



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 601 05 949 T2** 2006.03.16

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 211 258 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **601 05 949.2**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **01 402 808.8**

(96) Europäischer Anmeldetag: **30.10.2001**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **05.06.2002**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **29.09.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **16.03.2006**

(51) Int Cl.⁸: **C07H 3/06** (2006.01)

C07H 15/04 (2006.01)

A61K 8/60 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

A61Q 19/10 (2006.01)

A61K 47/36 (2006.01)

A01N 25/30 (2006.01)

B01F 17/42 (2006.01)

B01F 17/56 (2006.01)

B01F 17/00 (2006.01)

C11D 1/66 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

0014589

14.11.2000

FR

(84) Benannte Vertragsstaaten:

CH, DE, FR, GB, IT, LI, NL

(73) Patentinhaber:

**Agro Industrie Recherches et Developpements
(A.R.D.), Pomacle, FR**

(72) Erfinder:

**Bertho, Jean-Noel, 08300 Neuflize, FR; de
Baynast, Regis, 78000 Versailles, FR**

(74) Vertreter:

**Patentanwälte PETRA & KOLLEGEN, 85570 Markt
Schwaben**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von Solubilisierzusatzstoffen aus Fuselölen und Osen**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf Verfahren zur Herstellung von Solubilisierungszusätzen, ihre Anwendungen und ihre Formulierungen.

[0002] In FR-2 744 648, in EP-A-0 895 805 und in EP-A-1 027 921 stellt man Alkylglycoside ausgehend von Bagasse, von Rohstoffen pflanzlichen Ursprungs oder von Sirupen aus stärke- und hemicellulosereichem Material her.

[0003] Die Fuselöle bilden farblose oder gelbliche Flüssigkeiten, die einen charakteristischen Geruch besitzen. Sie weisen eine Dichte von ungefähr 0,83 auf. Ihr Siedepunkt ist nicht im entferntesten konstant, da sie sich aus komplexen Substanzmischungen mit sehr variablem Siedepunkt zusammensetzen: Das Sieden beginnt bei ungefähr 80°C und erstreckt sich bis 130–134°C.

[0004] Die Fuselöle sind zwangsläufige Nebenprodukte der alkoholischen Gärung. Produziert von der Hefe unter anaeroben Bedingungen ausgehend von stickstoffhaltigen Materialien, werden sie nach der Rektifikation gewonnen oder auf den Böden in der Mitte der Kolonne, bei denen alkoholische Flüssigkeiten mit 40–50°C siedenden (titrieren). Unlöslich in Wasser, werden sie meistens in Wasser gewaschen und dekantiert, um die Menge Ethanol, die sie enthalten, auf ungefähr 4% bis 5% zu reduzieren. Bei der vorliegenden Erfindung werden alle Prozentangaben in Gewichtsprozent ausgedrückt.

[0005] Die Fuselöle stellen im Durchschnitt 2 bis 5% des erzeugten Ethylalkohols dar. Obwohl die Produktion von Ethylalkohol für die Industrie sich in Frankreich auf 3 Millionen Hektoliter beläuft, ohne Biobrennstoffe mit einzurechnen, ist der potentielle Vorrat doch bei ca. 900 Tonnen.

[0006] Die Fuselöle, auch manchmal „Amylöl (Amylalkohol?)“ oder Fusel genannt, sind Zusammensetzungen, die mit der Funktion ihres Ursprungs variieren (Maische aus Kartoffeln, Runkelrüben, Weizen, Gerste ...).

[0007] Es handelt sich um eine Mischung aus:

- 5 bis 20% Wasser
- 60 bis 95% Alkohole, die sich hauptsächlich aus linearen oder verzweigt-kettigen Alkoholen zusammensetzen, die 2 bis 5 Kohlenstoffatome aufweisen.
- Verunreinigungen (Furfurol, Ether, Fettsäuren ...), die im Extremfall bis 15% gehen können.

[0008] Die Verteilung der Hauptalkohole ist folgende:

Alkohol	Gehalt (%)	Formel
Ethanol	5 - 40	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$
1-Propanol	1 - 8	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_2\text{-OH}$
2-Propanol	0 - 1	$\text{CH}_3\text{-CH(OH)-CH}_3$
2-Methyl-Propanol	5 - 15	$\text{CH}_3\text{-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-OH}$
1-Butanol	0 - 1	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-OH}$
2-Methyl-Butanol	10 - 30	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH(CH}_3\text{)-CH}_2\text{-OH}$
3-Methyl-Butanol	25 - 70	$\text{CH}_3\text{-CH(CH}_3\text{)-(CH}_2\text{)}_2\text{-OH}$

[0009] Die Summe der Alkohole ergibt 100%.

[0010] Halten wir fest, dass die Fuselalkohole natürliche Alkohole sind, die direkt auf biotechnologischem Wege in den Destillieranlagen, ohne jegliche chemische Zwischenstufe, hergestellt werden.

[0011] Ein Verfahren zur Herstellung eines Solubilisierungszusatzes ist Aufgabe der Erfindung, dadurch gekennzeichnet, dass es aufweist, Fuselöle mit einem oder mehreren reduzierenden Zuckern in Gegenwart eines sauren Katalysators bei einer Temperatur zwischen 50 und 130°C zu kontaktieren, das Wasser des Reaktionsmilieus bis zum Erhalt einer Alkylglycosidlösung zu entfernen und aus dieser Lösung die Glycoside abzutrennen.

[0012] Unter reduzierendem Zucker versteht man reduzierende -osen ausgewählt aus Aldosen, wie Threose, Erythrose, Xylose, Lyxose, Ribose, Arabinose, Glucose, Galactose, Mannose, Idose, Gulose, Talose, Allose oder Altrose; Ketosen, wie Fructose, Sorbose, Erythrulose; Disacchariden, wie Maltose, Oligosacchariden; und Polysacchariden, wie Stärke, Dextrane, Arabino-Xylane, Pentosane, Xylane. Man versteht ebenso als reduzierenden Zucker Uronsäuren wie Galakturonsäure, Glucuronsäure, Mannuronsäure. Man versteht außerdem als reduzierendem Zucker Disaccharide und nicht reduzierende Oligosaccharide wie z. B. die Saccharose, die in Gegenwart eines sauren Katalysators, wie der Schwefelsäure, in reduzierende Monosaccharide überführt werden. Man versteht schließlich unter reduzierendem Zucker Mischungen der oben genannten Zucker.

[0013] Jede -ose kann in der isomeren alpha- oder beta-Form oder in der L- oder D-Form oder als Furanose oder Pyranose auftreten.

[0014] Bevorzugt sind Pentosen, und besonders bevorzugt L-Arabinose und D-Xylose, die im Überfluß in den Hemicellulosen von zahlreichen Pflanzen vorhanden sind.

[0015] Man benutzt gleichermaßen Hexosen der Serie D, besonders die D-Glucose, aufgrund reichhaltigen Angebots auf dem Zuckermarkt.

[0016] Man schätzt ganz besonders reduzierende Zuckermischungen, die sich größtenteils aus D-Glucose und Pentosen zusammensetzen, besonders D-Xylose und L-Arabinose. Besonders bevorzugt man Mischungen von reduzierenden Zuckern zu verwenden, die sich von hemicellulose- und/oder stärkereichen agrikulturellen Nebenprodukten ableiten, wie z. B. Weizenstroh, unbearbeiteter oder von desamylierter Kleie, Nebenprodukte der Stärkeherstellung, wie im Patent EP-0699472 definiert, agrikulturelle Nebenprodukten, wie in der Patent EP-0880538 definiert, und besonders bevorzugt Mischungen reduzierender Zucker, die 25 bis 98%, bevorzugt 60 bis 100% und besonders bevorzugt 90 bis 100% Pentosen und 0 bis 34%, und 2 bis 75%, bevorzugt 0 bis 40%, und besonders bevorzugt 0 bis 10% Hexosen aufweisen.

[0017] Die Zucker oder die Zuckermischungen können kristallin sein oder bevorzugt als Sirup verwendet werden.

