

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 1 177 274 B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des  
Hinweises auf die Patenterteilung:  
**08.06.2005 Patentblatt 2005/23**

(21) Anmeldenummer: **00929458.8**

(22) Anmeldetag: **28.04.2000**

(51) Int Cl.7: **C11D 11/00**, B01F 17/00

(86) Internationale Anmeldenummer:  
**PCT/EP2000/003853**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:  
**WO 2000/068355 (16.11.2000 Gazette 2000/46)**

(54) **VERFAHREN ZUR KALTEN HERSTELLUNG VON PERLGLÄNZENDEN  
TENSIDZUBEREITUNGEN**

COLD PRODUCTION METHOD FOR PEARLY LUSTRE SURFACTANT PREPARATIONS

PROCEDE DE FABRICATION A FROID DE PREPARATIONS TENSIO-ACTIVES D'UN LUSTRE  
NACRE

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**DE ES FR GB IT**

(30) Priorität: **07.05.1999 DE 19921187**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**06.02.2002 Patentblatt 2002/06**

(73) Patentinhaber: **Cognis Deutschland GmbH & Co.  
KG  
40589 Düsseldorf (DE)**

(72) Erfinder:

- **NIEENDICK, Claus  
D-47807 Krefeld (DE)**
- **SCHMID, Karl, Heinz  
D-40822 Mettmann (DE)**
- **EGGERS, Anke  
D-40215 Düsseldorf (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:

**EP-A- 0 684 302 WO-A-92/13512**  
**WO-A-97/47719 DE-A- 3 617 306**

**EP 1 177 274 B1**

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).

**Beschreibung****Gebiet der Erfindung**

- 5 **[0001]** Die Erfindung befindet sich auf dem Gebiet der perlgänzenden Zubereitungen, speziell der Kosmetik und betrifft ein Verfahren zur Herstellung dieser Mittel auf kaltem Wege.

**Stand der Technik**

- 10 **[0002]** Der weich schimmernde Glanz von Perlen hat auf den Menschen schon seit Jahrtausenden eine besondere Faszination ausgeübt. Es ist daher kein Wunder, daß die Hersteller von kosmetischen Zubereitungen versuchen, ihren Produkten ein attraktives, wertvolles und gehaltvolles Erscheinungsbild zu verleihen. Der erste seit dem Mittelalter in der Kosmetik eingesetzte Perlglanz war eine perlgänzende Paste aus natürlichen Fischschuppen. Zu Anfang dieses Jahrhunderts entdeckte man, daß Wismutoxidchloride ebenfalls in der Lage sind, Perlglanz zu erzeugen. Für die mo-
- 15 derne Kosmetik sind hingegen Perlglanzwachse, insbesondere vom Typ der Glycolmono- und -difettsäureester von Bedeutung, die überwiegend zur Erzeugung von Perlglanz in Haarshampoos und Duschgelen eingesetzt werden. Eine Übersicht zu modernen, perlgänzenden Formulierungen findet sich von A.Ansmann und R.Kawa in **Parf.Kosm. 75, 578 (1994)**.

- 20 **[0003]** Der Stand der Technik kennt eine Vielzahl von Formulierungen, die oberflächenaktiven Mitteln den gewünschten Perlglanz verleihen. So sind beispielsweise aus den beiden deutschen Patentanmeldungen **DE 3843572 A1** und **DE 4103551 A1** (Henkel) Perlglanzkonzentrate in Form fließfähiger wäßriger Dispersionen bekannt, die 15 bis 40 Gew.-% perlgänzender Komponenten, 5 bis 55 Gew.-% Emulgatoren und 0,1 bis 5 bzw. 15 bis 40 Gew.-% Polyole enthalten. Bei den Perlglanzwachsen handelt es sich um acylierte Polyalkylenglycole, Monoalkanolamide, lineare, gesättigte Fettsäuren oder Ketosulfone. In den beiden Europäischen Patentschriften **EP 0181773 B1** und **EP 0285389**
- 25 **B1** (Procter & Gamble) werden Shampooszusammensetzungen vorgeschlagen, die Tenside, nicht-flüchtige Silicone und Perlglanzwachse enthalten. Gegenstand der Europäischen Patentanmeldung **EP 0205922 A2** (Henkel) sind fließfähige Perlglanzkonzentrate, die 5 bis 15 Gew.-% acylierte Polyglycole, 1 bis 6 Gew.-% Fettsäuremonoethanolamide und 1 bis 5 Gew.-% nichtionische Emulgatoren enthalten. Gemäß der Lehre der Europäischen Patentschrift **EP 0569843 B1** (Hoechst) lassen sich nichtionische, fließfähige Perlglanzdispersionen auch erhalten, indem man Mischungen von 5 bis 30 Gew.-% acylierten Polyglycolen und 0,1 bis 20 Gew.-% ausgewählten nichtionischen Tensiden herstellt. Aus der Europäischen Patentanmeldung **EP 0581193 A2** (Hoechst) sind ferner fließfähige, konservierungsmittelfreie Perlglanzdispersionen bekannt, die acylierte Polyglycolether, Betaine, Aniontenside und Glycerin enthalten. Schließlich wird in der Europäischen Patentanmeldung **EP 0684302 A1** (Th.Goldschmidt) die Verwendung von Polyglycerinestern als Kristallisationshilfsmittel für die Herstellung von Perlglanzkonzentraten vorgeschlagen.

- 30 **[0004]** Handelsübliche Perlglanzwachse weisen Schmelzpunkte oberhalb von 80 °C auf und lassen sich daher nicht kalt in wäßrige Formulierungen einarbeiten. Der Fachmann ist daher gezwungen nach einem Heißverfahren zu arbeiten, d.h. die Wachse aufzuschmelzen und in der Formulierung langsam auskristallisieren zu lassen, wobei die Feinteiligkeit der Kristalle und damit die Brillanz des Perlglanzes eine Funktion der Abkühlgeschwindigkeit ist. Es ist daher sofort klar, daß solche Verfahren zeit- und energieaufwendig sind, so daß der Wunsch nach einer günstigeren Alternative besteht. In der Regel wird der Fachmann daher auf sogenannte Perlglanzkonzentrate ausweichen, bei denen es sich um mehr oder minder konzentrierte tensidische Zubereitungen handelt, die die Perlglanzwachse bereits in feinverteilter, d.h. perlglanzaktiver Form enthalten und durch Emulgatoren stabilisiert sind. Solche Perlglanzkonzentrate lassen sich zwar kalt weiterverarbeiten, doch wird das eigentliche Problem dadurch nicht gelöst, sondern nur auf die Stufe der Hersteller dieser Zwischenprodukte verlagert, da die Konzentrate ihrerseits natürlich wieder nur durch
- 35 ein Heißverfahren zugänglich sind.

