



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 329 462**

51 Int. Cl.:  
**C07D 209/48** (2006.01)  
**C11D 3/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03740433 .2**  
96 Fecha de presentación : **08.07.2003**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1523474**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.04.2005**

54 Título: **Formas cristalinas de ácidos imidoalcanopercoarboxílicos.**

30 Prioridad: **12.07.2002 IT MI02A1537**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**26.11.2009**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**26.11.2009**

73 Titular/es: **Solvay Solexis S.p.A.**  
**Via Turati, 12**  
**20121 Milano, IT**

72 Inventor/es: **Bianchi, Ugo, Piero y**  
**Garaffa, Roberto**

74 Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 329 462 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

# ES 2 329 462 T3

## DESCRIPCIÓN

Formas cristalinas de ácidos imidoalcanopercarboxílicos.

5 La presente invención se refiere a un ácido imidoalcanopercarboxílico específico que es un ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico que posee una eficacia de blanqueo mejorada y que se puede utilizar también a una temperatura moderada, incluso a una temperatura en el rango de 10°C a 30°C, en aplicaciones industriales y comerciales en el mercado de los detergentes y la desinfección.

10 Más concretamente, la invención se refiere a una nueva forma cristalina del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico, que es estable en estado sólido pero que se transforma espontáneamente en cristales de diversas formas cristalinas cuando se suspende en agua, que es estable en medio acuoso y que tiene un tamaño de partícula medio inferior a 30 micrómetros, preferiblemente inferior a 8 micrómetros y en particular inferior o igual a 2 micrómetros. El ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico obtenido con estos tamaños posee una eficacia de blanqueo superior a la del mismo ácido  
15 pero de tamaños superiores a 30 micrómetros, a igual concentración, y además se puede formular como parte de una dispersión, por ejemplo, acuosa, para usarse en aplicaciones industriales y comerciales, mediante el empleo de cantidades reducidas de agentes aditivos químicos, en particular de agentes de suspensión, en comparación con los ácidos  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoicos empleados en el arte anterior.

20 Se sabe que los ácidos imidoalcanopercarboxílicos se pueden obtener, por ejemplo, en forma de suspensión densa. Se les conoce y se usan como agentes de blanqueo en formulaciones detergentes o como componentes principales en composiciones desinfectantes u oxidantes. Las composiciones que contienen dichos ácidos combinan buenas propiedades de blanqueo con una buena estabilidad durante su almacenamiento.

25 Los procedimientos de preparación de los ácidos imidoalcanopercarboxílicos se conocen ampliamente en la materia e incluyen la oxidación de sus precursores en presencia de una mezcla de peróxido de hidrógeno y un ácido fuerte. Para los ácidos ftalimidoalcanopercarboxílicos, el precursor se obtiene por condensación de anhídrido ftálico o ácido ftálico con aminoácidos o lactamas por reacción, en presencia opcional de agua, a una presión de 1 a 30 bar y a temperaturas que oscilan entre 100°C y 250°C, con tiempos de reacción de 1 a 20 horas. Las patentes europeas  
30 325 289, 325 288, 349 940 muestran ejemplos de esto. La patente europea 490 409 describe un procedimiento para obtener ácidos percarboxílicos con altos rendimientos por reacción en presencia de disolventes orgánicos concretos, por ejemplo,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  y  $\text{CHCl}_3$ , y separando el disolvente orgánico, que contiene el ácido percarboxílico, de la fase acuosa, que contiene ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno, al final de la reacción. El producto útil se recupera posteriormente eliminando el disolvente orgánico. En la patente europea 560 155 se describen varios procedimientos  
35 de tratamiento con agua de la solución orgánica, con los cuales se acaba obteniendo por ejemplo, ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico (PAP) en forma de masa cristalina húmeda, por filtración o centrifugación de suspensiones densas acuosas que contienen disolventes orgánicos, por ejemplo,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  o acetato de etilo, con contenidos del orden del 20% en peso de agua residual y trazas de disolvente residual en el intervalo 50-2500 ppm.

40 En general, se aceptan solo cantidades residuales muy bajas de disolventes clorados en las formulaciones de ácido alcanopercarboxílico. Para reducir la cantidad residual de tal disolvente clorado en la masa obtenida, como se ha indicado, se debe llevar a cabo un tratamiento de purificación posterior con un solvente no clorado, por ejemplo, con acetato de etilo, según se describe en la patente europea 556 769. De todos modos, el ácido alcanopercarboxílico que se obtiene contiene cantidades del disolvente empleado en la purificación final que no se pueden ignorar.

45 Asimismo, para reducir el contenido de disolvente clorado al final de dichos tratamientos empleando los procedimientos de las patentes mencionadas anteriormente, el porcentaje en peso de agua del ácido alcanopercarboxílico es del orden del 20% o superior. Esta cantidad de agua es demasiado alta para preparar formulaciones sólidas del ácido alcanopercarboxílico y se suele reducir por procedimientos de secado, que deben ser lentos para evitar descomposiciones explosivas del perácido. Esta es una fase crítica de los procesos industriales para obtener perácidos, ya que  
50 es peligrosa y de escasa productividad. Además, empleando dichos procedimientos de secado, se debería obtener un contenido constante de agua residual, según lo requerido para llevar a cabo los tratamientos posteriores del perácido en forma sólida.

55 La patente europea 780 374 describe un procedimiento para reducir el contenido de agua de los ácidos imidoalcanopercarboxílicos que de partida sea superior al 12% en peso hasta un valor constante inferior al 10% en peso, comprendiendo dicho procedimiento los pasos de calentamiento de una suspensión de ácido imidoalcanopercarboxílico en agua hasta que el sólido funde completamente, la separación posterior de las fases orgánica y acuosa, y la recuperación de la fase orgánica que contiene el ácido imidoalcanopercarboxílico. El procedimiento de dicha patente  
60 se basa en que los ácidos imidoalcanopercarboxílicos puros, obtenidos por ejemplo por cristalización en soluciones orgánicas, poseen un punto de fusión muy similar a la temperatura de descomposición; mientras que los ácidos imidoalcanopercarboxílicos en presencia de agua funden a una temperatura considerablemente inferior a su punto de fusión debido a la formación de eutécticos. La constancia del contenido de agua del perácido que se obtiene al final, un factor típico en composiciones eutécticas, es sumamente importante para los tratamientos de acabado del producto  
65 posteriores. La forma física de los perácidos que se obtienen a través de dicho procedimiento tiene la ventaja de permitir que se evite la granulación del producto, que se lleva a cabo cuando el perácido está en forma de polvo para facilitar las operaciones de formulación y/o transporte posteriores.