[0018] Die erste Stufe des erfindungsgemäßen Verfahrens, allgemein Glycosilierung genannt, weist auf, Fuselöle mit Zuckern in Gegenwart eines sauren Katalysators zu kontaktieren und das Wasser des Reaktionsmilieus zu eliminieren. Man bevorzugt, vor der Kontaktierung die Fuselöle zu reinigen. Dieser Schritt wird vorteilhafterweise durch Rektifikation realisiert. Er erlaubt die Entfernung von Resten schweren Fuselöls (größtenteils bestehend aus Verunreinigungen), die Siedepunkte über 140°C aufweisen. Er erlaubt ebenso neben den schweren Fraktionen die leichten Fraktionen zu entfernen, die Siedepunkte unter 100°C aufweisen und die größtenteils aus Wasser Ethanol, Propanol und 2-Methylpropanol bestehen. Man verwendet im allgemeinen 1 bis 20 Moläquivalente Alkohol bezogen auf die Zucker und bevorzugt 1,5 bis 6 Äquivalente.

[0019] Während der Kontaktierung überträgt man die in den rohen (unbehandelten) oder gereinigten Fuselölen enthaltenen Alkohole auf die Anomer-Kohlenstoffatome der Zucker, um Alkylglycoside herzustellen.

[0020] Die Kontaktierung wird in Gegenwart eines sauren Katalysators wie der Schwefelsäure, einer Sulfonsäure, wie der Methansulfonsäure, der Salzsäure, der hypophosphorigen Säure oder jeglicher anderer sauren Katalysatoren, die erlauben eine Glycosidierung auszuführen und ihrer Mischungen durchgeführt. Diese saure Katalyse kann ebenso durch 0,05 bis 6 Gewichtsäquivalente eines Sulfonharzes in der H⁺-Form oder ein saures Harz ausgeführt werden.

[0021] Die Kontaktierung wird bei einer Temperatur zwischen 50 bis 130°C und bevorzugt zwischen 90 und 100°C, während eines Zeitraumes von 15 min bis 3 h bevorzugt 1 bis 2 h ausgeführt.

[0022] Um quantitative Ausbeute zu erhalten, ist bevorzugt, im Laufe der Glycosylierung das anfangs in den Ausgangsmaterialien vorhandene oder während der Reaktion freigesetzte Wasser zu entfernen. Diese Operation wird vorteilhafterweise durch azeotrope Destillation mithilfe einer Rektifikationskolonne realisiert. Die kondensierten Dämpfe werden in einem statischen Abscheider dekantiert; die untere wasserreiche Phase wird entfernt und die obere gewährleistet den Rückfluß der Rektifikationskolonne.

[0023] Man führt diese Glycosylierungsreaktion bevorzugt ohne jegliches Lösungsmittel aus, kann aber gegebenenfalls ein Lösungsmittel verwenden, wie einen Ether, wie Tetrahydrofuran, Diethylether, 1,4 Dioxan, Isopropylether, Methyl-tert.-Butylether, Ethyl-tert.-Butylether, oder Diglyme, einen chlorierten Kohlenwasserstoff,

wie Methylenchlorid, Chloroform, 1,2-Dichlorethan, ein nitriertes Lösungsmittel wie Nitromethan, Nitro-2-Propan, ein Lösungsmittel aus der Familie der Amide wie N-Methylformamid, N,N-Dimethylformamid, N,N-Dimethylacetamid, N-Methyl-2-Pyrrolidon, ein Nitril wie Acetonitril, ein Alkan wie Hexan, Heptan, oder Oktan oder ein aromatisches Lösungsmittel wie Toluol oder Xylol.

[0024] Die Kontaktierung kann auch in Gegenwart von Mikrowellen ausgeführt werden.

[0025] Zum Erhalt der Alkylglycosidmischung weist das Verfahren auf:

- Entfernen des Lösungsmittels der Reaktion, falls vorhanden
- Neutralisieren des sauren Katalysators, dann Filtrieren des erhaltenen Salzes. Man bewirkt die Neutralisation z. B durch ein Hydrogencarbonat oder Carbonat eines Alkali- oder Erdalkalimetalls, besonders Natriumhydrogencarbonat, durch ein Alkali- oder Erdalkalimetallhydroxid, besonders Soda, oder durch eine organische Base wie Triethanolamin
- Reinigen des gewünschten Produkts
- entweder durch Verdampfen des überschüssigen Alkohols im Vakuum zwischen 0,001 und 100 mbar bei einer Temperatur zwischen 60 und 200°C, bevorzugt Mithilfe eines Dünnschichtverdampfers bei einem Druck von 1 bis 50 mb und einer Temperatur von 60 bis 120°C
- oder durch Säulenchromatographie mit Silicagel, Tonerde, Aktivkohle oder Ionenaustauscherharz,
- oder, falls die synthetisierten Produkte es erlauben, durch Kristallisation in einem Lösungsmittel oder einer Mischung von geeigneten Lösungsmitteln ausgewählt unter den Ethern, wie Tetrahydrofuran, Diethylether, 1,4 Dioxan, Isopropylether, Methyl-tert.-Butylether, Ethyl-tert.-Butylether oder Diglyme, einem chlorierten Kohlenwasserstoff wie Methylenchlorid, Chloroform, 1,2-Dichlorethan, einem nitrierten Lösungsmittel wie Nitromethan, Nitro-2-Propan, einem Lösungsmittel aus der Familie der Amide wie N-Methylformamid, N,N-Dimethylformamid, N,N-Dimethylacetamid, N-Methyl-2-Pyrrolidon, einem Nitril wie Acetonitril, einem Alkan wie Hexan, Heptan, oder Oktan oder einem aromatischen Lösungsmittel wie Toluol oder Xylol.
- oder durch selektive Extraktion durch mit Wasser nicht-mischbare Lösungsmittel

[0026] Das isolierte Produkt weist dann einen Prozentsatz von aus Restfuselölen stammenden Alkoholen zwischen 0 und 5%, bevorzugt zwischen 0 und 1% auf.

- ggf. Lösen der Alkylglycoside in Wasser, um bevorzugt einen Trockensubstanzgehalt von 40 bis 80% aufweisenden Solubilisierungszusatz zu erhalten,
- falls notwendig, Entfärben dieses Zusatzes durch Zufügen bei einer Temperatur zwischen 15 und 100°C von 0,05 bis 10%, bevorzugt 0,5 bis 3% von Wasserstoffperoxid, von Alkali- oder Erdalkaliperoxodisulfaten, von Perboraten, Persulfaten, Perphosphaten, Percarbonaten, von Ozon oder schließlich Periodaten. Man bevorzugt 30–50 prozentiges Wasserstoffperoxid. Das Entfärbungsmittel der vorliegenden Erfindung muss natürlich mit der Gesamtheit der Zutaten der endgültigen Formulierung und den Anwendungen der Endprodukte kompatibel sein.

[0027] Die vorliegende Erfindung zielt ebenso auf Zusätze, die in Gewichtsprozenten – angenommenen Verunreinigungen – aufweisen:

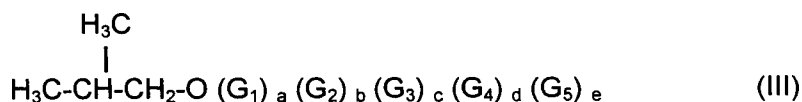
- 0%–20% einer Mischung von Glycosiden der Formel (I)



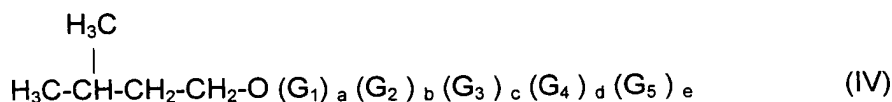
- 0%-5% einer Mischung von Glycosiden der Formel (II)



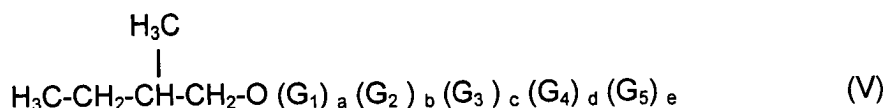
- 0%–15% einer Mischung von Glycosiden der Formel (III)



- 20%–80% einer Mischung von Glycosiden der Formel (IV)



- 10%–40% einer Mischung von Glycosiden der Formel (V)



worin: G1, G2, G3, G4, G5 unabhängig voneinander Reste von -osen sind, ausgewählt bevorzugt aus Hexosen und Pentosen, letzere bevorzugt ausgewählt aus Arabinose und Xylose, a, b, c, d und e gleich 0 oder 1 sind, wobei die Summe von a, b, c, d und e mindestens gleich 1 ist. Die Gesamtheit der Zusammensetzungen I, II, III, IV und V, abgesehen von Verunreinigungen und eventuellen anderen Alkylglycosiden als den Zusammensetzungen I, II, III, IV und V, ergibt 100%.