- 40 **[0005]** Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung hat daher darin bestanden, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, welches die kalte Einarbeitung von Perlglanzwachsen in tensidische Zubereitungen - seien es Zwischenprodukte, wie z.B. Perlglanzkonzentrate oder Endformulierungen, wie z.B. Shampoos - gestattet. Gleichzeitig sollte durch den Kaltprozeß weder die Brillanz des Perlglanzes noch die Stabilität der Formulierungen negativ beeinflusst werden.

50

**Beschreibung der Erfindung**

- [0006]** Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur kalten Herstellung von perlgänzenden Tensidzubereitungen, bei dem man wäßrige Tensidlösungen vorlegt und bei Temperaturen im Bereich von 10 bis 45, vorzugsweise 15 bis
- 55 25 °C Mischungen aus Perlglanzwachsen und Polyolestern einrührt.

- [0007]** Überraschenderweise wurde gefunden, daß schon der Zusatz geringer Mengen von Polyolestern den Schmelzpunkt von Perlglanzwachsen so weit herabsetzt, daß ihre kalte (10 bis 25 °C) Einarbeitung in tensidische Formulierungen problemlos möglich wird. Unabhängig davon, ob es sich bei den Zubereitungen um Zwischenprodukte

(z.B. Perlglanzkonzentrate) oder Endformulierungen für den Verbraucher (z.B. Shampoos, Geschirrspülmittel) handelt, weisen die Mittel einen brillanten Perlglanz auf, sind lagerstabil und erlauben auch die Einarbeitung schwierig zu formulierender Inhaltsstoffe, wie z.B. Silicon-öle. Die Erfindung schließt die Erkenntnis ein, daß auf diese Weise nicht nur perlglänzende Mittel hergestellt werden können, sondern - in Abhängigkeit des Wachstyps und des Emulgators - auch solche, die über eine intensive Weißtrübung verfügen.

#### Tensidische Zubereitungen

**[0008]** Wie schon erläutert, kann es sich bei den tensidischen Zubereitungen sowohl um Zwischenprodukte, als Perlglanzkonzentrate oder Endformulierungen für den Verbraucher, wie z.B. Haarshampoos oder Geschirrspülmittel handeln. Als Tenside können in den Zubereitungen anionische, nichtionische, kationische und/oder amphotere bzw. amphotere oberflächenaktive Stoffe enthalten sein, deren Anteil an den Mitteln in Abhängigkeit davon, ob es sich um ein Konzentrat oder eine Verdünnung handelt, im Bereich von 1 bis 35, vorzugsweise 5 bis 15 bzw. 15 bis 40, vorzugsweise 25 bis 35 Gew.-% liegen kann.

**[0009]** Typische Beispiele für **anionische Tenside** sind Seifen, Alkylbenzolsulfonate, Alkansulfonate, Olefinsulfonate, Alkylethersulfonate, Glycerinethersulfonate,  $\alpha$ -Methylestersulfonate, Sulfofettsäuren, Alkylsulfate, Fettalkoholethersulfate, Glycerinethersulfate, Fettsäureethersulfate, Hydroxymischethersulfate, Monoglycerid(ether)sulfate, Fettsäureamid(ether)sulfate, Mono- und Dialkylsulfosuccinate, Mono- und Dialkylsulfosuccinamate, Sulfotriglyceride, Amidseifen, Ethercarbonsäuren und deren Salze, Fettsäureisethionate, Fettsäuresarcosinate, Fettsäuretauride, N-Acylaminosäuren, wie beispielsweise Acyllactylate, Acyltartrate, Acylglutamate und Acylaspartate, Alkyloligogluco-sidsulfate, Proteinfettsäurekondensate (insbesondere pflanzliche Produkte auf Weizenbasis) und Alkyl(ether)phosphate. Sofern die anionischen Tenside Polyglycoletherketten enthalten, können diese eine konventionelle, vorzugsweise jedoch eine eingeeengte Homologenverteilung aufweisen.

**[0010]** Typische Beispiele für **nichtionische Tenside** sind Fettalkoholpolyglycolether, Alkylphenolpolyglycolether, Fettsäurepolyglycolester, Fettsäureamidpolyglycolether, Fettaminpolyglycolether, alkoxylierte Triglyceride, Mischether bzw. Mischformale, Hydroxymischether, gegebenenfalls partiell oxidierte Alk(en)yloligoglykoside bzw. Glucuronsäure-derivate, Fettsäure-N-alkylglucamide, Proteinhydrolysate (insbesondere pflanzliche Produkte auf Weizenbasis), Polyolfettsäureester, Zuckerester, Sorbitanester, Polysorbate und Aminoxyde. Sofern die nichtionischen Tenside Polyglycoletherketten enthalten, können diese eine konventionelle, vorzugsweise jedoch eine eingeeengte Homologenverteilung aufweisen.

**[0011]** Typische Beispiele für **kationische Tenside** sind quartäre Ammoniumverbindungen, wie beispielsweise das Dimethyldistearylammoniumchlorid, und Esterquats, insbesondere quaternisierte Fettsäuretrialkanolaminestersalze.

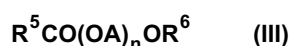
**[0012]** Typische Beispiele für **amphotere bzw. zwitterionische Tenside** sind Alkylbetaine, Alkylamidobetaine, Aminopropionate, Aminoglycinate, Imidazoliumbetaine und Sulfobetaine.

**[0013]** Bei den genannten Tensiden handelt es sich ausschließlich um bekannte Verbindungen. Hinsichtlich Struktur und Herstellung dieser Stoffe sei auf einschlägige Übersichtsarbeiten beispielsweise **J.Falbe (ed.), "Surfactants in Consumer Products", Springer Verlag, Berlin, 1987, S. 54-124** oder **J.Falbe (ed.), "Katalysatoren, Tenside und Mineralöladditive", Thieme Verlag, Stuttgart, 1978, S. 123-217** verwiesen. Die tensidischen Zubereitungen können weitere übliche Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten, wie beispielsweise Ölkörper, Überfettungsmittel, Konsistenzgeber, Verdickungsmittel, Polymere, Siliconverbindungen, Fette, Wachse, Stabilisatoren, biogene Wirkstoffe, Deodorantien, Antitranspirantien, Antischuppenmittel, Filmbildner, Quellmittel, UV-Lichtschutzfaktoren, Antioxidantien, Hydrotrope, Konservierungsmittel, Insektenrepellentien, Selbstbräuner, Solubilisatoren, Parfümöle, Farbstoffe und dergleichen.

#### Perlglanzwachse

**[0014]** Als Perlglanzwachse kommen beispielsweise in Frage: Alkylenglycolester, Fettsäurealkanolamide, Partialglyceride, Ester von mehrwertigen, gegebenenfalls hydroxysubstituierten Carbonsäuren, Fettalkohole, Fettsäuren, Fettketone, Fettaldehyde, Fettether, Fettcarbonate, Ringöffnungsprodukte von Olefinepoxiden sowie deren Mischungen.

