

Verfahren zur Herstellung alkalifreier salbenartiger Wasser-
in-Öl-Emulsionen

III d

Zur Herstellung beständiger Emulsionen, d.h. zur innigen, meist kolloiddispersen Vermischung einer Flüssigkeit mit flüssigen oder festen Stoffen, die darin praktisch unlöslich sind, ist stets ein Emulgator erforderlich. Die Art des zur Anwendung kommenden Emulgators ist vom Typus der zu gewinnenden Emulsionen abhängig. Für Öl-in-Wasser-Emulsionen, bei denen das Wasser die sogenannte "äußere" Phase darstellt, in der das Öl tropfenförmig suspendiert wird, benutzt man als Emulgator vornehmlich Alkali- oder Amine-salze von Fettsäuren, Türkischrotöl oder Fettalkoholsulfonate. Zur Herstellung von Wasser-in-Öl-Emulsionen, bei denen das Öl die "äußere" Phase bildet, dienen als Emulgatoren hochmolekulare Alkohole wie z.B. Cetylalkohol oder Octadecylalkohol in Verbindung mit Seifen oder Sulfonaten, da die Emulsionskraft der Alkohole allein nicht ausreicht. Neben Alkohol-Seifen- bzw. Alkohol-Sulfonatgemischen sind zur Herstellung von Wasser-in-Öl-Emulsion auch Wollfett, Cholesterin bzw. ähnliche Sterine oder Lyipoide geeignet.

Es wurde gefunden, daß man unter alleiniger Verwendung aliphatischer Alkohole beständige Wasser-in-Öl-Emulsionen von salbenartiger Beschaffenheit erzeugen kann, wenn man die Ölphase unter Zusatz solcher Alkohole emulgiert, die im Molekül mehr als 20 C-Atome enthalten. Derartige Alkohole können aus hochmolekularen Kohlenwasserstoffgemischen durch Behandlung mit nitrosen Gasen in Gegenwart von Nitrosylschwefelsäure bzw. durch Oxydation mit Bichromat-Schwefelsäure gewonnen werden, wenn man die hierbei entstehenden Oxydationsprodukte in an sich bekannter Weise reduziert. Diese Alkohole können frei von nicht umgesetzten Paraffinen sein oder größere Mengen davon enthalten. Erfindungsgemäße Emulsionen haben den Vorteil, daß man sie vollständig Alkali- bzw. Sulfonat-frei herstellen kann. Sie lassen sich mit besonderem Vorteil dort verwenden, wo eine unerwünschte Wirkung des Alkaligehaltes vermieden werden muß, z.B. bei der Herstellung pharmazeutischer oder kosmetischer Präparate.

Als Öl-Phase können Kohlenwasserstoffgemische beliebiger Art, insbesondere die üblichen Mineralöle oder auch andere für Emulsionszwecke geeignete Öle, z.B. fette Öle, benutzt werden. In die erhaltenen Emulsionen kann man außerdem noch natürliche oder künstliche Wachse, Ceresin, Ozokerit, Paraffin, Fette, Medikamente, Duftstoffe oder sonstige Bestandteile einbringen. In allen Fällen erweisen sich erfindungsgemäß gewonnene Emulsionen von hervorragender

Plastizität und Beständigkeit.

Aus den nachfolgenden Ausführungsbeispielen sind weitere Einzelheiten ersichtlich.

Ausführungsbeispiel 1.

in Hartparaffin, das auf dem Wege der katalytischen Kohlenoxydhydrierung gewonnen war und einen Erstarrungspunkt von 90°C aufwies, wurde mit nitrosen Gasen in Gegenwart von Nitrosylschwefelsäure oxydiert. Das Oxydationsprodukt wurde mit Natronlauge verseift und das entstehende Seifengemisch mit einer C₇-Fraktion extrahiert, die ebenfalls auf dem Wege der katalytischen Kohlenoxydhydrierung gewonnen war. Die extrahierte Seifenmasse wurde sodann mit Mineralsäure (Schwefelsäure) behandelt, ausgewaschen und getrocknet. Hierbei ergab sich eine hochmolekulare Wachssäure, die praktisch frei von unverseifbaren Bestandteilen war und eine Neutralisationszahl von 140 bzw. eine Verseifungszahl von 150 besaß. Durch Reduktion dieser Wachssäure stellte man in an sich bekannter Weise den zugehörigen Wachsalkohol her. Er hatte die Neutralisationszahl 5, die Verseifungszahl 8 und die Hydroxylzahl 136.

Von diesem Wachsalkohol wurden 100 g mit 100 g Paraffinöl (DAB 6) zusammengeschmolzen. In die erhaltene Schmelze wurden bei 90 - 100°C annähernd 300 g Wasser eingerührt und gut verteilt. Beim Erkalten entstand eine außerordentlich beständige und völlig alkalfreie, plastische Emulsion vom Wasser-in-Öl-Typus.

Wurden demgegenüber bei 90 - 100°C in eine Schmelze, die aus 100 g Stearinalkohol und 100 g Paraffinöl bestand, 300 g Wasser eingerührt und gut verteilt, so zerfiel die Mischung beim Erkalten in zwei getrennte Phasen, da keine ausreichende Emulsionsbildung eingetreten war. Auch synthetische C₁₈-Alkohole, wie sie beispielsweise aus entsprechenden Olefinen hergestellt werden können, ergaben keine brauchbaren Emulsionen.

Ausführungsbeispiel 2

Von dem im ersten Ausführungsbeispiel verwendeten Wachsalkohol, der im Molekül mehr als 20 Kohlenstoffatome enthielt, wurden 50 g mit 50 g Paraffinöl (DAB 6) und 64 g Vaseline (DAB 6) zusammengeschmolzen. In die auf 90 - 100°C erwärmte Schmelze rührte man 550 g Wasser ein. Nach der Abkühlung ergab sich eine außerordentlich beständige, pastenförmige Emulsion, die auf Grund ihrer Alkalfreiheit in hervorragender Weise für kosmetische Zwecke geeignet war.

Wurden im Gegensatz hierzu in eine Schmelze, die aus 50 g

Cetylalkohol (C₁₆), 50 g Paraffinöl und 64 g Vaseline bestand, bei 90 - 100°C annähernd 550 g Wasser eingerührt, so trat trotz guter Durchmischung beim Erkalten eine Trennung in zwei Phasen ein, so daß derartige Mischungen nicht als Emulsion verwendbar waren.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung alkalifreier, salbenartiger Wasser-in-Öl-Emulsionen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Ölphase unter Zusatz hochmolekularer Alkohole emulgiert, die im Molekül mehr als 20 C-Atome enthalten.

2.) Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendeten Alkohole durch Reduktion aus Fettsäuren gewonnen werden, die sich bei der Behandlung von Paraffinen mit nitrosen Gasen in Gegenwart von Nitrosylschwefelsäure oder durch Oxydation mit Alkalibichromat-Schwefelsäure unter vorheriger Chlorierung und Entchlorung des Kohlenwasserstoffgemisches ergeben.