[0028] Aufgrund ihrer Wirksamkeit und ihrer einfachen Herstellung, bevorzugt man die Zusätze, die in Gewichtsprozent aufweisen:

- 0%–20% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (III),
- 45%–80% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (IV),
- 10%–40% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (V),

und besonders bevorzugt Zusätze, die in Gewichtsprozent aufweisen:

- 60%–75% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (IV),
- 25%–40% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (V),

[0029] Es existieren im wesentlichen drei Hauptwege um erfindungsgemäße Zusätze ausgehend von reduzierenden Zuckern und Fuselöl zu erhalten.

[0030] Der erste Weg weist auf, Fuselöle mit einem reduzierenden Zucker in Gegenwart eines sauren Katalysators bei einer Temperatur zwischen 50 und 130°C zu kontaktieren, das Wasser des Reaktionsmilieus bis zum Erhalt einer Alkylglycosidlösung zu entfernen und aus dieser Lösung die Glycoside abzutrennen. Daraufhin werden die Alkylglycoside, die aus verschiedenen reduzierenden Zuckern hergestellt worden sind, eventuell gemischt, um erfindungsgemäße Zusätze zu erhalten.

[0031] Der zweite Weg weist auf, verschiedene reduzierende Zucker zu mischen und diese Mischungen reduzierender Zucker mit Fuselölen in Gegenwart eines sauren Katalysators bei einer Temperatur zwischen 50 und 130°C zu kontaktieren, das Wasser des Reaktionsmilieus bis zum Erhalt einer Alkylglycosidlösung zu entfernen und aus dieser Lösung die Glycoside abzutrennen, um erfindungsgemäße Zusätze zu erhalten.

[0032] Der dritte Weg weist schließlich auf, Sirup von Mischungen reduzierender Zucker abgeleitet aus pflanzlichen Rohstoffen reich an Stärke und Hemicellulose mit einem Gehalt von 25 bis 98%, bevorzugt 60 bis 100% und besonders bevorzugt 90 bis 100% von Pentosen und 0 bis 34%, und 2 bis 75%, bevorzugt 0 bis 40% und besonders bevorzugt 0 bis 10% von Hexosen zu verwenden und die Kontaktierung dieser Sirupe dieser reduzierenden Zucker mit Fuselölen in Gegenwart eines sauren Katalysators bei einer Temperatur zwischen 50 und 130°C auszuführen, das Wasser des Reaktionsmilieus bis zum Erhalt einer Alkylglycosidlösung zu entfernen und aus dieser Lösung die Glycoside abzutrennen, um erfindungsgemäße Zusätze zu erhalten.

[0033] Die vorliegende Erfindung zielt ebenso auf eine Zusammensetzung, die in Gewichtsprozenten aufweist:

- 10 bis 60% eines Zusatzes oder einer Mischung erfindungsgemäßer Zusätze,
- 40 bis 90% nicht-ionischer, anionischer, amphoterer, kationischer Tenside oder ihrer Mischungen.

[0034] Die anionischen Tenside können sein:

- Alkylestersulfonaten der Formel $\text{R}-\text{CH}(\text{SO}_3\text{M})-\text{COOR}'$, wobei R ein Alkylrest mit C_{8-20} , bevorzugt $\text{C}_{10}-\text{C}_{16}$, R' ein Alkylrest mit C_1-C_6 , bevorzugt C_1-C_3 und M ein Alkalikation (Natrium, Kalium, Lithium), substituiertes oder unsubstituiertes Ammonium oder (Methyl-, Dimethyl-, Trimethyl-, Tetramethylammonium, Dimethylpiperidinium ...) oder Derivate eines Alkanolamins (Monoethanolamin, Diethanolemin, Triethanolamin ...) ist;
- Alkylsulfate der Formel ROSO_3M , wobei R einen Alkyl- oder Hydroxyalkylrest darstellt mit $\text{C}_{10}-\text{C}_{24}$, bevorzugt $\text{C}_{12}-\text{C}_{20}$, und besonders bevorzugt $\text{C}_{12}-\text{C}_{18}$; und M ein Wasserstoffatom oder ein Kation, wie oben definiert darstellt, ebenso wie ihre ethoxylierten (OE) und/oder propoxylierten (OP) Derivate, welche im Durchschnitt 0,5 bis 6 Wiederholeinheiten, bevorzugt 0,5 bis 3 Wiederholeinheiten OE und/oder OP aufweisen;
- Alkylamidsulfate der Formel $\text{RCONHR}'\text{OSO}_3\text{M}$, wobei R einen Alkylrest mit C_2-C_{22} , bevorzugt C_6-C_{20} , R' einen Alkylrest mit C_2-C_3 darstellt, M ein Wasserstoffatom oder ein Kation, wie oben definiert, sowie ihre ethoxylierten (OE) und/oder propoxylierten (OP) Derivate, welche im Durchschnitt 0,5 bis 60 Wiederholeinheiten OE und/oder OP aufweisen;

– Alkyl-D-Galactosiduronate der Formel VI:

FORMEL

wobei R³ ein linear oder verzweigt-kettiger Alkylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, bevorzugt mit 8 bis 16 Kohlenstoffatomen ist, die Kohlenwasserstoffe 1 bis 4 ethylenische Doppelbindungen und 6 bis 22 Kohlenstoffatome haben oder einer dieser Reste mit 1 bis 3 Substituenten an verschiedenen Kohlenstoffen substituiert ist, ausgewählt aus Hydroxy, Halogen, Trifluomethyl, wobei R ist:

FORMEL

wobei das C-Atom, das die Hydroxygruppe trägt, nicht an das endozyklische Sauerstoffatom gebunden ist. R⁴ ist ein Wasserstoffatom, ein Alkalimetall, ein Erdalkalimetallatom, eine quartäre Ammoniumgruppe.

– Salzen gesättigter oder ungesättigter Fettsäuren mit C₈-C₂₄, bevorzugt C₁₄-C₂₀, Alkylbenzolsulfonaten, mit C₉-C₂₀, primäre oder sekundäre Alkylsulfonate mit C₈-C₂₂, Alkylglycerinsulfonate, polycarboxylierte Sulfonsäuren wie in GB-A-1 082179 beschrieben, Paraffinsulfonate, N-Acyl N-alkyltaurate, Alkylphosphate, Alkylseshionate (alkylierte Thionate), Alkylsuccinamate, Alkylsulfosuccinate, Mono- oder Diester von Sulfosuccinaten, N-Acyl-Sarkosinate, Alkylglycosidsulfate, Polyethoxycarboxylate, wobei das Kation ein Alkalimetall (Natrium, Kalium, Lithium), ein substituierter oder nicht substituierter Ammoniumrest (Methyl-, Dimethyl-, Trimethyl-, Tetramethylammonium, Dimethylpiperidinium ...) ist oder ein Derivat eines Alkanolamins (Monoethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin).

[0035] Die nicht-ionischen Tenside können sein:

– Polyoxyalkylenierte Alkylphenole (polyethoxyethyleniert, polyoxypropyleniert, polyoxybutyleniert) deren Alkylsubstituent C₅-C₂ und 5 bis 25 Wiederholeinheiten Oxyalkylen beinhaltet; bspw. TRITON X-45, X-114, X-100, oder X-102 von Rohm & Haas Cy.
 – Glucosamide, Glucamide;
 – Glycerinamide abgeleitet aus N-Alkylaminen (US-A-5223179 und FR-A-1585966)
 – Polyoxyalkylenierte aliphatische Alkohole mit C₈-C₂₂, die 1 bis 25 Wiederholeinheiten Oxyalkylene (Oxyethylen, Oxypropylen) beinhalten; bspw. TERGITOL 15-S-9, TERGITOL 24-L-6 NMW von Union Carbide Corp., NEODOL 45-9, NEODOL 23-65, NEODOL 45-7, NEODOL 45-4 von Shell Chemical Cy., KYRO EOB von The Procter & Gamble Cy. nennen;
 – Produkte resultierend aus der Kondensation von Ethylenoxid mit einer hydrophoben Komponente resultierend aus einer Kondensation von Propylenoxid mit Propylenglycol, wie PLURONIC von BASF;
 – Produkte resultierend aus der Kondensation von Ethylenoxid, die Zusammensetzung stammt aus einer der Kondensation von Propylenoxid mit Ethylendiamin, wie TETRONIC von BASF;
 – Aminoxide wie Dimethylaminalkyloxid C₁₀-C₁₈, Ethyldihydroxyethylaminalkoxyoxide C₈-C₂₂
 – Alkylpolyglycoside der folgenden Formel VII



worin A₁, A₂, A₃, A₄, A₅ unabhängig voneinander Reste von -osen sind, ausgewählt aus Hexosen und besonders bevorzugt D-Glucose; Pentosen, letztere ausgewählt bevorzugt aus Arabinose und Xylose; wobei f, g, h, i und j gleich 0 oder 1 sind, wobei die Summe von f, g, h, i und j mindestens gleich 1 ist; R⁵ ein linearer oder verzweigt-kettiger Alkylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen ist, wobei der Kohlenwasserstoff 1 bis 4 ethylenische Unsättigungen hat und 6 bis 22 Kohlenstoffatome, oder einer dieser Reste mit 1 bis 3 Substituenten an verschiedenen Kohlenstoffen substituiert ist, ausgewählt aus Hydroxy, Halogen und Trifluormethyl;