**[0015]** Bei den **Alkylenglycolestern**, die die Komponente (a1) bilden, handelt es sich üblicherweise um Mono- und/oder Diester von Alkylenglycolen, die der Formel (III) folgen,

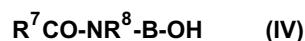


in der  $R^5CO$  für einen linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^6$  für Wasserstoff oder  $R^5CO$  und A für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 5 steht. Typische Beispiele sind Mono- und/oder Diester von Ethylenglycol, Propylenglycol,

Diethylenglycol, Dipropylenglycol, Triethylenglycol oder Tetraethylenglycol mit Fettsäuren mit 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen als da sind: Capronsäure, Caprylsäure, 2-Ethylhexansäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Isotridecansäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Elaeostearinsäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Behensäure und Eruca-

säure sowie deren technische Mischungen. Besonders bevorzugt ist der Einsatz von Ethylenglycolmono- und/oder -distearat.

**[0016] Fettsäurealkanolamide**, die als Perlglanzwachse der Gruppe (a2) in Frage kommen, folgen der Formel (IV),

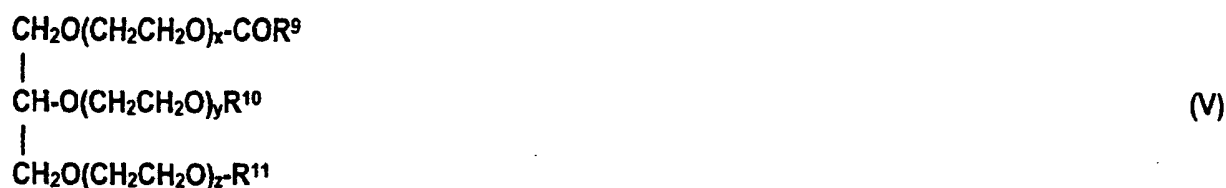


in der  $R^7CO$  für einen linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^8$  für Wasserstoff oder einen gegebenenfalls hydroxysubstituierten Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und B für eine lineare oder verzweigte Alkylengruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen steht. Typische Beispiele sind Kondensationsprodukte von Ethanolamin, Methylethanolamin, Diethanolamin, Propanolamin, Methylpropanolamin und Di-

propanolamin sowie deren Mischungen mit Capronsäure, Caprylsäure, 2-Ethylhexansäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Isotridecansäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Elaeostearinsäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Behensäure und Eruca-

säure sowie deren technische Mischungen. Besonders bevorzugt ist der Einsatz von Stearinsäureethanolamid.

**[0017] Partialglyceride**, die über Perlglanzeigenschaften verfügen und die Komponente (a3) bilden, stellen Mono und/oder Diester des Glycerins mit linearen, gesättigten Fettsäuren, nämlich beispielsweise Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Behensäure sowie deren technische Mischungen dar. Sie folgen der Formel (V),

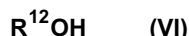


in der  $R^9CO$  für einen linearen, gesättigten Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^{10}$  und  $R^{11}$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $R^9CO$ , x, y und z in Summe für 0 oder für Zahlen von 1 bis 30 und X für ein Alkali- oder Erdalkalimetall mit der Maßgabe steht, daß mindestens einer der beiden Reste  $R^{10}$  und  $R^{11}$  Wasserstoff darstellt. Typische Beispiele sind Laurinsäuremonoglycerid, Laurinsäurediglycerid, Kokosfettsäuremonoglycerid, Kokosfettsäuretriglycerid, Palmitinsäuremonoglycerid, Palmitinsäuretriglycerid, Stearinsäuremonoglycerid, Stearinsäurediglycerid, Talgfettsäuremonoglycerid, Talgfettsäurediglycerid, Behensäuremonoglycerid, Behensäurediglycerid sowie deren technische Gemische, die untergeordnet aus dem Herstellungsprozeß noch geringe Mengen an Triglycerid enthalten können.

**[0018]** Als Perlglanzwachse, die die Komponente (a4) bilden, kommen weiterhin Ester von mehrwertigen, gegebenenfalls polyfunktionellen, vorzugsweise hydroxysubstituierten Carbonsäuren mit Fettalkoholen mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen in Frage. Weiterhin kommen ebenfalls Metallsalze, insbesondere Alkalisalze, von Monoestern der Dicarbonsäuren bzw. von Mono- und/oder Diestern der Tricarbonsäuren in Frage. In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung können als Komponente (a4) ebenfalls Ester von polyfunktionellen Carbonsäuren, vorzugsweise Hydroxycarbonsäuren mit Partialestern von Polyolen sowie die Metallsalze der entsprechenden Halbestere eingesetzt werden. Als Säurekomponente dieser Ester kommen beispielsweise Malonsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Adipinsäure, Sebacinsäure, Azelainsäure, Dodecandisäure, Phthalsäure, Isophthalsäure und insbesondere Bernsteinsäure sowie Äpfelsäure, Citronensäure und insbesondere Weinsäure und deren Mischungen in Betracht. Die Fettalkohole enthalten 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 und insbesondere 16 bis 18 Kohlenstoffatome in der Alkylkette. Typische Beispiele sind Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Elaeostearylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen. Die Ester können als Voll oder Partialester vorliegen, vorzugsweise werden Mono- und vor allem Diester der Carbon- bzw. Hydroxycarbonsäuren eingesetzt. Typische Beispiele sind Bemsteinsäuremono- und -dilauryl-ester, Bemsteinsäuremono- und -dicetearylester, Bemsteinsäuremono- und -distearylester, Weinsäuremono- und -dilaurylester, Weinsäuremono- und dikokosalkylester, Weinsäuremono- und -dicetearyl-ester, Citronensäuremono-, -di- und -trilaurylester, Citronensäuremono-, -di- und -trikokosalkylester sowie

Citronensäuremono-, -di- und -tricitateylester sowie deren Metallsalze, vorzugsweise Alkalisalze.

[0019] Als weitere Gruppe von Perlglanzwachsen (a5) können **Fettalkohole** und/oder **Fettsäuren** eingesetzt werden, die der Formel (VI) folgen,



in der  $R^{12}$  für einen linearen, gegebenenfalls hydroxysubstituierten Alkylrest und/oder Acylrest mit 16 bis 48, vorzugsweise 18 bis 36 Kohlenstoffatomen steht. Typische Beispiele für geeignete Alkohole sind Cetearylalkohol, Hydroxystearylalkohol, Behenylalkohol sowie Oxidationsprodukte langkettiger Paraffine, als Beispiele für Säuren kommen Stearinsäure, Hydroxystearinsäure sowie insbesondere Behensäure in Frage, letztere vorzugsweise in einer Reinheit oberhalb von 90 Gew.-%.