En el arte anterior se sabe que para las lejías se prefiere el empleo de ácidos percarboxílicos en forma cristalina, que se pueden obtener como tales en fase sólida y de título alto, y que pueden usarse incluso sin peróxido de hidrógeno. Entre estos, se prefieren los ácidos percarboxílicos moderadamente solubles en agua, ya que son más adecuados para el desarrollo de composiciones no muy agresivas para el consumidor, pero aun así eficaces como parte de estas composiciones incluso a temperatura ambiente. De entre estos ácidos percarboxílicos cristalinos moderadamente solubles en agua, se conocen en particular los ácidos imidoalcanopercarboxílicos, por ejemplo, el ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihe-

5 xanoico ("PAP"), comercializado por Solvay Solexis (la antigua Ausimont) bajo la marca Eureco<sup>®</sup>. Estos perácidos se conocen con el nombre del solicitante por medio de la patente europea 325 288 y 325 289, como los preferidos para la producción a escala industrial y para las aplicaciones a escala comercial en los campos mencionados. Remítase en particular a la patente europea 852 259, con el nombre del solicitante, que describe composiciones de los citados perácidos empleadas en detergentes. Remítase a las patentes europeas 895 777 y 1 074 607, con el nombre del solicitante, que describen composiciones empleadas en los campos del cuidado corporal, cosmético y farmacéutico.

Se prefiere en particular el ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico ("PAP") en los campos de aplicación mencionados gracias a su excepcional estabilidad en fase sólida cristalina y a la consiguiente seguridad con la que se puede manejar y usar a gran escala. La excepcional estabilidad térmica del PAP en forma cristalina, al igual que en estado sólido de grado técnico, que se obtiene tanto por procesos experimentales de laboratorio como por procesos industriales, se conoce en el arte anterior y lo diferencia de la mayoría de los ácidos percarboxílicos conocidos, por ejemplo, en la patente europea 490 409 con el nombre del solicitante. Esta estabilidad químico-física más alta del PAP es más baja cuando el PAP está presente en forma de soluto en una solución de un disolvente inerte y químicamente compatible, por ejemplo, agua, dentro de los límites de solubilidad establecidos por la temperatura de la solución. Parece ser, por lo tanto, que la naturaleza misma de la forma cristalina del PAP que se conoce en el arte anterior contribuye a la excepcional estabilidad del PAP en estado sólido, ya que se obtiene fácilmente por cristalización del PAP a partir de sus soluciones en disolventes orgánicos, por ejemplo, de la manera que se describe en las patentes europeas mencionadas anteriormente 556 769 y 560 155, o también por solidificación del PAP a partir de una de sus fases fundidas de composición eutéctica, en presencia de agua, remítase a la patente europea 780 374. En todos estos casos los cristales de PAP que se obtienen tienen de media tamaños superiores a 100 micrómetros. Los ácidos imidoalcanopercarboxílicos en la forma cristalina que se conoce no se pueden obtener por cristalización a partir de una solución acuosa debido a su baja solubilidad en agua. Esto implica, de manera útil para los fines prácticos de esta propiedad de los ácidos imidoalcanopercarboxílicos, una estabilidad sustancial de dichos perácidos cuando se encuentran en forma de dispersión cristalina acuosa, en la cual no son objeto de ningún fenómeno de modificación morfológica por recristalización espontánea. De este modo, dichas dispersiones acuosas mantienen sus características químico-físicas incluso durante largos periodos de almacenamiento.

También se sabe que, sobre todo en las aplicaciones a baja temperatura, el comportamiento de las formulaciones basadas en ácidos imidoalcanopercarboxílicos cristalinos moderadamente solubles en agua es más eficaz y adecuado si el perácido en fase cristalina está presente en forma de partículas con un tamaño de media inferior a 100 micrómetros. Si es así, cuando se aplica, la lejía ejerce su efecto sin dar lugar a ningún fenómeno indeseado como la presencia de residuos sólidos en los tejidos tratados o una pérdida local de color o un daño localizado de las fibras menos resistentes. Remítase, por ejemplo, a la solicitud de patente WO 00/27 960. Las susodichas partículas que tienen de media tamaños inferiores a 100 micrómetros se pueden obtener por dos operaciones de molienda secuenciales partiendo de los cristales que se obtienen empleando los procedimientos del arte anterior. En efecto, se sabe que, para conseguir una molienda más eficaz con la que obtener partículas de tamaños de media inferiores a 100 micrómetros, se debe moler posteriormente empleando técnicas que aporten un efecto complementario. Remítase a la solicitud de patente WO 00/27 969. Con estas tecnologías de molienda concretas se pueden obtener formulaciones de ácidos imidoalcanopercarboxílicos en las cuales el peroxiácido está presente de forma estable en forma de partículas con tamaños de media inferiores a 100 micrómetros. Las pruebas llevadas a cabo por el solicitante han demostrado que estos tamaños se pueden reducir a tamaños de 35 micrómetros de media. Remítase a los ejemplos comparativos. El inconveniente de estas tecnologías de molienda es que se requieren molinos para moler, lo que conlleva una inversión de capital importante y costes de funcionamiento, mantenimiento y de control de proceso y calidad. Además, dichas tecnologías implican costes adicionales por el empleo de aditivos químicos concretos que facilitan la molienda y el mantenimiento de los ácidos imidoalcanopercarboxílicos una vez se hayan obtenido en forma de partículas microscópicas de esta manera. En efecto, sin dichos aditivos, las partículas tenderían a agregarse de nuevo. El uso de estos aditivos concretos facilita la molienda dura de dichos perácidos, reduciendo así la tensión mecánica a la que se somete a dichos perácidos cristalinos. En la práctica, estos aditivos permiten que se obtengan partículas de dichos perácidos con tamaños de media inferiores a 100 micrómetros, incluso de hasta 35 micrómetros y en una forma física estable.

Se sabe, además, que la pureza de los ácidos imidoalcanopercarboxílicos en las composiciones debe ser alta y que las impurezas residuales en dichos perácidos deben ser menos del 5% en peso (véase la solicitud de patente WO 00/27 982). Asimismo, no debe haber contaminantes ya que podrían integrarse sin querer en las composiciones durante los procesos de formulación y molienda, y que afectan negativamente a la estabilidad y la seguridad intrínseca de dichas composiciones, sobre todo de aquellas con un alto contenido de ácidos imidoalcanopercarboxílicos. Cuando se usa la molienda, el empleo de un perácido de alta pureza inicial y de técnicas de tratamiento precisas permite obtener partículas de perácido con tamaños de media de una magnitud de 35 micrómetros y químicamente estables en la práctica industrial.