– Fettsäureamide mit C₈-C₂₀;
 – Ethoxylierte Fettsäuren;
 – Ethoxylierte Fettsäureamide;
 – Ethoxylierte Amine;

[0036] Die kationischen Tenside können z. B. Alkyldimethylammoniumhalogenide sein.

[0037] Die amphoteren und zwitterionischen Tenside können sein:

– Alkyldimethylbetaine,
 – Alkylamidopropyltrimethylbetaine,
 – Alkyltrimethylsulfobetaine,
 – Kondensationsprodukte von Fettsäuren und Proteinhydrolysaten.

[0038] Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen können die Löslichkeit lipophiler Moleküle in Wasser verbessern. Die lipophilen Moleküle können sein:

– ätherische Öle wie z. B. Öle der Meer- oder Waldkiefer, Öle von Zitrusfrüchten wie der Zitrone, der Pam-

pelmuse, der Orange, der Madarine, Getreideöle, wie Öl aus Weizengluten, Weizenkeim, Öl von Anis, Bittermandel, Birke, Kamille, Bergamott, Zimt, Zitronenkraut, Aromapflanzen, wie weißer Thymian, roter Thymian, Rosmarin, Minze, Eukalyptus, Basilikum, Estragon, Lorbeer, Oregano, Eisenkraut, Öl von Wacholder, Nelke, Lavendel, Geranie, Zeder, Koriander, Wacholder, Strohblume, Majoran

– synthetische Aromastoffe z. B. aromatische Ester wie Benzyl-, Linalyl-, Terpenyl-, Vetiveryl-, Amyl-, Bornyl-, Cedryl-, Geranyl-, Phenylethyl-, β -Cresyl-, Styrallylacetat, Amylbutyrat, Eugenol, Geraniol, Anisalkohol, Zimtalkohol, Styrallylalkohol, Aldehyde wie Octanal, Nonanal, Decanal, Undecanal, Laurinaldehyd, Myristinaldehyd, Cetylaldehyd, Stearinaldehyd, Benzaldehyd, Anisaldehyd, synthetischer Campher, Limonen;

– natürliche oder synthetische Duftstoffe

– lipophile Kosmetikzusätze

– Glycolipide wie z. B. Sophorolipide

– Konservierungsmittel wie Methyl-, Ethyl-, Propyl und Butylester der p-Hydroxybenzoesäure, Natriumbenzoat, GERMABEN®, oder jedes chemische Mittel, das die Proliferation von Bakterien oder Schimmelpilzen verhindert und traditionell bei kosmetischen Zusammensetzungen benutzt wird, werden allgemein in diese Zusammensetzungen mit einem Gehalt von 0,01 bis 3% Gewichtsprozent hineingegeben;

– organische im UV-A und/oder UV-B aktive Sonnenschutzfilter, um die Haut oder die Haare vor Angriffen der Sonne und vor UV-Strahlen zu schützen, wie die Zusammensetzungen, autorisiert durch die Europäische Richtlinie Nr. 76/768/CEE, ihre Anhänge und spätere Änderungen dieser Direktive;

– Antioxidantien

– Insektenrepellents

– Vitamine

– Färbemittel

– Pflanzenschutzmittel wie Herbizide, Fungizide, Insektizide, wie beschrieben in THE PESTICIDE MANUAL (9. Ausgabe, C. R. WORKLING und R. J. HANCE Herausgeber, publiziert von The British Crop Protection Council). Die Formulierungszusätze erlauben darüber hinaus, das Eindringen der Pestizide in die Pflanze zu erleichtern, was die Wirksamkeit der Pestizide erhöht und ebenso erlaubt, die Anwendungsdosis zu verringern.

– Rapsmethylester

– Proteine

– lipophile pharmazeutische Inhaltsstoffe ...

[0039] Die Erhöhung der Löslichkeit von lipophilen Molekülen in Wasser beruht auf dem Einschluß der lipophilen Produkte in die Mizellen der Tenside oder auf ihren Einschluss in einer Tasche einer weniger geordneten Molekülanordnung, welche ein hydrotropes Milieu bildet.

[0040] Man bevorzugt erfindungsgemäße Zusammensetzungen aufweisend:

10% bis 60% erfindungsgemäßen Zusatz

40% bis 90% nicht-ionische Tenside, wie oben angeführt.

[0041] Man bevorzugt ganz besonders, insbesondere aufgrund ihrer Wirksamkeit, ihrer guten biologischen Abbaubarkeit, wegen ihres geringen Irritationspotentials und ihrer guten Umweltverträglichkeit erfindungsgemäße Zusammensetzungen aufweisend:

– 10% bis 60% erfindungsgemäßen Zusatz,

– 40% bis 90% Alkylpolyglycoside der Formel VII, beschrieben im Patent EP 0699472;



wobei, A_1 , A_2 , A_3 , A_4 , A_5 unabhängig voneinander Reste von „-osen“ sind, ausgewählt aus Hexosen und besonders bevorzugt D-Glucose; Pentosen, letzere bevorzugt ausgewählt aus Arabinose und Xylose, wobei f, g, i, und j gleich 0 oder 1 sind, wobei die Summe von f, g, i, und j mindestens gleich 1 ist; wobei R^5 ein linear oder verzweigt-kettiger Alkylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen ist, wobei der Kohlenwasserstoff 1 bis 4 ethylenische Doppelbindungen und 6 bis 22 Kohlenstoffatome besitzt oder einer dieser Reste mit 1 bis 3 Substituenten an unterschiedlichen Kohlenstoffatomen substituiert ist, ausgewählt aus Hydroxy, Halogen oder Trifluormethyl. Man bevorzugt ganz besonders Alkylpolyglycoside mit 8 bis 16 Kohlenstoffatomen am Alkylrest R^5 , und besonders Mischungen von Octyl- und Decylpolyglycosiden, Mischungen von Decyl- und Dodecylpolyglycosiden, Mischungen von Dodecyl- und Tetradecylpolyglycosiden, Mischungen von Octyl-, Decyl-, Dodecyl-, und Tetradecylpolyglycosiden, und Mischungen von Dodecyl-, Tetradecyl-, Hexadecylpolyglycosiden.

[0042] Die vorliegende Erfindung bezieht sich ebenso auf eine klare Zusammensetzung, die in Gewichtsprozent aufweist:

- 0,5 bis 5% des erfindungsgemäßen Zusatzes,
- 2 bis 7% Alkylpolyglycoside der Formel VII mit 8 bis 14 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette R⁵,
- 1 bis 10% lineare oder verzweigt-kettige Alkanole mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen aufweisend oder ihre Mischungen,
- 01, bis 3% zu solubilisierende lipophile Wirkstoffe.

[0043] Als Beispiel für linear- oder verzweigt-kettige Alkanole mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen kann man Ethanol, 2-Propanol, n-Butanol, 2-Methylpropanol, 2-Methylbutanol, 3-Methylbutanol, n-Pentanol, die im Fuselöl enthaltenen Alkohole anführen.