[0020] **Fettketone**, die als Komponente (a6) in Betracht kommen, folgen vorzugsweise der Formel (VII),



in der  $R^{13}$  und  $R^{14}$  unabhängig voneinander für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen stehen, mit der Maßgabe, daß sie in Summe mindestens 24 und vorzugsweise 32 bis 48 Kohlenstoffatome aufweisen. Die Ketone können nach Verfahren des Stands der Technik hergestellt werden, beispielsweise durch Pyrolyse der entsprechenden Fettsäure-Magnesiumsalze. Die Ketone können symmetrisch oder unsymmetrisch aufgebaut sein, vorzugsweise unterscheiden sich die beiden Reste  $R^{13}$  und  $R^{14}$  aber nur um ein Kohlenstoffatom und leiten sich von Fettsäuren mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen ab. Dabei zeichnet sich Stearon durch besonders vorteilhafte Perlglanzeigenschaften aus.

[0021] Als Perlglanzwachse geeignete **Fettaldehyde** (a7) entsprechen vorzugsweise der Formel (VIII),



in der  $R^{15}CO$  für einen linearen oder verzweigten Acylrest mit 24 bis 48, vorzugsweise 28 bis 32 Kohlenstoffatomen steht.

[0022] Als Perlglanzwachse (a8) kommen ferner **Fettether** vorzugsweise der Formel (IX) in Frage,



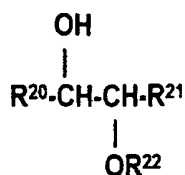
in der  $R^{16}$  und  $R^{17}$  unabhängig voneinander für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen stehen, mit der Maßgabe, daß sie in Summe mindestens 24 und vorzugsweise 32 bis 48 Kohlenstoffatome aufweisen. Fettether der genannten Art werden üblicherweise durch saure Kondensation der entsprechenden Fettalkohole hergestellt. Fettether mit besonders vorteilhaften Perlglanzeigenschaften werden durch Kondensation von Fettalkoholen mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Cetylalkohol, Cetearylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Behenylalkohol und/oder Erucylalkohol erhalten.

[0023] Als Komponente (a9) kommen weiterhin **Fettcarbonate** vorzugsweise der Formel (X) in Betracht,



in der  $R^{18}$  und  $R^{19}$  unabhängig voneinander für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen stehen, mit der Maßgabe, daß sie in Summe mindestens 24 und vorzugsweise 32 bis 48 Kohlenstoffatome aufweisen. Die Stoffe werden erhalten, indem man beispielsweise Dimethyl- oder Diethylcarbonat mit den entsprechenden Fettalkoholen in an sich bekannter Weise umestert. Demzufolge können die Fettcarbonate symmetrisch oder unsymmetrisch aufgebaut sein. Vorzugsweise werden jedoch Carbonate eingesetzt, in denen  $R^{18}$  und  $R^{19}$  gleich sind und für Alkylreste mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen stehen. Besonders bevorzugt sind Umesterungsprodukte von Dimethyl- bzw. Diethylcarbonat mit Cetylalkohol, Cetearylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Behenylalkohol und/oder Erucylalkohol in Form ihrer Mono- und Diester bzw. deren technischen Mischungen.

[0024] Bei den **Epoxidringöffnungsprodukten**, die schließlich die Gruppe (a10) bilden, handelt es sich um bekannte Stoffe, die üblicherweise durch säurekatalysierte Umsetzung von endständigen oder innenständigen Olefinepoxiden mit aliphatischen Alkoholen hergestellt werden. Die Reaktionsprodukte folgen vorzugsweise der Formel (XI),



(XI)

in der  $\text{R}^{20}$  und  $\text{R}^{21}$  für Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen steht, mit der Maßgabe, daß die Summe der Kohlenstoffatome von  $\text{R}^{20}$  und  $\text{R}^{21}$  im Bereich von 10 bis 20 liegt und  $\text{R}^{22}$  für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und/oder den Rest eines Polyols mit 2 bis 15 Kohlenstoffatomen und 2 bis 10 Hydroxylgruppen steht. Typische Beispiele sind Ringöffnungsprodukte von  $\alpha$ -Dodecenepoxid,  $\alpha$ -Hexadecenepoxid,  $\alpha$ -Octadecenepoxid,  $\alpha$ -Eicosenepoxid,  $\alpha$ -Docosenepoxid, i-Dodecenepoxid, i-Hexadecenepoxid, i-Octadecenepoxid, i-Eicosenepoxid und/ oder i-Docosenepoxid mit Laurylalkohol, Kokosfettalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Cetearylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Behenylalkohol und/oder Erucylalkohol. Vorzugsweise werden Ringöffnungsprodukte von Hexa- und/oder Octadecenepoxiden mit Fettalkoholen mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen eingesetzt. Werden anstelle der Fettalkohole Polyole für die Ringöffnung eingesetzt, so handelt es sich beispielsweise um folgende Stoffe: Glycerin; Alkylenglycole, wie beispielsweise Ethylenglycol, Diethylenglycol, Propylenglycol, Butylenglycol, Hexylenglycol sowie Polyethylenglycole mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von 100 bis 1.000 Dalton; technische Oligoglycerinmische mit einem Eigenkondensationsgrad von 1,5 bis 10 wie etwa technische Diglycerinmische mit einem Diglycerin Gehalt von 40 bis 50 Gew.-%; Methylverbindungen, wie insbesondere Trimethylethan, Trimethylpropan, Trimethylbutan, Pentaerythrit und Dipentaerythrit; Niedrigalkylglucoside, insbesondere solche mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen im Alkylrest, wie beispielsweise Methyl- und Butylglucosid; Zuckeralkohole mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Sorbit oder Mannit, Zucker mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Glucose oder Saccharose; Aminozucker, wie beispielsweise Glucamin. Werden im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens Perlglanzkonzentrate hergestellt, so liegt der Anteil der Perlglanzwachse an den Zubereitungen üblicherweise im Bereich von 5 bis 45, vorzugsweise 10 bis 45 und insbesondere 25 bis 35 Gew.-%, handelt es sich um Endformulierungen ist der Perlglanzgehalt natürlich wesentlich geringer und beträgt typischerweise 0,5 bis 3 und vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-%.

#### Polyolester

**[0025]** Polyolester, die im Sinne der Erfindung zur Absenkung des Schmelzpunktes der Perlglanzwachse eingesetzt werden, können ausgewählt sein aus den folgenden Gruppen von Verbindungen:

➤ Partialester von Glycerin und/oder Sorbitan mit ungesättigten, linearen oder gesättigten, verzweigten Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und/oder Hydroxycarbonsäuren mit 3 bis 18 Kohlenstoffatomen sowie deren Addukte mit 1 bis 30 Mol Ethylenoxid;

➤ Partialester von Polyglycerin (durchschnittlicher Eigenkondensationsgrad 2 bis 8), Polyethylenglycol (Molekulargewicht 400 bis 5000), Trimethylpropan, Pentaerythrit, Zuckeralkoholen (z.B. Sorbit), Alkylglucosiden (z.B. Methylglucosid, Butylglucosid, Laurylglucosid) sowie Polyglucosiden (z.B. Cellulose) mit gesättigten und/oder ungesättigten, linearen oder verzweigten Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und/oder Hydroxycarbonsäuren mit 3 bis 18 Kohlenstoffatomen sowie deren Addukte mit 1 bis 30 Mol Ethylenoxid;

➤ Mischester aus Pentaerythrit, Fettsäuren, Citronensäure und Fettalkohol gemäß **DE 1165574 PS** und/oder Mischester von Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, Methylglucose und Polyolen, vorzugsweise Glycerin oder Polyglycerin.