También se sabe que, para las composiciones de ácidos imidoalcanopercarboxílicos dispersadas finamente en fase acuosa, la elección de agentes suspensores efectivos capaces de asegurar la estabilidad químico-física deseada del

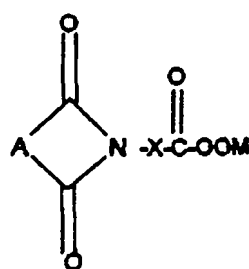
## ES 2 329 462 T3

sistema y la constancia de sus propiedades reológicas es crítica. Para adquirir estas propiedades, no se puede reducir la concentración de dichos agentes suspensores por debajo de ciertos valores, y su coste es insignificante cuando se compara con el coste total de la composición. Remítase, por ejemplo, a la patente europea 1 074 607.

5 Se consideró necesario tener a disposición ácidos imidoalcanopercarboxílicos en una forma física que asegurase una eficacia de blanqueo mejorada y que, en el campo de la desinfección, permitiese el uso de dichos perácidos también a temperaturas de 10-30°C en detergentes y desinfectantes, sin tener que emplear las tecnologías de molienda y los aditivos necesarios para la molienda según se describe en el arte anterior, y que dichos ácidos imidoalcanopercarboxílicos fuesen capaces de formar composiciones en las cuales la cantidad de agente suspensor usada fuese menor a la usada en las composiciones del arte anterior, e incluso que mantuviesen la misma estabilidad químico-física y constancia de las propiedades reológicas.

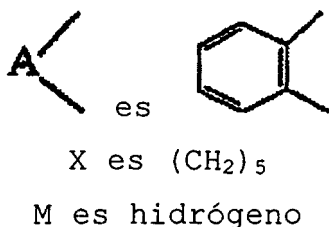
15 El solicitante ha descubierto de manera inesperada y sorprendente ácidos imidoalcanopercarboxílicos que permiten solucionar el problema técnico presentado anteriormente.

20 Un objeto de la presente invención es un ácido imidoalcanopercarboxílico particular que es un ácido imidoalcanopercarboxílico  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de fórmula (I):



(I)

35 en la cual:



50 en la que el ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico está en forma cristalina, denominada aquí alfa, estable para almacenar en estado sólido y, cuando se dispersa en agua, se transforma en cristales de la forma cristalina descrita en el arte anterior (denominada aquí beta), estable en un entorno acuoso, y en la que dichos cristales nuevos de la forma cristalina beta tienen tamaños medios inferiores a 30 micrómetros, preferiblemente inferiores a 10 micrómetros, de manera aun más preferible inferiores a 8 micrómetros y en particular inferiores o iguales a 2 micrómetros; la forma cristalina alfa se caracteriza por que, en comparación con la forma cristalina beta conocida del arte anterior, los respectivos espectros que se obtienen por técnicas de difracción de rayos X y espectroscopía infrarroja de superficie (IR/S) muestran, en comparación con los que se obtienen para la forma beta del mismo perácido, una imagen del espectro de rayos X diferente y, en la IR/S, un desplazamiento de absorción característico cerca de las frecuencias más altas en la región 1697-1707 cm<sup>-1</sup> y de una magnitud de aproximadamente 8-10 cm<sup>-1</sup>, y por que dichos cristales se definen según la reivindicación 1.

60 Los cristales de la forma alfa poseen la misma solubilidad en agua que los cristales del arte anterior (forma beta). Forman, por lo tanto, dispersiones acuosas.

La forma beta del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico (PAP) que se conoce en el arte anterior da:

- 65
- en la difracción de rayos X: picos característicos a 18.0 y 18.7 y ningún cuádruplete a 24.2-25.0 [ $^{\circ}2\theta$ ],
  - en el espectro IR/S: un pico característico con una absorción máxima en la región 1699-1704 cm<sup>-1</sup>, y, para cristales secos, una absorción a 3450-3500 cm<sup>-1</sup> inferior al 5% que proviene del agua;

## ES 2 329 462 T3

mientras que la forma alfa del mismo compuesto de PAP muestra las siguientes características espectrales:

- en la difracción de rayos X: picos característicos a 17.5 y 19.0 y un cuadruplete característico a 24.2-25.0 [ $2\theta$ ],
- en el espectro IR/S: un pico característico con una absorción máxima en la región 1707-1712  $\text{cm}^{-1}$ , y, para cristales secos, una absorción a 3450-3500  $\text{cm}^{-1}$  inferior al 5% que proviene del agua.

5

10 El espectro de rayos X se obtiene a partir de muestras en polvo secadas al vacío (presión residual de 10 mmHg) a 20°C durante 48 h.

15 La susodicha forma cristalina alfa se puede distinguir, por lo tanto, de la forma cristalina beta del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico conocida del arte anterior por medio de los métodos de caracterización anteriores y principalmente por el hecho de que, cuando se suspende en agua, la forma alfa se transforma espontáneamente en cristales estables de una forma diferente (beta), estables en el agua y con tamaños de media inferiores a 30 micrómetros, preferiblemente inferiores a 10 micrómetros, de manera aun más preferible inferiores a 8 micrómetros y en particular de una magnitud de 2 micrómetros.

20 Los tamaños de cristal de la forma alfa no son importantes a la hora de obtener cristales de la forma beta con los tamaños mencionados anteriormente.

25 El ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico en su forma cristalina alfa se puede formular en composiciones sólidas, por ejemplo, por granulado empleando las técnicas usadas con los cristales de tipo beta en el arte anterior, para emplearse en los campos de los detergentes y la desinfección. Remítase, por ejemplo, a la patente europea 852 259.

30 Otro objeto de la presente invención es el ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de la forma cristalina beta, que se puede obtener a través de la dispersión en agua de las partículas cristalinas de la forma alfa correspondiente, y en el que las partículas de la forma cristalina beta tienen tamaños medios inferiores a 30 micrómetros, preferiblemente inferiores a 10 micrómetros, de manera aun más preferible inferiores a 8 micrómetro y en particular inferiores o iguales a 2 micrómetros.

35 Otro objeto de la presente invención son las composiciones del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico, en particular las composiciones en fase acuosa que contienen dichos perácidos en forma de partículas cristalinas beta con tamaños de media inferiores a 30 micrómetros, preferiblemente inferiores a 10 micrómetros, de manera aun más preferible inferiores a 8 micrómetro y en particular inferiores o iguales a 2 micrómetros, que se hayan obtenido tratando la forma alfa del perácido correspondiente según se explica anteriormente.