[0044] Die zu solubilisierenden lipophilen Wirksubstanzen können sein:

- etherische Öle wie z. B. Öle der Meer- oder Waldkiefer, Öle von Zitrusfrüchten wie der Zitrone, der Pampelmuse, der Orange, der Madarine, Getreideöle wie Öl aus Weizengluten, Weizenkeim, Öl von Anis, Bittermandel, Birke, Kamille, Bergamotte, Zimt, Zitronenkraut, Aromapflanzen, wie weißer Thymian, roter Thymian, Rosmarin, Minze, Eukalyptus, Basilikum, Estragon, Lorbeer, Oregano, Eisenkraut, Öle von Wacholder, Nelke, Lavendel, Geranie, Zeder, Koriander, Wacholder, Strohblume, Majoran;
- synthetische Aromastoffe wie z. B. aromatische Ester wie Senzyl-, Linalyl-, Terpenyl-, Vetiveryl-, Amyl-, Bornyl-, Cedryl-, Geranyl-, Phenylethyl-, P-Cresyl-, Styrallylacetat, Amylbutyrate, Eugenol, Geraniol, Anisalkohol, Zimtalkohol, Styralalkohol, Aldehyde wie Octanal, Nonanal, Decanal, Undecanal, Laurinaldehyd, Myristinaldehyd, Cetylaldehyd, Stearinaldehyd, Benzaldehyd, Anisaldehyd, synthetischer Campher, Limonen;
- natürliche oder synthetische Duftstoffe
- lipophile Kosmetikzusätze
- Glycolipide, z. B. Sophoroselipide
- Konservierungsmittel wie Methyl-, Ethyl-, Propyl und Butylester der p-Hydroxybenzoesäure, Natriumbenzoat, GERMABEN®, oder jedes chemische Mittel, das die Proliferation von Bakterien oder von Schimmelpilzen verhindert und traditionell bei kosmetischen Zusammensetzungen benutzt wird, werden allgemein in diese Zusammensetzungen mit einem Gehalt von 0,01 bis 3% Gewichtsprozent hineingegeben
- organische im UV-A und oder UV-B aktive Sonnenschutzfilter, um die Haut oder die Haare vor Angriffen der Sonne und vor UV-Strahlen zu schützen, wie Zusammensetzungen, autorisiert durch die Europäische Richtlinie Nr. 76/768/CEE, ihre Anhänge und spätere Modifikationen dieser Richtlinie;
- Insektenrepellents
- Vitamine
- Färbemittel
- Pflanzenschutzmittel, wie Herbizide, Fungizide, Insektizide, wie beschrieben in THE PESTICIDE MANUAL (9. Ausgabe, C. R. WORKLING und R. J. HANCE Herausgeber, publiziert von The British Crop Protection Council).
- Rapsmethylester
- Proteine
- Lipophile pharmazeutische Inhaltsstoffe ...

[0045] Man bevorzugt ganz besonders erfindungsgemäße Zusammensetzungen, die in Gewichtsprozent aufweisen:

- 0,5 bis 5% des erfindungsgemäßen Zusatzes,
- 1 bis 10% Alkylpolyglycoside mit 8 bis 14 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette,
- 1 bis 10% lineare oder verzweigt-kettige Alkanole mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen oder ihre Mischungen,
- 01, bis 2% ätherische Öle,
- 0 bis 0,5% Konservierungsmittel wie Methyl-, Ethyl-, Propyl- und Butylester der p-Hydroxybenzoesäure, Natriumbenzoat, GERMABEN®, oder jedes chemische Mittel, das die Proliferation von Bakterien oder von Schimmelpilzen verhindert und traditionell in kosmetischen und Detergentien-Zusammensetzungen benutzt wird.

[0046] Diese Zusammensetzungen sind besonders wirksam, um glatte Oberflächen zu reinigen und stellen für viele Zwecke leistungsfähige, biologisch abbaubare und umweltfreundliche Detergentien dar.

[0047] Allgemein können die erfindungsgemäßen Zusätze in Formulierungen vorhanden sein wie pudrigen oder flüssigen Detergentien, schäumenden oder nicht-schäumenden Lotionen, Emulsionen flüssiger oder halb-flüssiger Konsistenz wie Milche, die durch Dispersion einer Fett-Phase in einer wässrigen oder umgekehrt erhalten werden, Suspensionen oder Emulsionen mit weicher Konsistenz vom Creme- oder Pomadetyp, Gele oder schließlich feste Präparationen wie Stifte, Waschstücke, imprägnierte Tampons oder auch hydratisieren-

de Masken.

[0048] Die erfindungsgemäßen Zusätze können besonders vorhanden sein in:

- Haushalts- oder Industriedetergentien, wie Allzweckreiniger, Geschirrspülmittel, Bodenreiniger, Fensterreiniger, WC-Reiniger, Waschmittel;
- kosmetische Formulierungen wie Lotionen, Milch, Make-up-Entferner, Pflegecreme oder Sonnenschutz/UV-Schutzcremes oder -lotionen, Schäumen, Haargels oder jegliche Formulierung, die für Frisurgestaltung verwendet werden oder das Kämmen der Haare erleichtern, Shampoos für Haar und Körper, Gele zur Gesichtsreinigung oder des Körpers, Flüssigseifen, Badeschaum, Formulierungen für die Reinigung der Zähne oder der Mundhöhle wie Mundspülungen oder Zahnpasta, Seife oder Waschstücke
- Pflanzenschutzmittelformulierungen

[0049] Die nachfolgenden Beispiele sollen, die vorliegende Erfindung illustrieren.

Beispiel 1

Synthese eines Solubilisierungszusatzes ausgehend von D-Xylose und Fuselölen

[0050] 1277 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	10,0
Ethanol	6,0
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,1
2-Methyl-Propanol	9,3
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	45,0
2-Methyl-Butanol	20,3
Verunreinigungen	6,8

werden in einem Verdampfer mit einem Rektifikationskolonnenaufsatz zum Sieden gebracht. In einem ersten Zeitraum gewinnt man eine Fraktion A, die Siedepunkte unterhalb von 100°C aufweist (204 g), dann in einem zweiten Zeitraum eine Fraktion B, die Siedepunkte zwischen 100 und 140°C (994 g) aufweist mit folgender Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	6,0
Ethanol	3,2
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,0
2-Methyl-Propanol	10,2
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	55,3
2-Methyl-Butanol	21,0
Verunreinigungen	1,9

[0051] 170 g D-Xylose werden in 630 g der Fraktion B, die 3,4 g Schwefelsäure enthält, gegeben. Das Reaktionsmilieu wird unter reduziertem Druck 3 Stunden bei 100°C gehalten. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Das saure Milieu wird durch eine wässrige 30,5%-ige Sodalösung bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (244 g) wird in 100 g osmotisiertem Wasser aufgelöst. Die erhaltenen Alkylxyloside werden in Gegenwart von 5 g 50% Wasserstoffperoxidlösung bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 2

Synthese eines Zusatzes ausgehend von L-Arabinose und Fuselölen

[0052] 1441 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung

Komponente	%
Wasser	16,1
Ethanol	22,6
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,6
2-Methyl-Propanol	6,7
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	23,0
2-Methyl-Butanol	10,5
Verunreinigungen	18,0

werden in einem Verdampfer mit einem Rektifikationskolonnenaufsatz zum Sieden gebracht. In einem ersten Zeitraum gewinnt man eine Fraktion A, die Siedepunkte unterhalb von 100°C aufweist (594 g), dann in einem zweiten Zeitraum eine Fraktion B, die Siedepunkte zwischen 100 und 140°C aufweist, die sich absetzt. Die obere Phase C (582 g) weist folgende Zusammensetzung auf:

Komponente	%
Wasser	9,9
Ethanol	10,8
2-Propanol	0,0
1-Propanol	2,8
2-Methyl-Propanol	9,2
1-Butanol	0,6
3-Methyl-Butanol	40,8
2-methyl-Butanol	18,4
Verunreinigungen	7,5

[0053] 200 g L-Arabinose werden in 774 g der Fraktion C, die 4 g Schwefelsäure enthält, gegeben. Das Reaktionsmilieu wird unter reduziertem Druck während 3 Stunden bei 100°C gehalten. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Das saure Milieu wird durch eine wässrige 30,5%-ige Sodalösung bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (282 g) wird in 120 g osmotisiertem Wasser aufgelöst. Die erhaltenen Alkylarabinoside werden in Gegenwart von 5 g 50% Wasserstoffperoxidlösung bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 3