**[0026]** Typische Beispiele für geeignete **Partialglyceride** sind Hydroxystearinsäuremonoglycerid, Hydroxystearinsäurediglycerid, Isostearinsäuremonoglycerid, Isostearinsäurediglycerid, Ölsäuremonoglycerid, Ölsäurediglycerid, Ricinolsäuremonoglycerid, Ricinolsäurediglycerid, Linolsäuremonoglycerid, Linolsäurediglycerid, Linolensäuremonoglycerid, Linolensäurediglycerid, Erucasäuremonoglycerid, Erucasäurediglycerid, Weinsäuremonoglycerid, Weinsäurediglycerid, Citronensäuremonoglycerid, Citronendiglycerid, Äpfelsäuremonoglycerid, Äpfelsäurediglycerid sowie deren technische Gemische, die untergeordnet aus dem Herstellungsprozeß noch geringe Mengen an Triglycerid enthalten können. Ebenfalls geeignet sind Anlagerungsprodukte von 1 bis 30, vorzugsweise 5 bis 10 Mol Ethylenoxid an die genannten Partialglyceride.

**[0027]** Als **Sorbitanester** kommen Sorbitanmonoisostearat, Sorbitansesquiisostearat, Sorbitandiisostearat, Sorbitantriisostearat, Sorbitanmonooleat, Sorbitansesquioleat, Sorbitandioleat, Sorbitantrioleat, Sorbitanmonoerucat, Sor-

bitansesquierucat, Sorbitandierucat, Sorbitantrierucat, Sorbitanmonoricinoleat, Sorbitansesquircinoleat, Sorbitandiricinoleat, Sorbitantriricinoleat, Sorbitanmonohydroxystearat, Sorbitansesquihydroxystearat, Sorbitandihydroxystearat, Sorbitantrihydroxystearat, Sorbitanmonotartrat, Sorbitansesquitartrat, Sorbitanditartrat, Sorbitantritartrat, Sorbitanmonocitrat, Sorbitansesquicitrat, Sorbitandicitrat, Sorbitantricitrat, Sorbitanmonomaleat, Sorbitansesquimaleat, Sorbitandimaleat, Sorbitantrimaleat sowie deren technische Gemische. Ebenfalls geeignet sind Anlagerungsprodukte von 1 bis 30, vorzugsweise 5 bis 10 Mol Ethylenoxid an die genannten Sorbitanester.

**[0028]** Typische Beispiele für geeignete **Polyglycerinester** sind Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate (Dehymuls® PGPH), Polyglycerin-3-Diisostearate (Lameform® TGI), Polyglyceryl-4 Isostearate (Isolan® GI 34), Polyglyceryl-3 Oleate, Diisostearoyl Polyglyceryl-3 Diisostearate (Isolan® PDI), Polyglyceryl-3 Methylglucose Distearate (Tego Care® 450), Polyglyceryl-3 Beeswax (Cera Bellina®), Polyglyceryl-4 Caprate (Polyglycerol Caprate T2010/90), Polyglyceryl-3 Cetyl Ether (Chimexane® NL), Polyglyceryl-3 Distearate (Cremophor® GS 32) und Polyglyceryl Polyricinoleate (Admul® WOL 1403) Polyglyceryl Dimerate Isostearate sowie deren Gemische.

**[0029]** Beispiele für weitere geeignete **Polyolester** sind die gegebenenfalls mit 1 bis 30 Mol Ethylenoxid umgesetzten Mono-, Di- und Triester von Trimethylolpropan oder Pentaerythrit mit Laurinsäure, Kokosfettsäure, Talgfettsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Behensäure und dergleichen.

**[0030]** Werden im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens Perlglanzkonzentrate hergestellt, so liegt der Anteil der Polyolester an den Zubereitungen üblicherweise im Bereich von 0,5 bis 15, vorzugsweise 1 bis 10 und insbesondere 5 bis 8 Gew.-%, handelt es sich um Endformulierungen ist der Polyolestergehalt natürlich wesentlich geringer und beträgt typischerweise 0,1 bis 1 und vorzugsweise etwa 0,5 Gew.-%. Als Regel gilt, daß der Gehalt der Polyolester bezogen auf die Menge an Perlglanzwachs üblicherweise im Bereich von 1 bis 15 und vorzugsweise 5 bis 10 Gew.-% liegt.

### Emulgatoren

**[0031]** Wie schon ausgeführt, können die tensidischen Zubereitungen grundsätzlich alle Typen von Tensiden enthalten; deren Auswahl richtet sich allein nach dem gewünschten Anwendungsprofil für den Endverbrauch. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung handelt es sich bei den tendischen Zubereitungen jedoch um Perlglanzkonzentrate, also Zwischenprodukte. Hier ist die Auswahl der Tensidkomponente kritischer, da das anwendungstechnische Anforderungsprofil primär darin besteht, möglichst hohe Mengen des Perlglanzwachses dauerhaft zu stabilisieren und die Viskosität der Mittel dabei so niedrig zu halten, daß sie noch problemlos gepumpt und dosiert werden können. Für diesen Zweck kommen beispielsweise **nichtionogene Tenside** aus mindestens einer der folgenden Gruppen in Frage:

- Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/ oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen, an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe sowie Alkylamine mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Alkylrest;
- Alkylmono- und -oligoglycoside mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Alkylrest und deren ethoxylierte Analoga;
- Anlagerungsprodukte von 1 bis 15 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl;
- Anlagerungsprodukte von 15 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl;
- Mono-, Di- und Trialkylphosphate sowie Mono-, Di- und/oder Tri-PEG-alkylphosphate und deren Salze;
- Wollwachsalkohole;
- Polysiloxan-Polyalkyl-Polyether-Copolymere bzw. entsprechende Derivate;
- Polyalkylenglycole sowie
- Glycerincarbonat.