40 La concentración de perácido en la forma beta, de tamaños inferiores a aquellos del arte anterior, de dichas composiciones varía desde el 0.5% hasta el 25% expresada como porcentaje en peso respecto al total de la composición.

45 Según lo dicho, los cristales de la forma beta son estables tanto en una dispersión acuosa como en estado sólido. El solicitante ha descubierto de manera inesperada y sorprendente que los cristales de la forma beta de los tamaños anteriores se pueden formular incluso en fase acuosa empleando cantidades muy reducidas de agentes suspensores, cantidades incluso inferiores a 1/5 en peso respecto a las que se usan para preparar las composiciones comerciales con una base acuosa que contienen ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico que se obtiene por medio de las técnicas de molienda del arte anterior.

50 En concreto, se pueden usar aditivos suspensores, por ejemplo, polímeros como la goma xantana en concentraciones expresadas como porcentajes de 0.05% hasta 0.1% en peso respecto al total de la composición, en vez de las concentraciones habituales de 0.40-0.60% en peso.

55 La cantidad de aditivo suspensor que se puede usar en dichas composiciones expresada en porcentajes es de 0.05% a 0.6% en peso respecto al total de la composición y preferiblemente de 0.05% a 0.1%.

Además, se pueden añadir otros aditivos convencionales a las composiciones de la invención, por ejemplo, surfactantes, preferiblemente seleccionados entre aquellos no iónicos y/o aniónicos, en las concentraciones habituales útiles para el comportamiento final del producto.

60 De manera opcional, se puede añadir peróxido de hidrógeno a dichas composiciones en concentraciones expresadas como porcentajes de 0 a 10% en peso respecto al total de la composición.

65 Las composiciones que se obtienen a partir de dicho ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico con tamaños cristalinos de la forma beta inferiores a los 30 micrómetros de media son estables desde el punto de vista químico y físico.

Dichas composiciones se pueden usar de manera ventajosa en los campos del blanqueo y de la desinfección, con costes menores y rendimientos mayores que los que se pueden obtener con las composiciones conocidas del arte anterior, sobre todo para las aplicaciones en las que se usan a temperatura ambiente o a bajas temperaturas. Como se

## ES 2 329 462 T3

mencionó anteriormente, la cantidad de aditivo suspensor en dichas composiciones es inferior a la que se emplea en las composiciones del ácido imidoalcanopercarboxílico conocidas del arte anterior.

5 El ácido imidoalcanopercarboxílico cristalino beta de la presente invención con tamaños de partícula medios dentro de los límites expuestos anteriormente se puede obtener mediante un proceso ventajoso, no muy caro, seguro y aplicable a gran escala, en el cual no se usan aditivos de molienda, evitando así posibles contaminaciones de los ácidos imidoalcanopercarboxílicos.

10 En dicho proceso, se obtienen primero las partículas del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico en forma alfa, que son estables en estado sólido pero inestables en dispersión acuosa, y después se transforman, según lo descrito, en la forma estable beta.

15 Para obtener el ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico en la forma cristalina beta con los susodichos tamaños, se suspenden las partículas de perácido en forma alfa en una fase acuosa agitada y se mantienen a temperaturas de 0°C a 70°C, preferiblemente de 20°C a 65°C, de manera aun más preferible de 40°C a 60°C, durante desde 1 minuto hasta 90 minutos, preferiblemente desde 10 minutos hasta 60 minutos, de manera aun más preferible desde 20 minutos hasta 45 minutos.

20 Otro objeto de la presente invención es un procedimiento para preparar ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico con partículas en la forma cristalina alfa, dicho procedimiento englobando los siguientes pasos:

I) la peroxidación en presencia de peróxido de hidrógeno y un ácido fuerte, y normalmente a temperaturas comprendidas entre los 5°C y los 50°C, de un precursor de ácido imidoalcanopercarboxílico que se obtiene por reacción de:

25 a) anhídrido ftálico o ácido ftálico  
con

30 b1) ácido omega-aminocaproico,  
o

b2) epsilon-caprolactama (CPL);

35 c) agua;

a temperaturas en el intervalo de 100-250°C, bajo una presión de un gas inerte de 1 a 30 bar (0.1-3 MPa), con tiempos de reacción de 1 a 20 horas;

40 II) la obtención de una fase fundida de composición eutéctica del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico calentando una suspensión en agua de dichos perácidos hasta que el sólido funde completamente, en la que dicho eutéctico tiene una composición molar de no más de dos moles de agua/mol de perácido;

45 III) la separación de la fase orgánica fundida de la composición eutéctica de la fase acuosa en equilibrio, y la recuperación de la fase orgánica fundida que contiene ácido imidoalcanopercarboxílico;

50 IV) el enfriamiento rápido de la fase orgánica fundida y la obtención de la fase denominada aquí alfa, que es estable en estado sólido (pero inestable cuando entra en contacto con agua), según lo expuesto anteriormente. Dicho enfriamiento rápido del paso IV) del proceso se puede llevar a cabo de diferentes maneras. Por ejemplo, por adición por goteo de la fase orgánica fundida de composición eutéctica sobre nitrógeno líquido. Otro método de enfriamiento rápido es, por ejemplo, la adición por goteo sobre agua fría a una temperatura de, por ejemplo, menos de 15°C y agitando. Para obtener la forma alfa únicamente, el experto en la materia puede determinar fácilmente la temperatura más adecuada, teniendo en cuenta que la forma beta puede formarse a la vez que la forma alfa según sube la temperatura. Otro método de enfriamiento rápido es la percolación de la fase fundida a través de una superficie, por ejemplo, metálica, o de dos superficies, por ejemplo, metálicas, asociadas y enfriadas a temperaturas inferiores a los 30°C.

55 En el paso I) la relación molar normalmente entre a/(b1 o b2)/c está en el intervalo 1/0.8:1.2/0.5:3. Preferiblemente, la relación molar a/(b1 o b2)/c está comprendida entre 1/1.01:1.1/0.5:2.5 y de manera aun más preferible entre 1/1.05:1.1/1-2.

60 En el paso 1 se prefiere hacer reaccionar el anhídrido a), o el ácido correspondiente, con la epsilon-caprolactama b2).