Synthese eines Zusatzes ausgehend von D-Glucose und Fuselölen

[0054] 1277 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung

Komponente	%
Wasser	10,0
Ethanol	6,0
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,1
2-Methyl-Propanol	9,3
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	45,0
2-Methyl-Butanol	20,3
Verunreinigungen	6,8

werden in einem Verdampfer mit einem Rektifikationskolonnenaufsatz zum Sieden gebracht. In einem ersten Zeitraum gewinnt man eine Fraktion A, die Siedepunkte unter 100°C aufweist (204 g), dann in einem zweiten Zeitraum eine Fraktion B, die Siedepunkte zwischen 100 und 140°C (994 g) aufweist, mit folgender Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	6,0
Ethanol	3,2
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,0
2-Methyl-Propanol	10,1
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	55,3
2-Methyl-Butanol	21,0
Verunreinigungen	1,9

[0055] 200 g D-Glucosemonohydrat werden in 562 g der Fraktion B, die 3,6 g Schwefelsäure enthält, gegeben. Das Reaktionsmilieu wird unter reduziertem Druck 3 Stunden bei 100°C gehalten. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Nach Filtration wird das saure Milieu durch eine wässrige 30,5% -ige Sodalösung bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (244 g) wird in 100 g osmotisiertem Wasser aufgelöst. Die erhaltenen Alkylglycoside werden in Gegenwart von 5 g 50% Wasserstoffperoxid bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 4

Synthese eines Zusatzes ausgehend von Mischungen von D-Xylose, L-Arabinose und D-Glucose und Fuselölen

[0056] 1277 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung

Komponente	%
Wasser	10,0
Ethanol	6,0
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,1
2-Methyl-Propanol	9,3
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	45,0
2-Methyl-Butanol	20,3
Verunreinigungen	6,8

werden in einem Verdampfer mit einem Rektifikationskolonnenaufsatz zum Sieden gebracht. In einem ersten Zeitraum gewinnt man eine Fraktion A, die Siedepunkte unterhalb 100°C aufweist (204 g), dann in einem zweiten Zeitraum eine Fraktion B, die Siedepunkte zwischen 100 und 140°C (994 g) aufweist mit folgender Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	6,0
Ethanol	3,2
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,0
2-Methyl-Propanol	10,1
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	55,3
2-Methyl-Butanol	21,0
Verunreinigungen	1,9

[0057] 100 g D-Xylose, 100 g L-Arabinose und 100 g D-Glucoseanhydrid werden in 1050 g der Fraktion B, die 6 g Schwefelsäure enthält, gegeben. Das Reaktionsmilieu wird unter reduziertem Druck 3 Stunden bei 100°C gehalten. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Das saure Milieu wird durch eine wässrige 30,5%-ige Sodalösung bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (420 g) wird in 180

g osmotisiertem Wasser aufgelöst. Die erhaltenen Alkylglycoside werden in Gegenwart von 12 g 50% Wasserstoffperoxid bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 5

Synthese eines Zusatzes ausgehend von Zuckersirupen aus Weizenstroh und Fuselölen

[0058] 1500 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung

Komponente	%
Wasser	10,0
Ethanol	6,0
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,1
2-Methyl-Propanol	9,3
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	45,0
2-Methyl-Butanol	20,3
Verunreinigungen	6,8

werden in einem Verdampfer mit einem Rektifikationskolonnenaufsatz zum Sieden gebracht. In einem ersten Zeitraum gewinnt man eine Fraktion A, die Siedepunkte unter 100°C aufweist (242 g), dann in einem zweiten Zeitraum eine Fraktion B, die Siedepunkte zwischen 100 und 140°C (1160 g) aufweist, folgender Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	6,0
Ethanol	3,2
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,0
2-Methyl-Propanol	10,1
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	55,3
2-Methyl-Butanol	21,0
Verunreinigungen	1,9

[0059] 150 g Zuckersirup aus Weizenstroh mit 37,5 g Wasser, 79 g D-Xylose, 13,6 g L-Arabinose, 8 g D-Glucose und 4,5 g D-Galactose und D-Mannose werden tropfenweise innerhalb einer Stunde 30 Minuten in 400 g der Fraktion B, die 2,25 g Schwefelsäure enthält, bei einer Temperatur in der Größenordnung von 100 bis 107°C gegeben. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Nach der Zugabe des Zuckersirups wird der Druck des Reaktionsmilieus schrittweise auf zwischen 300 und 900 mb bei gleicher Temperatur abgesenkt, um Spuren von Wasser zu eliminieren. Das saure Milieu wird anschließend durch eine wässrige 30,5%-ige Sodalösung bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (155 g) wird in 65 g osmotisiertem Wasser aufgelöst. Die erhaltenen Alkylglycoside werden in Gegenwart von 5 g 50% Wasserstoffperoxid bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 6

Synthese eines Zusatzes ausgehend von extrahierten Zuckersirupen aus von Amylose befreiter Weizenkleie und Fuselölen

[0060] 1277 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung

Komponente	%
Wasser	10,0
Ethanol	6,0
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,1
2-Methyl-Propanol	9,3
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	45,0
2-Methyl-Butanol	20,3
Verunreinigungen	6,8

werden in einem Verdampfer mit einem Rektifikationskolonnenaufsatz zum Sieden gebracht. In einem ersten Zeitraum gewinnt man eine Fraktion A, die Siedepunkte unterhalb von 100°C aufweist (204 g), dann in einem zweiten Zeitraum eine Fraktion B, die Siedepunkte zwischen 100 und 140°C (994 g) aufweist folgender Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	6,0
Ethanol	3,2
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,0
2-Methyl-Propanol	10,1
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	55,3
2-Methyl-Butanol	21,0
Verunreinigungen	1,9

[0061] 200 g Zuckersirup stammend aus von Amylose befreiter Weizenkleie mit 50 g Wasser, 72 g D-Xylose, 42 g L-Arabinose, 10,4 g D-Glucose und 3,7 g D-Galactose und D-Mannose werden tropfenweise innerhalb einer Stunde und 30 Minuten in 525 g der Fraktion B, die 3 g Schwefelsäure enthält, bei einer Temperatur in der Größenordnung von 100 bis 105°C gegeben. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Nach Zugabe des Zuckersirups wird der Druck des Reaktionsmilieus schrittweise zwischen 300 und 900 mb bei gleicher Temperatur abgesenkt, um Spuren von Wasser zu eliminieren. Das saure Milieu wird anschließend durch eine wässrige Sodalösung von 30,5% bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (207 g) wird in 90 g entionisiertem Wasser aufgelöst. Die erhaltenen Alkylglycoside werden in Gegenwart von 6 g 50% Wasserstoffperoxidlösung bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 7

Synthese eines Zusatzes ausgehend von extrahierten Zuckersirupen aus unbehandelter Weizenkleie und Fuselölen

[0062] 1277 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	10,0
Ethanol	6,0
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,1
2-Methyl-Propanol	9,3
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	45,0
2-Methyl-Butanol	20,3
Verunreinigungen	6,8

werden in einem Verdampfer mit einem Rektifikationskolonnenaufsatz zum Sieden gebracht. In einem ersten Zeitraum gewinnt man eine Fraktion A, die Siedepunkte unterhalb von 100°C aufweist (204 g), dann in einem

zweiten Zeitraum eine Fraktion B, die Siedepunkte zwischen 100 und 140°C (994 g) aufweist, folgender Zusammensetzung:

Komponente	%
Wasser	6,0
Ethanol	3,2
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,0
2-Methyl-Propanol	10,1
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	55,3
2-Methyl-Butanol	21,0
Verunreinigungen	1,9

[0063] 200 g Zuckersirup aus unbehandelter Weizenkleie mit 50 g Wasser, 34,5 g D-Xylose, 20 g L-Arabinose, 71 g D-Glucose und 2 g D-Galactose und D-Mannose werden tropfenweise innerhalb einer Stunde und 30 Minuten in 470 g der Fraktion B, die 3 g Schwefelsäure enthält, bei einer Temperatur in der Größenordnung von 100 bis 105°C gegeben. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Nach der Zugabe des Zuckersirups wird der Druck des Reaktionsmilieus schrittweise auf zwischen 300 und 900 mb bei gleicher Temperatur abgesenkt, um Spuren von Wasser zu eliminieren. Das saure Milieu wird anschließend durch eine wässrige 30,5%-ige Sodalösung bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (202 g) wird in 90 g entionisiertem Wasser gelöst. Die erhaltenen Alkylglycoside werden in Gegenwart von 8 g 50% Wasserstoffperoxid bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 8

Synthese eines Zusatzes aus D-Xylose und Fuselölen

[0064] 150 g D-Xylose werden in 740 g Fuselöl der folgenden Zusammensetzung gegeben.