**[0032]** Die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und/oder von Propylenoxid an Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylphenole oder an Ricinusöl stellen bekannte, im Handel erhältliche Produkte dar. Es handelt sich dabei um Homologengemische, deren mittlerer Alkoxylierungsgrad dem Verhältnis der Stoffmengen von Ethylenoxid und/ oder Propylenoxid und Substrat, mit denen die Anlagerungsreaktion durchgeführt wird, entspricht. C<sub>12/18</sub>-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Glycerin sind aus **DE 2024051 PS** als Rückfettungsmittel für kosmetische Zubereitungen bekannt. C<sub>8/18</sub>-Alkylmono- und -oligoglycoside, ihre Herstellung und ihre Verwendung sind aus dem Stand der Technik bekannt. Ihre Herstellung erfolgt insbesondere durch Umsetzung von Glucose oder Oligosacchariden mit primären Alkoholen mit 8 bis 18 C-Atomen. Bezüglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein cyclischer Zuckerrest glycosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem Oligomerisationsgrad bis vorzugsweise etwa 8 geeignet sind. Der Oligomerisierungsgrad ist dabei ein statistischer Mittelwert, dem eine für solche technischen Produkte übliche Homologenverteilung zugrunde liegt.

**[0033]** Weiterhin können als Emulgatoren **zwitterionische Tenside** verwendet werden. Als zwitterionische Tenside werden solche oberflächenaktiven Verbindungen bezeichnet, die im Molekül mindestens eine quartäre Ammonium-

gruppe und mindestens eine Carboxylat- und eine Sulfonatgruppe tragen. Besonders geeignete zwitterionische Tenside sind die sogenannten Betaine wie die N-Alkyl-N,N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosalkyldimethylammoniumglycinat, N-Acylaminopropyl-N,N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosacylaminopropyl dimethylammoniumglycinat, und 2-Alkyl-3-carboxylmethyl-3-hydroxyethylimidazoline mit jeweils 8 bis 18 C-Atomen in der Alkyl- oder Acylgruppe sowie das Kokosacylaminoethylhydroxyethylcarboxymethylglycinat. Besonders bevorzugt ist das unter der CTFA-Bezeichnung *Cocamidopropyl Betaine* bekannte Fettsäureamid-Derivat. Ebenfalls geeignete Emulgatoren sind ampholytische Tenside. Unter ampholytischen Tensiden werden solche oberflächenaktiven Verbindungen verstanden, die außer einer C<sub>8/18</sub>-Alkyl- oder -Acylgruppe im Molekül mindestens eine freie Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder -SO<sub>3</sub>H-Gruppe enthalten und zur Ausbildung innerer Salze befähigt sind. Beispiele für geeignete ampholytische Tenside sind N-Alkylglycine, N-Alkylpropionsäuren, N-Alkylaminobuttersäuren, N-Alkyliminodipropionsäuren, N-Hydroxyethyl-N-alkylamidopropylglycine, N-Alkyltaurine, N-Alkylsarcosine, 2-Alkylaminopropionsäuren und Alkylaminoessigsäuren mit jeweils etwa 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe. Besonders bevorzugte ampholytische Tenside sind das N-Kokosalkylaminopropionat, das Kokosacylaminoethylaminopropionat und das C<sub>12/18</sub>-Acylsarcosin.

**[0034]** Schließlich kommen auch Kationtenside als Emulgatoren in Betracht, wobei solche vom Typ der Esterquats, vorzugsweise methylquaternierte Difettsäuretriethanolaminester-Salze, besonders bevorzugt sind.

### Polyole

**[0035]** Werden hochkonzentrierte Perlglanzkonzentrate hergestellt, kann es vorteilhaft sein, zur Erniedrigung der Viskosität Polyole mitzuverwenden. Polyole, die hier in Betracht kommen, besitzen vorzugsweise 2 bis 15 Kohlenstoffatome und mindestens zwei Hydroxylgruppen. Die Polyole können noch weitere funktionelle Gruppen, insbesondere Aminogruppen, enthalten bzw. mit Stickstoff modifiziert sein. Typische Beispiele sind

- Glycerin;
- Alkylenglycole, wie beispielsweise Ethylenglycol, Diethylenglycol, Propylenglycol, Butylenglycol, Hexylenglycol sowie Polyethylenglycole mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von 100 bis 1.000 Dalton;
- technische Oligoglyceringemische mit einem Eigenkondensationsgrad von 1,5 bis 10 wie etwa technische Diglyceringemische mit einem Diglyceringehalt von 40 bis 50 Gew.-%;
- Metholverbindungen, wie insbesondere Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Trimethylolbutan, Pentaerythrit und Dipentaerythrit;
- Niedrigalkylglucoside, insbesondere solche mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen im Alkylrest, wie beispielsweise Methyl- und Butylglucosid;
- Zuckeralkohole mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Sorbit oder Mannit,
- Zucker mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Glucose oder Saccharose;
- Aminozucker, wie beispielsweise Glucamin;
- Dialkoholamine, wie Diethanolamin oder 2-Amino-1,3-propandiol.

**[0036]** Die Einsatzmenge der Polyole liegt - bezogen auf die tensidischen Zubereitungen - typischerweise im Bereich von 0,1 bis 15 und vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%. Werden höhere Polyolmengen, vorzugsweise Glycerin oder Ethylenglycol eingesetzt, werden die Konzentrate gleichzeitig gegen mikrobiellen Befall stabilisiert.

### Herstellverfahren

**[0037]** Üblicherweise erfolgt die Herstellung der tensidischen Zubereitungen, indem man eine wässrige Tensid- bzw. Emulgatorlösung, gegebenenfalls zusammen mit weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen bei 10 bis 25 °C vorlegt, und die Mischung aus Perlglanzwachs und Polyolester bei dieser Temperatur einträgt, homogenisiert und auskristallisieren lässt. Ferner ist es möglich, eine konzentrierte wässrige (Anion)-Tensidpaste vorzulegen, die Mischung aus Perlglanzwachs und Polyolester in der Kälte einzurühren und die Mischung anschließend mit weiterem Wasser auf die gewünschte Konzentration zu verdünnen oder das Vermischen in Gegenwart polymerer hydrophiler Verdickungsmittel, wie etwa Hydroxypropylcellulosen, Xanthan Gum oder Polymeren vom Carbomer-Typ durchzuführen. Schließlich kann die Mischung aus Perlglanzwachs und Polyolester auch schon in einer Teilmenge der wässrigen Tensidlösung gelöst bzw. dispergiert sein und so mit der Hauptmenge der Zubereitung vermischt werden.

### **Beispiele**

**[0038]** Der schmelzpunktsemiedrigende Effekt durch den Zusatz von Polyolestern zu handelsüblichen Perlglanzwachsen wird in Tabelle 1 dargestellt. Verglichen wurden die reinen Wachse und Mischungen aus 90 Gew.-%



## EP 1 177 274 B1

Wachs und 10 Gew.-% Polyolester. Anschließend wurden Shampoos folgender Zusammensetzung hergestellt: 12 g Kokosfettalkohol+2EO-sulfat-Natriumsalz, 1,5 g Dimethylpolysiloxan, 3 g Kokosalkylglucosid und 1,5 g eines Esterquats (Wasser ad 100 Gew.-%). Die Zubereitungen wurden (a) auf 90 °C erwärmt und mit jeweils 1 g der Perlglanzwachsse V1 bis V4 versetzt und innerhalb von 1 h auf Umgebungstemperatur abgekühlt bzw. (b) bei 20 °C mit 1 g der Mischungen 1 bis 4 versetzt. enthielten. Die Feinteiligkeit der Perlglanzkristalle in den Haarshampoos wurde unter dem Mikroskop visuell auf einer Skala von 1 = sehr feine Kristalle bis 5 = grobe Kristalle beurteilt. Die Beurteilung des Perlglanzes erfolgte ebenfalls auf einer Skala von 1 = brillant bis 5 = stumpf. Die Ergebnisse sind ebenfalls in Tabelle 1 enthalten.

Tabelle 1

<b>Schmelzpunktserniedrigung von Perlglanzwachsen und Performance in Shampoos (Mengenangaben als Gew.-%)</b>								
<b>Zusammensetzung / Performance</b>	<b>V1</b>	<b>V2</b>	<b>V3</b>	<b>V4</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>
Ethylenglycol Distearate	100	-	-	-	90	-	-	-
Glyceryl Stearate	-	100	-	-	-	90		
Distearyl Ether	-	-	100	-	-	-	90	
Distearyl Malate	-	-	-	100	-	-	-	90
Sorbitan Oleate	-	-	-	-	10	-	-	-
PEG-3 Trimethylolpropan Distearate	-	-	-	-	-	10	-	-
Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate	-	-	-	-	-	-	10	-
Polyglycerin-3-Diisostearate	-	-	-	-	-	-	-	10
<b>Schmelzpunkt [°C]</b>	60	58	60	60	45	45	44	44
<b>Perlglanz in der Formulierung</b>								
- Brillanz	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
- Feinteiligkeit	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

### Patentansprüche

- Verfahren zur kalten Herstellung von perlglänzenden Tensidzubereitungen, bei dem man wäßrige Tensidlösungen vorlegt und bei Temperaturen im Bereich von 10 bis 45 °C Mischungen aus Perlglanzwachsen und Polyolestern einrührt.
- Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** man Zwischenprodukte oder Endformulierungen für den Verbraucher herstellt.
- Verfahren nach den Ansprüchen 1 und/oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** man Lösungen von anionischen, nichtionischen, kationischen, amphoteren und/oder zwitterionischen Tensiden einsetzt.
- Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Tenside - bezogen auf die Zubereitungen - in Mengen von 1 bis 25 Gew.-% (Endformulierung) bzw. 15 bis 40 Gew.-% (Konzentrat) einsetzt.
- Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** man Perlglanzwachsse einsetzt, die ausgewählt sind aus der Gruppe, die gebildet wird von Alkylenglycolestem, Fettsäurealkanolamiden, Partialglyceriden, Estern von mehrwertigen, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Carbonsäuren, Fettalkoholen, Fettsäuren, Fettketonen, Fettaldehyden, Fettethern, Fettcarbonaten, Ringöffnungsprodukten von Olefinepoxiden sowie deren Mischungen.
- Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Perlglanzwachsse - bezogen auf die tensidischen Zubereitungen - in Mengen von 0,5 bis 3 Gew.-% (Endformulierung) bzw. 5 bis 45 Gew.-% (Konzentrat) einsetzt.

7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** man Polyolester einsetzt, die ausgewählt sind aus der Gruppe, die gebildet wird von Partialestem von Glycerin und/oder Sorbitan mit gesättigten und/oder ungesättigten, linearen oder verzweigten Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und/oder Hydroxycarbonsäuren mit 3 bis 18 Kohlenstoffatomen sowie deren Addukte mit 1 bis 30 Mol Ethylenoxid; Partialestem von Polyglycerin, Polyethylenglycol, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Alkylglucosiden sowie Polyglucosiden mit gesättigten und/oder ungesättigten, linearen oder verzweigten Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und/oder Hydroxycarbonsäuren mit 3 bis 18 Kohlenstoffatomen sowie deren Addukte mit 1 bis 30 Mol Ethylenoxid; Mischestem aus Pentaerythrit, Fettsäuren, Citronensäure und Fettalkohol und/oder Mischester von Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, Methylglucose und Polyole sowie deren Gemischen.
8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Polyolester - bezogen auf die tensidischen Zubereitungen - in Mengen von 0,1 bis 1 Gew.-% (Endformulierung) bzw. 0,5 bis 15 Gew.-% (Konzentrat) einsetzt.
9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** man zur Herstellung von konzentrierten tensidischen Zubereitungen Emulgatoren mitverwendet, die ausgewählt sind aus der Gruppe, die gebildet wird von Anlagerungsprodukten von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen, an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe sowie Alkylamine mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Alkylrest; Alkylmono- und -oligoglycosiden mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Alkylrest und deren ethoxylierte Analoga; Anlagerungsprodukte von 1 bis 15 bzw. 15 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl; Mono-, Di- und Trialkylphosphaten sowie Mono-, Di- und/oder Tri-PEG-alkylphosphaten und deren Salze; Wollwachsalkoholen; Polysiloxan-Polyalkyl-Polyether-Copolymeren bzw. entsprechenden Derivaten; Polyalkylenglycolen, Glycerincarbonat, Cocamidopropylbetainen und/oder Esterquats.
10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** man zur Herstellung von konzentrierten tensidischen Zubereitungen Polyole mitverwendet werden.

## Claims

1. A process for the cold production of pearlizing surfactant preparations in which aqueous surfactant solutions are initially introduced and mixtures of pearlizing waxes and polyol esters are stirred in at temperatures of 10 to 45°C.
2. A process as claimed in claim 1, **characterized in that** intermediate products or end formulations for the consumer are produced.
3. A process as claimed in claims 1 and/or 2, **characterized in that** solutions of anionic, nonionic, cationic, amphoteric and/or zwitterionic surfactants are used.
4. A process as claimed in at least one of claims 1 to 3, **characterized in that** the surfactants are used in quantities - based on the preparations-of 1 to 25% by weight (end formulation) or 15 to 40% by weight (concentrate).
5. A process as claimed in at least one of claims 1 to 4, **characterized in that** pearlizing waxes selected from the group consisting of alkylene glycol esters, fatty acid alkanolamides, partial glycerides, esters of polybasic, optionally hydroxysubstituted carboxylic acids, fatty alcohols, fatty acids, fatty ketones, fatty aldehydes, fatty ethers, fatty carbonates, ring opening products of olefin epoxides and mixtures thereof are used.
6. A process as claimed in at least one of claims 1 to 5, **characterized in that** the pearlizing waxes are used in quantities - based on the surfactant-containing preparations - of 0.5 to 3% by weight (end formulation) or 5 to 45% by weight (concentrate).
7. A process as claimed in at least one of claims 1 to 5, **characterized in that** polyolesters selected from the group consisting of partial esters of glycerol and/or sorbitan with saturated and/or unsaturated, linear or branched fatty acids containing 12 to 22 carbon atoms and/or hydroxycarboxylic acids containing 3 to 18 carbon atoms and adducts thereof with 1 to 30 mol ethylene oxide; partial esters of polyglycerol, polyethylene glycol, trimethylolpropane, pentaerythritol, alkyl glucosides and polyglucosides with saturated and/or unsaturated, linear or branched fatty acids containing 12 to 22 carbon atoms and/or hydroxycarboxylic acids containing 3 to 18 carbon atoms and

adducts thereof with 1 to 30 mol ethylene oxide; mixed esters of pentaerythritol, fatty acids, citric acid and fatty alcohol and/or mixed esters of fatty acids containing 6 to 22 carbon atoms, methyl glucose and polyols and mixtures thereof are used.