65 Preferiblemente, en el paso I) la temperatura está en el intervalo 130-180°C y la presión es de 4 a 8 bar.

Al final del paso I), se añade preferiblemente un disolvente, preferiblemente CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> y CHCl<sub>3</sub>, de manera aun más preferible CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, para facilitar la posterior peroxidación del producto.

## ES 2 329 462 T3

Estos disolventes son los más adecuados para llevar a cabo la operación de peroxidación posterior, según se explica en la solicitud de patente europea 780 373 con el nombre del solicitante.

En el paso II) se pueden añadir secuestrantes a la fase acuosa para reducir la cantidad de agua. Por ejemplo, se pueden usar los ácidos hidroxicarboxílicos mencionados, como el ácido cítrico; ácidos aminopolicarboxílicos como el ácido etilendiaminotetrametilfosfónico (EDTMP); ácidos piridinocarboxílicos como el ácido dipicolínico; ácidos polifosfónicos, por ejemplo el ácido 1-hidroxi-etiliden-1,1-difosfónico (HEDP).

El ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico cristalino de forma alfa que se obtiene mediante el procedimiento explicado anteriormente es estable en estado sólido, como ya se indicó, y se diferencia claramente de la forma beta del mismo ácido cristalino, ya que se transforma de manera espontánea en los correspondientes microcristales de la forma beta tan solo con entrar en contacto con una fase acuosa.

Como ya se explicó, el cristal de la forma beta del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico que se obtiene de este modo se diferencia del que se obtiene a través de los métodos conocidos del arte anterior (la molienda) por sus propiedades de blanqueo mejoradas y la cantidad menor de aditivos químicos que se requieren para preparar las composiciones correspondientes. Los cristales del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de la forma beta de la invención tienen de media tamaños claramente inferiores a aquellos que se pueden obtener a través de los métodos de molienda conocidos del arte anterior.

Aparte de su actividad de blanqueo específica, dichos microcristales en forma beta, que se obtienen a través del procedimiento de la invención a partir del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico cristalino en forma alfa, son también más eficaces que los cristales que se obtienen según los métodos del arte anterior desde el punto de vista de la actividad antibacteriana o desinfectante, sobre todo en las aplicaciones en las que se usan a temperatura ambiente (15-25°C) o a temperaturas más bajas.

Como ya se indicó, los microcristales del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico en forma beta de la invención son particularmente interesantes ya que requieren cantidades más bajas de aditivos químicos para obtener composiciones estables y de interés comercial. Además, no requieren agentes auxiliares durante el procedimiento químico para la molienda precisa de los ácidos imidoalcanopercarboxílicos según se describe en el arte anterior. Aparte de esto, se pueden obtener también a escala industrial mediante procesos simplificados y con una inversión de capital y costes de funcionamiento menores.

El ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de forma cristalina alfa de la invención es estable incluso cuando se almacena durante largos periodos de tiempo, y, si se somete al procedimiento descrito anteriormente, se transforma de manera espontánea en microcristales de forma beta de los tamaños medios mencionados con anterioridad y de características atractivas para la preparación de composiciones como las que se describen anteriormente.

Los siguientes Ejemplos representan la invención de una manera no limitante.

### Ejemplo 1A

#### *Preparación de PAP en forma cristalina alfa por cristalización en masa*

Se introducen 100 mL de agua desmineralizada de "Grado Micropure" y 0.5 g de ácido hidroxietilidendifosfónico (HEDP)(Proveedor Bozzetto: HEDP 10H60) en un vaso encamisado de 200 mL equipado en la parte baja con una válvula de salida y la solución se calienta a aproximadamente 78°C. Se añaden después 100 g de PAP cristalino grado técnico (Ausimont, Eureco® tipo W). Se agita a una velocidad de 250 rpm y se espera que el PAP funda, lo cual ocurre cuando la temperatura del sistema asciende de nuevo a aproximadamente 78°C. A esta temperatura, las dos fases líquidas que se forman, la fase orgánica compuesta por el PAP eutéctico en agua y la fase acuosa respectivamente, son transparentes. Se reduce la agitación a 20 rpm y se manifiesta de manera evidente la separación de las dos fases en la que la fase orgánica, más pesada, se acumula debajo.

Se insertan unos 250 mL de nitrógeno líquido en un vaso Dewar, en el cual se sumerge una barra de agitación de ancla para agitar el líquido con un agitador magnético, y el cual se coloca justo debajo de la válvula de salida del vaso encamisado que contiene la fase orgánica fundida en el fondo.

La válvula de la parte baja se abre despacio y se permite que el líquido fundido caiga goteando en la fase de nitrógeno líquido. Esta operación se interrumpe tan pronto como el nivel superior de la fase orgánica fundida del vaso encamisado se aproxime a la válvula de la parte baja. Se separa el PAP solidificado del nitrógeno líquido reposado recogiendo el sólido con una espátula redonda y pasándolo a un contenedor de plástico pequeño resistente a temperaturas bajas.

Una vez que el producto se adapte a la temperatura ambiente, se secan los gránulos de PAP al vacío a aproximadamente un valor residual de 10 mmHg y a una temperatura que no supere los 20°C. El espécimen, que pesa unos 70 g por el PAP cristalino se caracteriza por técnicas de Difracción de Rayos X y Espectroscopía Infrarroja de Superficie (IR/S). Los espectros que se obtienen identifican la forma alfa.

## ES 2 329 462 T3

Rayos X: picos característicos a 17.5 y 19.0 y un cuadruplete característico a 24.2-25.0 [ $^{\circ}2\theta$ ].

IR/S: un pico característico con una absorción máxima en la región 1707-1712  $\text{cm}^{-1}$  (cristales anhidros: una absorción a 3450-3500  $\text{cm}^{-1}$  inferior al 5%).

5

### Ejemplo 1B

(Comparativo)

10

*Preparación de PAP de forma cristalina beta (forma cristalina del arte anterior) por cristalización en masa*

Primero se sigue el procedimiento del Ejemplo 1A y después se pasa la fase orgánica fundida de PAP eutéctico y agua a un vaso de precipitados con agua a una temperatura de aproximadamente 40°C y se agita con un agitador magnético y una barra de agitación de ancla. Tras la solidificación del fundido y la separación del sólido del líquido, el producto granular se seca mediante el mismo método que se emplea para eliminar el agua residual en el Ejemplo 1A. Este espécimen también se caracteriza por las técnicas de Difracción de Rayos X y de Espectroscopía Infrarroja de Superficie (IR/S). Los espectros que se obtienen identifican la forma beta.