Komponente	%
Wasser	10,0
Ethanol	6,0
2-Propanol	0,2
1-Propanol	2,1
2-Methyl-Propanol	9,3
1-Butanol	0,3
3-Methyl-Butanol	45,0
2-Methyl-Butanol	20,3
Verunreinigungen	6,8

und enthalten 7,5 g Schwefelsäure. Das Reaktionsmilieu wird unter reduziertem Druck während 1 Stunde bei 110°C gehalten. Das Wasser wird durch azeotrope Destillation im Laufe der Reaktion eliminiert. Das saure Milieu wird anschließend durch eine wässrige 30,5%-ige Sodalösung bis zu einem pH-Wert von 7 bis 8 neutralisiert. Die überschüssigen Fuselalkohole werden bei reduziertem Druck bei 80°C abgedampft. Der Rest (200 g) wird in 100 g osmotisiertem Wasser aufgelöst. Die erhaltenen Alkylxyloside werden in Gegenwart von 10 g 50% Wasserstoffperoxid bei neutralem pH entfärbt.

Beispiel 9

Solubilisierungszusatz

[0065] 50 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 1 werden unter Rühren mit 25 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 2 und 25 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 3 gemischt, um einen neuen Solubilisierungszusatz zu erhalten.

Beispiel 10

Solubilisierungszusatz

[0066] 85 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 1 werden unter Rühren mit 15 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 3 gemischt, um einen neuen Solubilisierungszusatz zu erhalten.

Beispiel 11

Solubilisierungszusatz

[0067] 31 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 1 werden unter Rühren mit 69 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 3 gemischt, um einen neuen Solubilisierungszusatz zu erhalten.

Beispiel 12

Solubilisierende Zusammensetzung

[0068] 30 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 10 werden unter Rühren mit 70 g Alkylpolyglycosiden, wie den im Beispiel 9 des Patents EP 0699472 gemischt, um eine solubilisierende Zusammensetzung zu erhalten.

Beispiel 13

Solubilisierende Zusammensetzung

[0069] 30 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 11 werden unter Rühren mit 70 g Alkylpolyglycosiden wie den im Beispiel 9 des Patents EP 0699472 gemischt, um eine solubilisierende Zusammensetzung zu erhalten.

Beispiel 14

Solubilisierende Zusammensetzung

[0070] 40 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 5 werden unter Rühren mit 60 g Alkylpolyglycosiden wie den im Beispiel 6 des Patents EP 0699472 gemischt, um eine solubilisierende Zusammensetzung zu erhalten.

Beispiel 15

Solubilisierende Zusammensetzung

[0071] 25 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 6 werden unter Rühren mit 75 g Alkylpolyglycosiden wie den im Beispiel 9 des Patents EP 0699472 gemischt, um eine solubilisierende Zusammensetzung zu erhalten.

Beispiel 16

Solubilisierende Zusammensetzung

[0072] 30 g Solubilisierungszusatz des Beispiels 1 werden unter Rühren mit 60 g Alkylpolyglycosiden wie den im Beispiel 9 des Patents EP 0699472 gemischt, um eine solubilisierende Zusammensetzung zu erhalten.

Beispiel 17

Solubilisierung eines synthetischen Zitronenduftstoffs

[0073] 100 µl des wasserunlöslichen synthetischen Zitronenduftstoffs 19-11454 von Huber the Nose werden in Suspension in 5 ml entionisiertem Wasser, das die solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 12 enthält, gebracht 8,4 g der solubilisierenden Zusammensetzung des Beispiels 12 erlauben die Solubilisierung von 1 g Duftstoff. Man erhält dann nach einer Minute Rühren eine gänzlich klare Lösung.

Beispiel 18

Solubilisierung eines synthetischen Meeresduftstoffs

[0074] 100 µl des synthetischen wasserunlöslichen Meeresduftstoffs 813417 werden in Suspension in 5 ml entionisiertem Wasser, das die solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 12 enthält, gegeben. 7,4 g der solubilisierenden Zusammensetzung des Beispiels 12 erlauben die Solubilisierung von 1 g Duftstoff. Man erhält dann nach einer Minute Rühren eine gänzlich klare Lösung.

Beispiel 19

Solubilisierung von Rapsmethylester

[0075] 100 µl wasserunlöslicher Rapsmethylester (TOTAL RADIA 7961) werden in Suspension in 5 ml entionisiertem Wasser, das die solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 13 enthält, gegeben. 5,4 g der solubilisierenden Zusammensetzung des Beispiels 13 erlauben die Solubilisierung von 1 g Rapsmethylester. Man erhält dann nach einer Minute Rühren eine gänzlich klare Lösung.

Beispiel 20

Solubilisierung von 1-Decanol

[0076] 100 µl wasserunlösliches Decanol werden in Suspension in 5 ml osmonisiertes Wasser, das die solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 13 enthält, gebracht. 6,5 g der solubilisierenden Zusammensetzung des Beispiels 13 erlauben die Solubilisierung von 1 g Decanol. Man erhält dann nach einer Minute Rühren eine gänzlich klare Lösung.

Beispiel 21

Solubilisierung von Isopropylmyristat

[0077] 100 µl wasserunlösliches Isopropylmyristat werden in Suspension in 5 ml osmotisiertem Wasser, das die solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 12 enthält, gebracht. 10 g der solubilisierenden Zusammensetzung des Beispiels 12 erlauben die Solubilisierung von 1 g Isopropylmyristat. Man erhält dann nach einer Minute Rühren eine gänzlich klare Lösung.

Beispiel 22

Solubilisierung von etherischem Rosmarinöl

[0078] 100 µl ätherisches wasserunlösliche Rosmarinöl werden in Suspension in 5 ml osmotisiertem Wasser, das die solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 12 enthält, gebracht. 5,9 g der solubilisierenden Zusammensetzung des Beispiels 12 erlauben die Solubilisierung 1 g ätherischen Rosmarinöls. Man erhält dann nach einer Minute Schütteln eine gänzlich klare Lösung.

Beispiel 23

Klare Zusammensetzung

[0079] Eine klare Zusammensetzung wird realisiert durch Mischen von:

- 7,1 g solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 12
- 3 g Ethanol
- 0,3 Zitronenduftstoff 19-11454 von Huber the Nose
- 0,4 g Konservierungsmittel (Phenonip®)
- osmotisiertem Wasser qsp 100 g

Beispiel 24

Klare detergierende Zusammensetzung

[0080] Eine klare Zusammensetzung wird realisiert durch Mischen von:

- 8,6 g solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 15
- 4 g Ethanol
- 0,5 g etherisches Kiefernöl 34230 (OSF)
- 0,4 g Konservierungsmittel (Phenonip®)
- osmotisiertes Wasser qsp 100 g

[0081] Diese Zusammensetzung weist exzellente, vielseitig anwendbare detergierende Eigenschaften auf, besonders für die Reinigung glatter Oberflächen.

Beispiel 25

Klare detergierende Zusammensetzung

[0082] Eine klare Zusammensetzung wird realisiert durch Mischen von:

- 8,1 g solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 15
- 0,3 g Natriumdodecylsulfat
- 3 g Ethanol
- 0,5 g etherisches Kiefernöl 34230 (OSF)
- 0,4 g Konservierungsmittel (Phenonip®)
- osmonisiertes Wasser qsp 100 g

[0083] Diese Zusammensetzung weist exzellente, vielseitig anwendbare detergierende Eigenschaften auf, besonders für die Reinigung von glatten Oberflächen.

Beispiel 26

Klare detergierende Zusammensetzung

[0084] Eine klare Zusammensetzung wird realisiert durch Mischen von:

- 8,6 g solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 15
- 3 g Ethanol
- 0,5 g etherisches Zitronenöl 9286 (OSF)
- 0,4 g Konservierungsmittel (Phenonip®)
- osmotisiertes Wasser qsp 100 g

[0085] Diese Zusammensetzung weist exzellente, vielseitig anwendbare detergierende Eigenschaften auf, besonders für die Reinigung von glatten Oberflächen.