- 5 8. A process as claimed in at least one of claims 1 to 7, **characterized in that** the polyol esters are used in quantities - based on the surfactant-containing preparations - of 0.1 to 1% by weight (end formulation) or 0.5 to 15% by weight (concentrate).
- 10 9. A process as claimed in at least one of claims 1 to 8, **characterized in that** emulsifiers selected from the group consisting of products of the addition of 2 to 30 mol ethylene oxide and/or 0 to 5 mol propylene oxide onto linear fatty alcohols containing 8 to 22 carbon atoms, onto fatty acids containing 12 to 22 carbon atoms, onto alkylphenols containing 8 to 15 carbon atoms in the alkyl group and onto alkylamines containing 8 to 22 carbon atoms in the alkyl group; alkyl mono- and oligoglycosides containing 8 to 22 carbon atoms in the alkyl group and ethoxylated analogs thereof; products of the addition of 1 to 15 or 15 to 60 mol ethylene oxide onto castor oil and/or hydrogenated castor oil; mono-, di- and trialkyl phosphates and mono-, di- and/or tri-PEG-alkyl phosphates and salts thereof; wool wax alcohols; polysiloxane/polyalkyl polyether copolymers and corresponding derivatives; poly-alkylene glycols, glycerol carbonate, Cocamidopropylbetaines and/or esterquats are used for the production of concentrated surfactant-containing preparations.
- 20 10. A process as claimed in at least one of claims 1 to 9, **characterized in that** polyols are also used for the production of concentrated surfactant-containing preparations.

## Revendications

- 25 1. Procédé d'obtention à froid de préparations tensioactives à éclat nacré selon lequel on se procure des solutions tensioactives aqueuses et on délaye dans celles-ci des mélanges de cires à éclat nacré et d'esters de polyols à des températures comprises entre 10 et 45 °C.
- 30 2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'** on obtient des produits intermédiaires et des formulations finales destinées au consommateur.
- 35 3. Procédé selon les revendications 1 et/ou 2, **caractérisé en ce qu'** on met en oeuvre des solutions de tensioactifs anioniques, non ioniques, cationiques, amphotères et/ou zwitterioniques.
- 40 4. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce qu'** on met en oeuvre les tensioactifs dans des proportions, rapportées aux préparations, allant de 1 à 25 % en poids (formulations finales) ou de 15 à 40 % en poids (concentré).
- 45 5. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce qu'** on met en oeuvre des cires à éclat nacré choisies dans le groupe constitué des esters d'alkylèneglycol, des alcanolamides d'acides gras, des glycérides partiels, des esters d'acides carboxyliques polyvalents, éventuellement à hydroxy substitués, des alcools gras, des acides gras, des cétones grasses, des aldéhydes gras, des éthers gras, des carbonates gras, des produits d'ouverture de cycle d'époxydes oléfiniques ainsi que leurs mélanges.
- 50 6. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce qu'** on met en oeuvre les cires à éclat nacré dans des proportions, rapportées aux préparations tensioactives, allant de 0,5 à 3 % en poids (formulations finales) ou de 5 à 45 % en poids (concentré).
- 55 7. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce qu'** on met en oeuvre des esters de polyols choisis dans le groupe constitué des esters partiels de glycérol et/ou de

sorbitane et d'acides gras saturés et/ou insaturés, linéaires ou ramifiés comportant de 12 à 22 atomes de carbone et/ou d'acides hydroxycarboxyliques comportant de 3 à 18 atomes de carbone ainsi que leurs produits d'addition avec 1 à 30 moles d'oxyde d'éthylène ; des esters partiels de polyglycérol, du polyéthylèneglycol, du triméthylolpropane, de la pentaérythrite, des alkylglucosides ainsi que des polyglucosides avec des acides gras saturés et/ou insaturés, linéaires ou ramifiés comportant de 12 à 22 atomes de carbone et/ou des acides hydroxycarboxyliques comportant de 3 à 18 atomes de carbone ainsi que leurs produits d'addition avec 1 à 30 moles d'oxyde d'éthylène ; des esters mixtes de pentaérythrite, d'acides gras, d'acide citrique et d'alcool gras et/ou des esters mixtes d'acides gras comportant de 6 à 22 atomes de carbone, de méthylglucose et de polyols ainsi que leurs mélanges.

8. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce qu'**

on met en oeuvre les esters de polyols dans des proportions, rapportées aux préparations tensioactives, allant de 0,1 à 1 % en poids (formulations finales) ou de 0,5 à 15 % en poids (concentré).

9. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce qu'**

pour l'obtention de préparations tensioactives concentrées, on utilise conjointement des agents émulsifiants choisis dans le groupe constitué des produits d'addition de 2 à 30 moles d'oxyde d'éthylène et/ou de 0 à 5 moles d'oxyde de propylène sur des alcools gras linéaires comportant de 8 à 22 atomes de carbone, sur des acides gras comportant de 12 à 22 atomes de carbone, sur des alkylphénols dont le groupe alkyle comporte de 8 à 15 atomes de carbone ainsi que sur des alkylamines dont le radical alkyle comporte de 8 à 22 atomes de carbone ; des alkylmonoglycosides et alkyloligoglycosides dont le radical alkyle comporte de 8 à 22 atomes de carbone et leurs analogues éthoxylés ; des produits d'addition de 1 à 15, ou de 15 à 60 moles d'oxyde d'éthylène sur l'huile de ricin et/ou l'huile de ricin durcie ; des mono-, di-, et trialkylprophates ainsi que des mono-, di- et/ou tri-PEG-alkylphosphates et leurs sels ; des alcools de lanoline, des copolymères polysiloxanepolyalkyl-polyéther ou leurs dérivés correspondants ; des polyalkylèneglycols, du carbonate de glycérol, des cocamidopropylbétaines et/ou des ammonium quaternaires estérifiés.

10. Procédé selon au moins une des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce qu'**

on utilise conjointement des polyols pour l'obtention de préparations tensioactives concentrées.