15

20

Rayos X: picos característicos a 18.0 y 18.7 y ningún cuadruplete a 24.2-25.0 [ $^{\circ}2\theta$ ],

IR/S: un pico característico con una absorción máxima en la región 1699-1704  $\text{cm}^{-1}$  (cristales anhidros: una absorción a 3450-3500 inferior al 5%).

25

### Ejemplo 1C

(Comparativo)

30

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1B pero usando agua enfriada a 15°C. Se obtienen los mismos resultados que en el Ejemplo 1B.

### Ejemplo 2A

35

*Preparación de PAP de forma microcristalina beta a partir de PAP de forma cristalina alfa*

Se prepara una dispersión acuosa de PAP cristalino alfa al 5% en peso en agua desmineralizada en un vaso de precipitados sumergido en un baño termostático añadiendo 473.5 mL de agua desmineralizada a una temperatura de 50°C, que se agita con un agitador magnético y una barra de agitación de ancla, 500 ppm de antiespumante DB 100 y 1 000 ppm de surfactante Hostapur<sup>®</sup> SAS y 26.50 g de PAP grado técnico cristalino en la forma alfa (titulado: 94.3%) con tamaños medios superiores a 100 micrómetros. Tras agitar durante 10 minutos a 50°C se saca el vaso de precipitados del baño termostático y se pasa la suspensión acuosa a un cilindro graduado. Se deja reposar a temperatura ambiente en el cilindro graduado. No se observa ningún espesamiento de la fase sólida en la suspensión en el fondo del cilindro, tanto tras dos horas como tras 48 horas, y se aprecia una separación de la fase líquida clara sobrenadante de no más de 20% en volumen incluso tras 10 días.

45

Se observa mediante un microscopio óptico (50 y 500 magnificaciones) que una muestra de dicha dispersión acuosa presenta cristales de PAP dispersados en el agua con tamaños medios inferiores a 10 micrómetros, en particular inferiores a 2 micrómetros. Estos microcristales, que se recuperan y estudian a través de las técnicas analíticas del Ejemplo 1, muestran las mismas características que los cristales de forma beta y no las de los cristales de forma alfa originales.

50

### Ejemplo 2B

55

(Comparativo)

Se repite el Ejemplo 2A solo que partiendo del PAP cristalino en forma beta.

Se prepara una dispersión acuosa de PAP cristalino al 5% en peso en agua desmineralizada, según se describe en el Ejemplo 2A, añadiendo 471.9 mL de agua desmineralizada, 500 ppm de antiespumante DB 100 y 1000 ppm de surfactante Hostapur<sup>®</sup> SAS y 28.1 g de PAP grado técnico cristalino en la forma beta (titulado: 89%) con tamaños medios superiores a 100 micrómetros, en particular de entre 100 y 200 micrómetros para el 80% de las partículas. Tras 10 minutos de agitación a 50°C, se saca el vaso de precipitados del baño termostático y se pasa la suspensión a un cilindro graduado como en el Ejemplo 2A. Se aprecian rápidamente, tras 10 minutos en reposo a temperatura ambiente en el cilindro graduado, la separación clara de una fase acuosa sobrenadante que representa el 60% del volumen total de la mezcla y la sedimentación de un precipitado en el fondo. La separación de la fase acuosa sobrenadante aumenta tras 2 horas a más del 70% del volumen total de la mezcla.

65



## ES 2 329 462 T3

La observación de un espécimen sólido mediante un microscopio óptico y las técnicas mencionadas en el Ejemplo 1A desvela que el tamaño de los cristales y sus propiedades no han cambiado comparado con aquellos de los cristales PAP en forma beta originales.

### 5 Ejemplo 3

*Tasa de disolución de cristales de PAP de forma beta y de microcristales de PAP de forma beta que se obtienen a partir de cristales de PAP de forma alfa según el Ejemplo 2A*

10 Se realiza una prueba para determinar el tiempo de disolución dispersando 100 mg de PAP cristalino anhidro (base 100%) de cristales y microcristales (tamaños inferiores a 10 micrómetros) de PAP en forma beta respectivamente, que se obtienen como en los Ejemplos 2B y 2A respectivamente, en un litro de solución preparada con agua de una dureza de 10°F y 1.70 g de detergente básico estándar sin aditivos de blanqueo (detergente IEC de tipo B con fosfatos -  
15 Publicación IEC 60 456) que se agita y se mantiene a una temperatura de 40°C con un termostato.

Se sacan muestras sucesivas de la fase líquida, se filtran con cuidado sobre un filtro de poros de 0.45 micrómetros y se determina la concentración de PAP en solución por HPLC.

20 Los tiempos que se requieren para la disolución de 90% del PAP cristalino que se dispersó al principio en la solución acuosa son de 30 y 15 minutos respectivamente para los cristales usados y microcristales de PAP en forma beta.

25 Estos tiempos se determinan dibujando varias curvas que expresan la concentración de PAP disuelto en la fase acuosa (determinada por HPLC) en la ordenada y el tiempo al que se sacan las muestras en la abscisa, y basándose en un valor de 100% de concentración de PAP que se obtiene calculando la asíntota a un valor de tiempo infinito.

30 Se repite la prueba anterior dispersando 70 mg de PAP cristalino anhidro (base 100%) de cristales y microcristales (tamaños inferiores a 10 micrómetros) de PAP en forma beta respectivamente, que se obtienen como en los Ejemplos 2B y 2A respectivamente, en un litro de solución acuosa, que se prepara de la misma manera que antes, se agita y se mantiene a una temperatura de 25°C con un termostato.

35 Se sacan muestras sucesivas de la fase líquida, se filtran con cuidado sobre un filtro de poros de 0.45 micrómetros y se determina la concentración de PAP en solución por HPLC.

Los tiempos que se requieren para la disolución de 90% del PAP cristalino que se dispersó al principio en la solución acuosa son de 60 y 14 minutos respectivamente para los cristales usados y microcristales de PAP en forma beta.

### 40 Ejemplo 4A

(Comparativo)

45 *Preparación de una composición típica de PAP de base acuosa y evaluación de su respectiva actividad de blanqueo*

50 Se prepara una composición típica de base acuosa al 10% en peso de PAP activo a partir de PAP cristalino en forma beta y moliendo este primero con un molino coloidal y después por impacto y cavitación con un molino de tasa de flujo alta y añadiendo posteriormente las siguientes sustancias en las cantidades indicadas, expresadas en porcentajes en peso de la composición final, agitando durante 30 minutos a una temperatura de 45°C:

- 2.5% de un surfactante no iónico,
- 0.50% de goma xantana,
- 0.1% de HEDP

60 La dispersión que se obtiene es química y físicamente estable incluso tras calentarla en una estufa a una temperatura de 35°C durante 7 días. La viscosidad de inicio de 670 mPa x s aumenta a 730 mPa x s tras siete días a 35°C.

65 Se evalúa la actividad de blanqueo de dicha composición mediante una prueba de laboratorio, en la que la composición se usa junto con un detergente fuerte durante 30 minutos a 40°C o junto con un detergente suave durante 30 minutos a 30°C para tratar una serie de tejidos de prueba de algodón que se ensucian previamente con los siguientes tipos de suciedad artificial (clasificación EMPA): 114 (vino tinto), 167 (té) y 164 (hierba), con los cuales se obtiene un grado de blanco de 70, 67.5 y 63 (detergente fuerte) o de 72, 73 y 64.5 (detergente suave), respectivamente.

## ES 2 329 462 T3

### Ejemplo 4B

Se repite el Ejemplo 4A empleando PAP cristalino en forma alfa.

5 Se prepara la misma composición estándar de base acuosa al 10% en peso de PAP activo con PAP cristalino en forma alfa. Se muelen los cristales durante 5 minutos con un molino Brown® Minipimer y se añaden las siguientes sustancias en las cantidades indicadas, expresadas en porcentajes en peso de la composición final, agitando durante 30 minutos a una temperatura de 45°C:

- 10 ■ 2.5% de un surfactante no iónico,
- 0.10% de goma xantana,
- 0.10% de HEDP

15 La dispersión que se obtiene es química y físicamente estable incluso tras calentarla en una estufa a una temperatura de 35°C durante 7 días. La viscosidad de inicio de 570 mPa x s aumenta a 580 mPa x s tras siete días a 35°C.

20 La actividad de blanqueo de esta formulación se evalúa empleando la susodicha prueba de laboratorio, en la que la composición se usa junto con un detergente fuerte durante 30 minutos a 40°C o junto con un detergente suave durante 30 minutos a 30°C para tratar una serie de tejidos de prueba de algodón que se ensucian previamente con los siguientes tipos de suciedad artificial (clasificación EMPA): 114 (vino tinto), 167 (té) y 164 (hierba), con los cuales se obtiene un grado de blanco de 71, 69.5 y 63 (detergente fuerte) o de 73, 73.5 y 65.5 (detergente suave), respectivamente.

### 25 Ejemplo 5

*Tasa de disolución del PAP cristalino en forma beta en composiciones líquidas de base acuosa*

30 Se preparan tres composiciones de base acuosa interesantes desde el punto de vista comercial denominadas A, B y C, respectivamente, y que contienen suspendidos cristales PAP en forma beta, y se calculan los tiempos de disolución del PAP de las mismas de la manera descrita en el Ejemplo 3, dispersando una muestra de la composición que se va a probar en 1 L de solución, que se prepara con agua de una dureza de 10°F y 1.70 g del detergente básico estándar del Ejemplo 3 a una temperatura de 25°C.

35 Las tres composiciones A, B y C que se prueban se obtienen de la siguiente manera, respectivamente:

#### Formulación A

Se dispersan

- 40 ■ 60 g de PAP de forma alfa grado técnico,
- 1.50 g de goma xantana,
- 45 ■ 10 g de surfactante no iónico,
- 0.6 g de antiespumante DB 100

50 en 928 g de agua a 50°C y se tratan durante 5 minutos con un equipo Silverson, después durante 30 minutos con un agitador de aspas a 50°C y a continuación durante 30 minutos a temperatura ambiente.

La composición A que se obtiene tiene un titulado de PAP activo de 5.02% y una viscosidad de 120 mPa x s a 25°C. Los cristales de PAP dispersados en la fase acuosa tienen tamaños inferiores a 10 micrómetros.

#### 55 Formulación B

Se dispersan

- 60 ■ 60 g de PAP de forma alfa grado técnico,
- 1.0 g de goma xantana,
- 3.4 g de surfactante aniónico Hostapur®SAS,
- 65 ■ 0.6 g de antiespumante DB 100

en 935 g de agua a 50°C y se tratan durante 5 minutos con un equipo Silverson, después durante 30 minutos con un agitador de aspas a 50°C y a continuación durante 30 minutos a temperatura ambiente.

## ES 2 329 462 T3

La composición B que se obtiene tiene un titulado de PAP activo de 5.0% y una viscosidad de 300 mPa x s a 25°C. Los cristales de PAP dispersados en la fase acuosa tienen tamaños inferiores a 2 micrómetros.

La composición C es la misma composición comparativa que la que se describe en el Ejemplo 4A.

En la Tabla 2 se muestran los resultados de la prueba de determinación de los tiempos de disolución del PAP cristalino a 25°C para las tres composiciones A, B y C, en la cual  $T_{98.0}$ ,  $T_{99.0}$  y  $T_{99.8}$  representan los tiempos que se requieren para alcanzar la disolución de 98.0%, 99.0% y 99.8% del PAP que se introdujo en un principio en la solución de prueba, respectivamente.

Estos tiempos y porcentajes respectivos se determinan según se explica en el Ejemplo 3.

La Tabla muestra que el tiempo que se requiere para la disolución del PAP de las composiciones A y B es sin duda inferior al de la composición C del arte anterior.

TABLA 1

Ejemplos 4A comparativo y 4B: comparación de los resultados (grado de blanco) obtenidos en las pruebas de lavado empleando mezclas que contienen detergente fuerte o suave, respectivamente, y de las composiciones compuestas por (% en peso): 2.5% de surfactante no iónico, 0.10% de HEDP y el % de goma xantana y 10% de PAP, respectivamente, como se indica en la Tabla.		
	Ej. 4A Comp	Ej. 4B
PAP y goma xantana presentes en la composición:		
- PAP	beta	alfa
- goma xantana (% en peso)	0.5	0.1
Pruebas de lavado Composición + surfactante fuerte		
Grado de blanco:		
- 114 (vino tinto)	70	71
- 167 (té)	67.5	69.5
- 164 (hierba)	63	63
Pruebas de lavado Composición + surfactante fuerte		
Grado de blanco:		
- 114 (vino tinto)	72	73
- 167 (té)	73	73.5
- 164 (hierba)	64.5	65.5

# ES 2 329 462 T3

## TABLA 2

Ejemplo 5, tasa de disolución del PAP cristalino presente en las composiciones líquidas A, B y C de base acuosa. T<sub>98.0</sub>, T<sub>99.0</sub> y T<sub>99.8</sub> representan los tiempos que se requieren para alcanzar la disolución de 98.0%, 99.0% y 99.8% del PAP que se introdujo en un principio en la solución de prueba, respectivamente.

Composiciones	T <sub>98.0</sub> min	T <sub>99.0</sub> min	T <sub>99.8</sub> min
A	<5	7	20
B	<<5	<5	10
C	5	15	65

## REIVINDICACIONES

1. Ácido  $\varepsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico en una forma cristalina denominada alfa aquí, que es estable para almacenar en estado sólido, pero que, cuando se dispersa en agua se transforma en cristales de la forma cristalina conocida del arte anterior (denominada beta aquí), que es estable en un entorno acuoso y cuyos cristales de forma cristalina beta tienen tamaños medios inferiores a 30 micrómetros, preferiblemente inferiores a 10 micrómetros, de manera aun más preferible inferiores a 8 micrómetros y en particular inferiores o iguales a 2 micrómetros; a dicha forma cristalina alfa la **caracterizan**, en comparación con la forma cristalina beta conocida del arte anterior, los siguientes parámetros químico-físicos:

- en los rayos X: picos a 17.5 y 19.0 y un cuádruplete a 24.2-25.0 [ $^{\circ}2\theta$ ],
- en el espectro de IR/S: un pico con una absorción máxima en la región 1707-1712  $\text{cm}^{-1}$ , para cristales anhidros, con una absorción a 3450-3500  $\text{cm}^{-1}$  inferior al 5%.

2. Ácido  $\varepsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de forma cristalina beta que se puede obtener dispersando en agua partículas cristalinas de forma alfa en agua según la reivindicación 1 y cuyas partículas de forma cristalina beta tienen tamaños medios inferiores a 30 micrómetros.

3. Composiciones sólidas que comprenden el ácido  $\varepsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico en la forma cristalina alfa de la reivindicación 1, preferiblemente en forma de gránulos para usarse en los campos de los detergentes y la desinfección.

4. Composiciones que comprenden el ácido  $\varepsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de la reivindicación 2.

5. Composiciones según la reivindicación 4 en fase acuosa.

6. Composiciones según las reivindicaciones 4-5, en las que el contenido de ácido  $\varepsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico varía de 0.5% hasta 25% en peso respecto al total de la composición.

7. Composiciones según las reivindicaciones 4-6 que comprenden agentes suspensoros.

8. Composiciones según la reivindicación 7, en las que la cantidad de agente suspensor es de 0.05% hasta 0.6%, expresada como concentración en peso.

9. Composiciones según la reivindicación 8, en las que la cantidad de agente suspensor es de 0.05% hasta 0.1%.

10. Composiciones según las reivindicaciones 4-9 que comprenden surfactantes, preferiblemente surfactantes aniónicos o no iónicos.

11. Composiciones según la reivindicación 10 que comprenden peróxido de hidrógeno en concentraciones de 0 hasta 10% en peso respecto al total de la composición.

12. Procedimiento para preparar el ácido  $\varepsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de la reivindicación 1 que comprende los siguientes pasos:

I) la peroxidación en presencia de peróxido de hidrógeno y un ácido fuerte, y normalmente a una temperatura comprendida entre los 5°C y los 50°C, de un precursor de ácido imidoalcanopercarboxílico que se obtiene por reacción de:

a) Anhídrido ftálico o ácido ftálico,  
con

b1) ácido omega-aminocaproico,  
o

b2) epsilon-caprolactama (CPL);

c) agua;

a temperaturas en el intervalo de 100-250°C, bajo una presión de un gas inerte de 1 a 30 bar, con tiempos de reacción de 2 a 20 horas;

II) la obtención de una fase fundida de composición eutéctica del ácido  $\varepsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico calentando una suspensión en agua de dichos perácidos hasta que el sólido funda completamente, en la que dicho eutéctico tiene una composición molar de no más de dos moles de agua/mol de perácido;

## ES 2 329 462 T3

III) la separación de la fase orgánica fundida de la composición eutéctica de la fase acuosa en equilibrio, y la recuperación de la fase orgánica fundida que contiene el ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico;

5 IV) el enfriamiento rápido de la fase fundida y la obtención de la fase denominada aquí alfa, que es estable en estado sólido.

13. Procedimiento según la reivindicación 12, en el cual en el paso IV) el enfriamiento rápido consiste en añadir por goteo la fase orgánica fundida de composición eutéctica sobre nitrógeno líquido.

10 14. Procedimiento según la reivindicación 12, en el cual en el paso IV) el enfriamiento rápido consiste en añadir por goteo sobre agua fría a una temperatura inferior a los 15°C y agitando.

15 15. Procedimiento según la reivindicación 12, en el cual en el paso IV) el enfriamiento rápido consiste en percolar la fase fundida a través de una superficie metálicas, o de dos superficies metálicas, asociadas y enfriadas a temperaturas inferiores a los 30°C.

20 16. Procedimiento según las reivindicaciones 12-15, en el cual en el paso I) la relación molar entre a/(b1 o b2)/c está en el intervalo 1/0.8:1.2/0.5:3, preferiblemente dicha relación molar a/(b1 o b2)/c está comprendida entre 1/1.01:1.1/0.5:2.5 y de manera aun más preferible entre 1/1.05:1.1/1-2.

17. Procedimiento según las reivindicaciones 12-15, en el cual en el paso I) se hace reaccionar el anhídrido a), o el ácido correspondiente, con la lactama b2).

25 18. Procedimiento según las reivindicaciones 12-17, en el cual en el paso I) la temperatura está en el intervalo 130-180°C y la presión es de 4 a 8 bar.

19. Procedimiento según las reivindicaciones 12-18, en el cual en el paso II) se añaden secuestrantes a la fase acuosa.

30 20. Procedimiento para obtener el ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de forma cristalina beta según la reivindicación 2, en el cual se suspenden en una fase acuosa agitada las partículas de perácido en la forma alfa que se obtienen según el procedimiento de las reivindicaciones 12-19 y se mantienen a una temperatura de 0°C a 75°C durante un tiempo que oscila de 1 minuto a 90 minutos.

35 21. Uso del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de la reivindicación 1 para obtener el ácido en forma beta correspondiente de la reivindicación 2.

40 22. Uso del ácido  $\epsilon$ -ftalimidoperoxihexanoico de cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2 o de las composiciones de cualquiera de las reivindicaciones 3 a 11 en aplicaciones en las que se usa como lejía o desinfectante.

45

50

55

60

65