | -    | -     | -    | -     | -     | -    | -    | -     | -     | -   | -    | 40   |
| TA 20                        | 0,1  | 0,25  | 0,5  | 0,75  | 0,15  | -    | -    | -     | 0,25  | 2,0 | 0,2  | -    |
| TA 80                        | -    | -     | -    | -     | -     | -    | -    | -     | -     | -   | -    | 1,0  |
| NP 50                        | -    | -     | -    | -     | -     | 1    | -    | -     | -     | -   | -    | -    |
| HRE 60                       | -    | -     | -    | -     | -     | -    | 0,5  | -     | -     | -   | -    | -    |
| GMS 24                       | -    | -     | -    | -     | -     | -    | -    | 0,25  | -     | -   | -    | -    |
| Wasser                       | 59,9 | 59,75 | 59,5 | 59,25 | 39,85 | 59   | 59,5 | 59,75 | 59,75 | 58  | 59,8 | 59   |
| Viskosität 20 °C<br>[Pa · s] | 0,2  | 0,3   | 0,5  | 1,5   | 0,85  | 0,21 | 0,2  | 0,17  | 0,25  | >1  | 0,02 | 0,16 |

Patentansprüche

1. Bei 20 °C fließfähige wäßrige Dispersion von wasserunlöslichen, im Temperaturbereich von 30 - 100°C schmelzbaren Fettstoffen, gekennzeichnet durch einen Gehalt von
  - (A) 25 - 60 Gew.-% eines oder mehrerer Fettstoffe
  - (B) 0,1 - 1 Gew.-% eines oder mehrerer nichtionischer oberflächenaktiver Ethylenoxidanlagerungsprodukte mit einem HLB-Wert von 12 - 19,6 als Emulgator und
  - (C) 39 - 74,9 Gew.-% Wasser.
2. Wäßrige Dispersion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Fettstoff-Komponente ein Fettalkohol oder ein Fettalkoholgemisch mit 14 - 22 C-Atomen, eine Fettsäure oder ein Fettsäuregemisch mit 12 - 22 C-Atomen, ein Fettsäure-Fettalkohol-Ester aus Fettsäuren und Fettalkoholen mit 12 - 22 C-Atomen, ein Dialkylether mit 16 - 44 C-Atomen, ein Ethylenglykol- oder Propylenglycol-Difettsäureester oder ein Fettsäuretriglycerid einer Fettsäure mit 12 - 18 C-Atomen enthalten ist.
3. Wäßrige Dispersion nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgator ein Anlagerungsprodukt von 20 - 100 Mol Ethylenoxid an einen Fettalkohol mit 12 - 22 C-Atomen, an eine Fettsäure mit 12 - 22 C-Atomen, an ein Fettsäuremonoglycerid, einen Fettsäure-Sorbitan-monoester oder einen Fett-

säurepropylenglykolmonoester einer Fettsäure mit 12 - 22 C-Atomen, an Ricinusöl oder hydriertes Ricinusöl, an ein Alkylmono- oder -oligoglycosid mit 12 - 22 C-Atomen in der Alkylgruppe oder an ein Alkylphenol mit 8 - 15 C-Atomen in der Alkylgruppe enthalten ist.

4. Wäßrige Dispersion nach einem der Ansprüche 1-3, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator in einer Menge von 0,1 - 0,5 Gew.-% der gesamten Dispersion enthalten ist.
5. Wäßrige Dispersion nach einem der Ansprüche 1 - 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Fettstoff ein Fettalkohol mit 14 - 22 C-Atomen in einer Menge von 30 - 50 Gew.-% und als Emulgator ein Anlagerungsprodukt von 20 - 100 Mol Ethylenoxid an einen Fettalkohol mit 16 - 22 C-Atomen in einer Menge von 0,1 - 0,5 Gew.-% der gesamten Dispersion enthalten ist.