Beispiel 27

Klare detergierende Zusammensetzung

[0086] Eine klare Zusammensetzung wird realisiert durch Mischen von:

- 8,1 g solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 15
- 0,3 g Natriumdodecylsulfat
- 3 g Ethanol
- 0,5 g ätherisches Zitronenöl 9286 (OSF)
- 0,4 g Konservierungsmittel (Phenonip®)
- osmotisiertes Wasser qsp 100 g

[0087] Diese Zusammensetzung weist exzellente, vielseitig anwendbare detergierende Eigenschaften auf, besonders für die Reinigung von glatten Oberflächen.

Klare detergierende Zusammensetzung

[0088] Eine klare Zusammensetzung wird realisiert durch Mischen von:

- 8,1 g solubilisierende Zusammensetzung des Beispiels 15
- 0,3 g Ethanol
- 0,5 g ätherisches Zitronenöl 9286 (OSF)
- 0,4 g Konservierungsmittel (Phenonip®)
- osmotisiertes Wasser qsp 100 g

[0089] Diese Zusammensetzung weist exzellente, vielseitig anwendbare detergierende Eigenschaften auf, besonders für die Reinigung von glatten Oberflächen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Solubilisierungszusatzes, **dadurch gekennzeichnet**, dass es aufweist: Fuselöle mit einem oder mehreren reduzierenden Zuckern in Gegenwart eines sauren Katalysators, bei einer Temperatur zwischen 50 und 130°C zu kontaktieren, das Wasser des Reaktionsmilieus bis zum Erhalt einer Alkylglycosidlösung zu entfernen und aus dieser Lösung die Glycoside abzutrennen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es aufweist: vor Kontaktierung mit einem oder mehreren reduzierenden Zuckern die schweren Fraktionen der Fuselöle mit Siedepunkten über 140°C zu eliminieren.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1–2, dadurch gekennzeichnet, dass es aufweist: vor Kontaktierung mit einem oder mehreren reduzierenden Zuckern die schweren Fraktionen der Fuselöle mit Siedepunkten über 140°C durch Destillation zu entfernen.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1–3, dadurch gekennzeichnet, dass es aufweist: vor Kontaktierung mit einem oder mehreren reduzierenden Zuckern die leichten Fraktionen der Fuselöle mit Siedepunkten unter 100°C zu entfernen.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1–4, dadurch gekennzeichnet, dass es aufweist: vor Kontaktierung mit einem oder mehreren reduzierenden Zuckern die leichten Fraktionen der Fuselöle mit Siedepunkten unter 100°C durch Destillation zu entfernen.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1–5, dadurch gekennzeichnet, dass es aufweist: als reduzierende Zucker Pentosen ausgewählt aus L-Arabinose oder D-Xylose, zu verwenden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1–5, dadurch gekennzeichnet, dass aufweist: als reduzierende Zucker Glucose zu verwenden.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1–5, dadurch gekennzeichnet, dass es aufweist: als reduzierende Zucker Mischungen von Zuckern zu verwenden, die in Gew.-% aufweisen: 25%–98% Pentosen, bevorzugt 60–100% und besonders bevorzugt 90–100% ausgewählt aus L-Arabinose oder D-Xylose und 2%–75%, bevorzugt 0–40% und besonders bevorzugt 0–10% Hexosen ausgewählt aus D-Glucose, D-Galactose und D-Mannose.

9. Zusatz, dadurch gekennzeichnet, dass es mit Ausnahme von Verunreinigungen in Gew.-% aufweist:

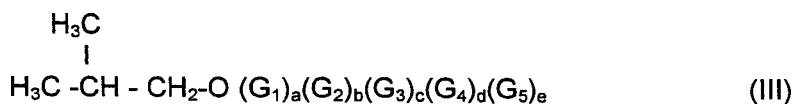


0%–20% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (I)

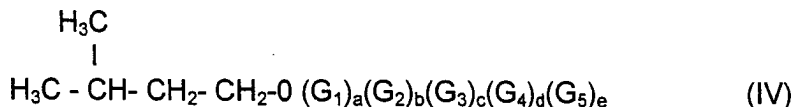
0%–5% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (II)



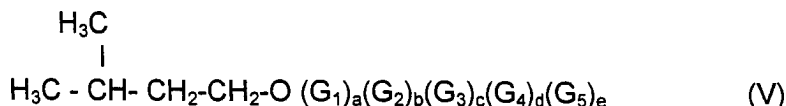
– 0%–15% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (III):



– 20%–80% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (IV)



10%–40% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (V)



worin $(\text{G}_1 \text{ G}_2 \text{ G}_3 \text{ G}_4 \text{ G}_5)$ unabhängig voneinander Reste von -osen, ausgewählt bevorzugt aus Hexosen und Pentosen, letzere bevorzugt ausgewählt aus Arabinose und Xylose, wobei a, b, c, d und e gleich 0 oder 1 sind, wobei die Summe von a, b, c, d und e mindestens gleich ist und die Gesamtheit der Zusammensetzungen I, II, III, IV et V, abgesehen von zufälligen Verunreinigungen, Alkylglycosiden, die nicht die Zusammensetzungen I, II, III, IV et V sind, 100% repräsentieren.

10. Zusatz nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass er mindestens in Gewichtsprozentsätzen:

- 0%–20% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (III),
- 45%–80% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (IV),
- 10%–40% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (V).

11. Zusatz nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass er mindestens in Gew.-% aufweist:

- 60%–75% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (IV),
- 25%–40% einer Mischung von Polyglycosiden der Formel (V).

12. Zusatz nach einem der Ansprüche 9–11, dadurch gekennzeichnet, dass er abgeleitet ist von Pentosen, ausgewählt aus L-Arabinose oder D-Xylose.

13. Zusatz nach einem der Ansprüche 9–11, dadurch gekennzeichnet, dass er abgeleitet ist aus D-Glucose.

14. Zusatz nach einem der Ansprüche 9–11, dadurch gekennzeichnet, dass er aus Mischungen von Zuckern, die aufweisen:

25 Gew.-%–98 Gew.-% Pentosen, wovon bevorzugt 60–100% und besonders bevorzugt 90–100% ausgewählt aus L-Arabinose oder D-Xylose und 2%–75%, sind; und bevorzugt 0–40% und besonders bevorzugt 0–10 Gew.-% Hexosen, ausgewählt aus D-Glucose, D-Galactose und D-Mannose, abgeleitet ist.

15. Zusammensetzung dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens – in Gew.-%:

- 10%–60% eines Zusatzes nach einem der Ansprüche 9–14
- 40%–90% nicht ionischen, anionischen, amphoteren, kationischen Tensiden oder ihren Mischungen, aufweist.

16. Zusammensetzung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass in Gew.-% aufweist:

- 10%–60% eines Zusatzes nach einem der Ansprüche 9–14
- 40%–90% nicht ionische Tenside.

17. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 15–16, dadurch gekennzeichnet, dass sie in Gew.-% aufweist:

- 10%–60% eines Zusatzes nach einem der Ansprüche 9–14
- 40%–90% Alkylpolyglycoside mit 8–22 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette.

18. Zusammensetzung, dadurch gekennzeichnet, dass sie in Gew.-% aufweist:

- 0,5–5% eines Zusatzes nach einem der Ansprüche 9–14,
- 2–7% Alkylpolyglycoside mit 8–14 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette,

- 1–10% gerad- oder verzweigtkettig Alkanole mit 2–5 Kohlenstoffatomen oder ihre Mischungen,
- 0,1–3% lipophiler Solubilisierungsagentien.

19. Zusammensetzung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass sie in Gew.-% aufweist:
0,5–5% eines Zusatzes nach einem der Ansprüche 7–9

1–10% Alkylpolyglycoside mit 8–14 Kohlenstoffatome in der Alkylkette,

– 1–10% gerad- oder verzweigtkettige Alkanole mit 2–5 Kohlenstoffatome oder ihre Mischungen, 0,1–2% etherisches Öl,

0–0,5% Konservierungsmittel.

20. Zusammensetzung nach Anspruch 19 dadurch gekennzeichnet, dass das etherische Öl ausgewählt ist aus Ölen aus Kiefer, Zitrone, Orange, Mandarine, Pampelmuse, Lavendel, Minze, Thymian, Rosmarin, Eucalyptus.

21. Verwendung des Zusatzes nach den Ansprüchen 9–14 in der Kosmetik, Hautpflege, Pharmazie, Pflanzenschutzmitteln.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen