

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 373 528**

51 Int. Cl.:  
**C07C 231/24** (2006.01)  
**C07C 233/47** (2006.01)  
**C07C 233/49** (2006.01)  
**A61K 8/00** (2006.01)  
**A61Q 5/12** (2006.01)  
**A61Q 19/10** (2006.01)  
**C11D 1/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **99905240 .0**  
96 Fecha de presentación: **18.02.1999**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1156033**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.11.2001**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE UN N-ACILAMINOÁCIDO ÁCIDO DE CADENA LARGA.**

30 Prioridad:  
**28.12.1998 JP 37403998**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**06.02.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**06.02.2012**

73 Titular/es:  
**Asahi Kasei Kabushiki Kaisha**  
**2-6, Dojimahama 1-chome, Kita-ku**  
**Osaka-shi, Osaka 530-8205, JP**

72 Inventor/es:  
**YAMAWAKI, Yukio;**  
**YAMAMOTO, Shinichi y**  
**TAMURA, Yoshinaga**

74 Agente: **Durán Moya, Carlos**

ES 2 373 528 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).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de un N-acilaminoácido ácido de cadena larga

## 5 SECTOR TÉCNICO

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo. Más específicamente, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo, obtenido según la presente invención, no tiene sustancialmente ningún olor y puede aplicarse incluso a sectores sin perfume, tiene un menor contenido de impurezas solubles en agua tales como sales inorgánicas y subproductos de reacción de un ácido graso libre, y es adecuado para la producción de un detergente o una composición cosmética, en el que el detergente preparado incorporándolo en un detergente líquido no causa precipitación ni turbidez.

## 15 ANTECEDENTES TÉCNICOS

Una sal de amina o de metal alcalino de un N-acilaminoácido ácido de cadena larga se ha utilizado ampliamente como agente surfactante y agente antibacteriano, debido a su actividad en superficie. Particularmente, se utiliza ampliamente en detergentes y sectores cosméticos tales como cuasi-fármacos y cosméticos, y en muchos casos está en contacto directo con el cuerpo humano. Por lo tanto, es prohibitivo proporcionar a los usuarios una sensación desagradable. En dichos sectores, se requiere frecuentemente que los productos finales no produzcan turbidez, y el olor de los productos finales tiene un valor importante para la comodidad. Por lo tanto, en la utilización del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo en dichos sectores, se desea reducir lo máximo posible las impurezas capaces de causar turbidez de los productos finales y aquellas capaces de afectar de forma desfavorable al olor de los productos finales.

El documento US-A-3.758.525 da a conocer un procedimiento para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga, en el que un aminoácido ácido y un haluro de ácido graso de cadena larga se someten a reacción de condensación en presencia de un álcali utilizando un disolvente mixto del 15 al 80% en volumen de un disolvente orgánico hidrófilo y del 85 al 20% en volumen de agua, y una vez que la reacción ha terminado, el líquido de reacción se ajusta a pH 1, precipitando de este modo un cristal impuro de un N-acilaminoácido ácido de cadena larga, que se separa mediante filtración y se lava para eliminar el disolvente orgánico hidrófilo, con lo que se obtiene un N-acilaminoácido ácido de cadena larga deseado. Sin embargo, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido según dicho procedimiento contiene sales inorgánicas debido a la insuficiente eliminación de las mismas, y además, el procedimiento para separar el N-acilaminoácido ácido de cadena larga tal como se ha mencionado anteriormente no es ventajoso en la industria desde un punto de vista de equipo y funcionamiento.

El documento JP-A 51-13717 da a conocer un procedimiento, en el que un líquido de reacción obtenido mediante la reacción entre un aminoácido ácido y un haluro de ácido graso de cadena larga en un disolvente mixto de agua y un disolvente orgánico hidrófilo en presencia de un álcali, se ajusta a pH de 1 a 6 utilizando un ácido mineral a una temperatura de 40°C hasta un punto de ebullición de dicho disolvente orgánico hidrófilo, separándolo de este modo en una capa acuosa y una capa orgánica que contiene un producto deseado, y el disolvente hidrófilo se elimina a continuación de la capa orgánica para obtener un N-acilaminoácido ácido de cadena larga. Sin embargo, según el procedimiento, un contenido de sales inorgánicas disminuye solamente hasta un grado del 1 al 2%, y las sustancias odoríferas que se originan en el disolvente se eliminan de forma insuficiente. En ejemplos del mismo, se da a conocer específicamente que la mayoría de la acetona se elimina de la capa orgánica por medio de calentamiento al vacío, y a continuación la acetona restante se elimina de tal manera que se añade agua al residuo y se sopla aire a su superficie del líquido mientras se agita el líquido a 65°C. Sin embargo, según un método de eliminación del disolvente tal como el soplado de aire a la superficie del líquido, es difícil eliminar completamente la acetona restante o eliminar las sustancias odoríferas de alto punto de ebullición que se mencionan más adelante.

Además, en el documento JP-A 3-284685 del mismo solicitante que el de los documentos US-A-3.758.525 y JP-A 51-13717, acetona y sus productos de condensación aldólica tales como alcohol de diacetona y óxido de mesitilo se nombran como sustancias, que permanecen en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, y que causan un olor en los artículos. Y en ese documento también se da a conocer que incluso cuando se utiliza el procedimiento que se da a conocer en el documento JP-A 51-13717, estas sustancias odoríferas no pueden eliminarse completamente y, como resultado, éstas se quedan en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y causan un olor de los productos. Partiendo de dicha premisa, se da a conocer además la eliminación de estas sustancias y sales odoríferas de una solución acuosa de una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga por medio de una membrana de ósmosis inversa. Sin embargo, el procedimiento es desfavorable desde un punto de vista de la utilización de un caro aparato de separación por membrana, y no puede decirse que el procedimiento sea sencillo desde un punto de vista industrial, debido a que el procedimiento no puede llevarse a cabo sin un control del funcionamiento complicado, tal como el control de las concentraciones y el control de las membranas.

El documento JP-A 50-5305 da a conocer que, al someter a un aminoácido y un haluro de ácido graso de cadena larga a condensación en presencia de un álcali, se utiliza un alcohol inferior acuoso como disolvente de reacción, y como alcohol inferior acuoso, metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol y sec-butanol se

enumeran específicamente de manera limitada. Sin embargo, todos los alcoholes mencionados anteriormente son primarios o secundarios y, por lo tanto, en una etapa de obtener un pH ácido del líquido, una reacción de deshidratación-condensación se produce entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga formado y dicho disolvente alcohólico, dando como resultado de este modo la producción de un éster. Además, una reacción de deshidratación-condensación se produce también entre dicho disolvente alcohólico y un subproducto de ácido graso libre mediante hidrólisis de la materia prima de haluro de ácido graso de cadena larga, produciendo de este modo un éster. El éster producido de este modo es un compuesto que es difícil de separar y eliminar del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

El documento JP-A 7-2747 también propone un procedimiento de separación que utiliza una membrana, que es, sin embargo, desfavorable como en el procedimiento dado a conocer en el documento JP-A 3-284685. En el ejemplo comparativo del documento JP-A 7-2747, se da a conocer la condensación de forma directa de la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido, y se demuestra que un ácido graso libre aumenta notablemente en el transcurso de dicha condensación, y el disolvente orgánico hidrófilo apenas se elimina.

El documento JP-A 3-279354 da a conocer un procedimiento de reacción en el que un disolvente mixto de agua y un disolvente orgánico hidrófilo que comprende acetona e isopropanol se utiliza para impedir la producción de componentes odoríferos tales como alcohol de diacetona y óxido de mesitilo, que se producen en gran medida cuando se utiliza acetona en solitario como disolvente. También se da a conocer un procedimiento de separación en el que el líquido de reacción acidificado se somete a separación por cristalización para obtener cristales, que a continuación se disuelven en un disolvente orgánico hidrófilo, y se le añade una solución acuosa de una alta concentración de sulfato sódico, separándolo de este modo en una capa orgánica y una capa acuosa. Sin embargo, según el procedimiento, siguen existiendo problemas de modo que una etapa de re-disolver los cristales una vez separados por cristalización es problemática, es inevitable que los artículos se contaminen con sulfato sódico en la medida en que se utiliza una gran cantidad de sulfato sódico, y es inevitable tratar un líquido residual que contiene una alta concentración de sulfato sódico. Además, incluso cuando el disolvente mixto de acetona e isopropanol se utiliza como disolvente orgánico hidrófilo, no siempre es suficiente reducir la diacetona y el óxido de mesitilo a un grado tal que no se requiera ninguna eliminación adicional y, como resultado, sigue siendo esencial eliminar estos componentes odoríferos. Además, con respecto a la eliminación del disolvente orgánico de la capa orgánica, un ejemplo de dicho JP-A solamente describe su eliminación por medio de calentamiento al vacío como un medio de eliminación específico, y solamente describe un contenido del producto de condensación de acetona en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga que es una cantidad traza. No queda claro si éste es eliminado o no en un grado tal que no afecte al olor del producto final.

El producto EP 0844 235 A1 da a conocer un procedimiento para la preparación de N-acilaminodiácidos.

Tal como se ha mencionado anteriormente, se desconoce un N-acilaminoácido ácido de cadena larga, que no tiene sustancialmente ningún olor y que tiene un contenido reducido de impurezas solubles en agua tales como sales inorgánicas y ácidos grasos libres, y también se desconoce un procedimiento sencillo para producirlo.

Como resultado, cualquier N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal obtenida según un procedimiento convencional siempre tiene un olor debido a subproductos que se originan a partir de los disolventes de reacción, y contiene impurezas tales como sales inorgánicas y ácidos grasos libres y, por lo tanto, sigue habiendo problemas de modo que éste no puede aplicarse a un sistema sin perfume, y cuando se incorpora en artículos tales como un detergente, se produce turbidez o precipitación cuando se almacenan particularmente a una baja temperatura.

#### CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCIÓN

En estas circunstancias, es un objetivo de la presente invención dar a conocer un procedimiento para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga, que no tiene ningún efecto sobre el perfume de los artículos, y que tiene una estabilidad superior a baja temperatura.

En términos generales, utilizando un disolvente mixto de un disolvente orgánico hidrófilo y agua como disolvente de reacción, un aminoácido ácido y un haluro de ácido graso de cadena larga se someten a condensación en presencia de un álcali para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga (reacción de acilación), y el líquido de reacción obtenido de este modo se ajusta a pH de 1 a 6 para separarlo en una capa orgánica y una capa acuosa, obteniendo de este modo una capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga (etapa de separación por precipitación con ácido). Sin embargo, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido es insuficiente para eliminar las sales inorgánicas.

Los inventores de la presente invención han realizado estudios exhaustivos para resolver los problemas de la técnica anterior mencionados anteriormente y, como resultado, se ha descubierto que un líquido mixto de un N-acilaminoácido ácido de cadena larga y un medio que contiene, como mínimo, butanol terciario y agua pueden separarse en una capa acuosa y una capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga según la composición de dichos tres componentes y con lo que las sales inorgánicas que quedan en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga pueden transportarse en la capa acuosa a eliminar (en lo sucesivo en el presente documento

denominándose la operación como lavado). De este modo, se añaden butanol terciario y agua al N-acilaminoácido ácido de cadena larga que contiene sales inorgánicas para formar el sistema de tres componentes, una composición del mismo se selecciona apropiadamente, y un tratamiento de separación-eliminación se lleva a cabo repetidamente, con lo que puede alcanzarse un contenido deseado de sales inorgánicas.

5 Los inventores de la presente invención han descubierto además que dicho butanol terciario utilizado en la etapa de lavado mencionada anteriormente puede utilizarse ventajosamente como disolvente de reacción en la etapa de reacción de acilación para la producción del N-acilaminoácido ácido de cadena larga. En otras palabras, se ha descubierto que, cuando la reacción de acilación se lleva a cabo utilizando un disolvente mixto de butanol terciario/agua, no se observa producción de sustancias odoríferas tales como productos de condensación aldólica, que se producen cuando se utiliza un disolvente mixto de acetona/agua como disolvente de reacción, como se observa en la técnica anterior.

15 En el caso en el que el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido se aplica a un agente surfactante, se desea eliminar el disolvente orgánico utilizado para la producción del N-acilaminoácido ácido de cadena larga e impurezas originadas a partir del disolvente orgánico en la medida de lo posible. Sin embargo, sigue existiendo una cantidad traza sustancial de las mismas. En la práctica, el alcohol de diacetona y el óxido de mesitilo que parecen originarse a partir del disolvente de acetona pueden detectarse en un N-acilaminoácido ácido de cadena larga disponible actualmente en el mercado o su sal. Tal como se ha mencionado anteriormente, el alcohol de diacetona y el óxido de mesitilo incluso en una cantidad traza causan un mal olor. Además, incluso cuando estas sustancias odoríferas pudieran eliminarse en la medida de lo posible, en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga resultante o una sal del mismo, sigue habiendo un olor tal como un olor a ácidos grasos y, por lo tanto, es difícil incorporarlo en cosméticos sin perfume o similares.

25 Cuando se utiliza butanol terciario como disolvente de reacción, no se produce ninguno de los productos de condensación aldólica producidos cuando se utiliza acetona y, por lo tanto, está permitido considerar al propio butanol terciario como la única sustancia odorífera que queda en los productos. Un umbral de olor de butanol terciario es mucho más alto en comparación con el de los productos de condensación de acetona tales como alcohol de diacetona y óxido de mesitilo y, por lo tanto, desde un punto de vista del control del olor, puede decirse que el peso de la eliminación es mucho menor cuando se compara butanol terciario con acetona.

35 La turbidez y la precipitación causadas cuando el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal se incorpora en un detergente líquido o similares, y particularmente cuando se deja reposar al líquido de composición incorporado a una baja temperatura tal como aproximadamente 5°C, son causadas principalmente por ácidos grasos libres y sales inorgánicas contenidas en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, que son transportadas a partir de los materiales de partida o producidas durante la producción del N-acilaminoácido ácido de cadena larga. Particularmente, los ácidos grasos libres pueden obtenerse mediante descomposición del N-acilaminoácido ácido de cadena larga y, una vez obtenidos, los ácidos grasos libres apenas pueden separarse del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal y, por lo tanto, es importante impedir su aparición en la etapa de producción. En la etapa de producción del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, puede observarse un aumento de los ácidos grasos libres en una etapa que incluye una historia térmica tal como la eliminación de un disolvente orgánico hidrófilo condensando directamente una capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, tal como se da a conocer en la técnica anterior.

45 Esto es porque un estado del líquido en el momento en el que el disolvente se elimina por destilación de la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga es malo, en otras palabras, la fluidez del líquido es mala y, además, el líquido borbotea y está en un estado muy inestable.

50 Habitualmente, en el caso en el que el N-acilaminoácido ácido de cadena larga se separa del líquido mixto mediante eliminación por destilación del disolvente orgánico hidrófilo contenido en el disolvente mixto de agua y el disolvente orgánico hidrófilo, es habitual que la destilación se lleve a cabo a presión reducida desde un punto de vista de suministro de calor. Sin embargo, cuando la eliminación por destilación del disolvente orgánico hidrófilo del líquido mixto se lleva a cabo a presión reducida, el líquido aumenta habitualmente su viscosidad, y da como resultado una pasta que casi no tiene fluidez. En este caso, se ha descubierto que la eliminación por destilación de las sustancias orgánicas en dichas condiciones tiene una eficacia marcadamente inferior, y casi no puede eliminarse ninguna sustancia odorífera tal como acetona y productos de condensación de acetona incluyendo alcohol de diacetona y óxido de mesitilo.

60 Tal como se ha mencionado anteriormente, cuando la eliminación por destilación del disolvente orgánico hidrófilo contenido en el disolvente mixto de agua y el disolvente orgánico hidrófilo continúa para separar el N-acilaminoácido ácido de cadena larga del líquido mixto, el líquido aumenta su concentración y da como resultado una alta viscosidad. Para continuar la destilación mientras se mantiene la fluidez del líquido, es necesario elevar una temperatura del líquido. Además, para continuar la destilación, a veces sucede que se producen muchas burbujas dispersas en el líquido. En otras palabras, se produce un estado de borboteo para hacer al sistema muy inestable. En tal caso, Es necesario llevar a cabo la destilación que requiere una gran cantidad de tiempo. Por ejemplo, el estado de borboteo está controlado de manera intermitente de modo que la presión del sistema aumenta o

disminuye para impedir las vibraciones, o la cantidad de vapor generado se reduce drásticamente.

Por consiguiente, en el caso en el que el disolvente orgánico hidrófilo se condensa para eliminarlo de dicha manera, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga se somete en gran medida a historia térmica y a continuación se descompone para producir los productos de descomposición de ácidos grasos libres. Cuando dicha sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga se incorpora en un detergente líquido, debido a la mayor cantidad de ácidos grasos libres en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, una composición cosmética que los incorpora produce turbidez a baja temperatura y, de este modo, la propiedad esencial para el producto está marcadamente alterada.

Los inventores de la presente invención han realizado estudios exhaustivos para conseguir la eliminación del disolvente orgánico hidrófilo mientras se impide que se produzca el ácido graso libre. Como resultado, se ha descubierto que, cuando las condiciones tales como una composición del líquido y una temperatura del mismo, están controladas en el momento de eliminar el disolvente orgánico hidrófilo de una solución mixta de agua y el disolvente orgánico hidrófilo que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, la fluidez del líquido en la eliminación por destilación del disolvente se puede mejorar en gran medida, y la viscosidad del líquido durante la operación de destilación puede mantenerse en un intervalo favorable incluso mientras se mantiene una temperatura del líquido baja y, de este modo, puede conseguirse la eliminación por destilación a un grado para que no tenga ningún efecto sobre un olor de los artículos. Es decir, es un descubrimiento que en la eliminación del disolvente orgánico hidrófilo de la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga se convierte en su sal alcalina, y una concentración de sólidos del líquido durante la destilación se mantiene en un intervalo fijado en un estado de temperatura fijado, o una proporción entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y agua en el líquido mixto se mantiene en un intervalo fijado en un estado de temperatura fijado, siempre que una composición del disolvente orgánico en el líquido mixto no sea superior al 5% en peso.

Es otro descubrimiento que, cuando el disolvente orgánico hidrófilo se elimina por destilación en las condiciones mencionadas anteriormente, la fluidez del líquido se puede mejorar, con lo que la temperatura del líquido de la destilación se rebaja, puede evitarse en gran medida una historia térmica, y la producción de los ácidos grasos libres debido a la descomposición del N-acilaminoácido ácido de cadena larga puede impedirse sustancialmente. Es un descubrimiento adicional que el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido de este modo que tiene un contenido del ácido graso libre limitado a un nivel fijo puede mostrar un rendimiento marcadamente superior. De este modo, se ha obtenido la presente invención.

Es decir, la presente invención es de la siguiente manera.

1. Un procedimiento para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo, comprendiendo dicho procedimiento las siguientes etapas:

1) una etapa (etapa de reacción de acilación) de someter a un aminoácido ácido, en el que el aminoácido ácido es un ácido monoaminodicarboxílico y el grupo amino puede estar sustituido por metilo o etilo, y un haluro de ácido graso de cadena larga, en el que el haluro de ácido graso de cadena larga es un haluro de ácido de un ácido graso saturado o insaturado que tiene de 8 a 20 átomos de carbono, a condensación en un disolvente mixto que comprende esencialmente agua y butanol terciario en presencia de un álcali,

2) una etapa (etapa de separación por precipitación con ácido) de ajustar el pH del líquido de reacción obtenido a de 1 a 6 con un ácido mineral para separar la mezcla en una capa orgánica y una capa acuosa, obteniendo de este modo la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

3) una etapa (etapa de lavado) de eliminar impurezas mezclando la capa orgánica obtenida con agua y/o butanol terciario para separarla en una capa acuosa y una capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga a una temperatura de 35 a 80°C, y

4) una etapa (etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización) de someter a la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenida en la etapa de lavado a la eliminación de butanol terciario mediante destilación, en la que no menos de 1/20 de los grupos carboxilo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga se convierten en su sal alcalina y la destilación se lleva a cabo en condiciones en las que la temperatura del líquido mixto resultante está controlada para que no supere los 90°C, y se añade agua para mantener una concentración de sólidos del líquido mixto del 5 al 50% en peso

o una etapa (etapa de eliminación por destilación del disolvente sin neutralización) de someter a la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenida en la etapa de lavado a la eliminación de butanol terciario mediante destilación, en la que la temperatura no supera los 90°C, y se añade agua para mantener la proporción en peso entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y agua en un intervalo de 35/65 a 65/35, siempre que el contenido de butanol terciario en el líquido mixto no sea superior al 5% en peso.

2. El procedimiento según el punto anterior 1, en el que una proporción molar de haluro de ácido graso de cadena

larga/aminoácido ácido en la etapa de reacción de acilación no es superior a 1,05.

3. El procedimiento según el punto anterior 1, en el que el pH en la etapa de separación por precipitación con ácido es de 1 a 3.

4. El procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores 1 a 3, en el que en la eliminación por destilación del butanol terciario de la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenida en la etapa de lavado, la eliminación por destilación de butanol terciario se lleva a cabo utilizando un evaporador por pulverización, en el que la mezcla se forma en una fase mixta de vapor-líquido que se pulveriza a continuación en un recipiente cilíndrico de evaporación para evaporar el butanol terciario.

5. Un N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo que tiene un contenido de una sal inorgánica no superior al 1% en peso, un contenido de butanol terciario de 0,1 a 750 ppm en peso y un contenido de un ácido graso libre no superior al 3,0% en peso, basándose dichos contenidos en el peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

#### DESCRIPCIÓN BREVE DE LOS DIBUJOS

La figura 1 explica el principio de purificación de un N-acilaminoácido ácido de cadena larga según la presente invención, y también para mostrar una composición de causar la separación (la región rodeada por una línea) entre composiciones del aminoácido mencionado anteriormente, es decir, ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua (en la figura 1, siendo cada escala que aparece en cada eje una proporción en peso).

La figura 2 es para mostrar una vista esquemática de un aparato de evaporación por pulverización.

#### MEJOR MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCION

El procedimiento para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga según la presente invención tiene las siguientes etapas.

La etapa de reacción de acilación en el procedimiento según la presente invención es una etapa de someter a un aminoácido ácido y un haluro de ácido graso de cadena larga a condensación en un disolvente mixto que comprende esencialmente agua y butanol terciario como disolvente orgánico hidrófilo (reacción de acilación), obteniendo de este modo un N-acilaminoácido ácido de cadena larga impuro. Aunque la presente invención se explica en referencia a un caso en el que se utiliza butanol terciario en solitario, está permitido utilizar butanol terciario en combinación con una pequeña cantidad de un disolvente orgánico hidrófilo convencional tal como acetona, metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol, metiletilcetona, tetrahidrofurano o dioxano, de tal manera que los efectos de la presente invención no resulten perjudicados.

Tal como se conoce, en el disolvente mixto de agua/acetona actualmente utilizado ampliamente para la reacción de condensación entre un aminoácido ácido y un haluro de ácido graso de cadena larga, la acetona se dimeriza fácilmente en condiciones ácidas o alcalinas para producir alcohol de diacetona, que se deshidrata fácilmente en calentamiento adicional para producir óxido de mesitilo. En pocas palabras, se producen los productos de condensación aldólica de acetona. Estos causan un mal olor incluso en cantidades traza. Por ejemplo, en el caso de una solución acuosa al 30% en peso de una sal de monotrietanolamina del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, es necesario suprimir el contenido de alcohol de diacetona y óxido de mesitilo en la solución acuosa a varias ppm en peso o menos.

Los inventores de la presente invención observaron un alcohol inferior utilizado como disolvente hidrófilo no cetónico en el que no se produce condensación aldólica. En el documento JP-B 51-38681, se da a conocer que se utilizan metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol y sec-butanol. Sin embargo, los inventores de la presente invención confirmaron que en el disolvente mixto de agua/alcohol, en condiciones ácidas el alcohol forma fácilmente un éster entre el producto de la reacción de acilación del N-acilaminoácido ácido de cadena larga y el haluro de ácido graso de cadena larga, que es tal como se da a conocer también en el documento JP-A 7-2747. No obstante, se ha descubierto sorprendentemente que no se produce ningún éster tal como se ha mencionado anteriormente y no se observa la producción de otras impurezas, cuando como disolvente de reacción, se utiliza el disolvente mixto de agua/butanol terciario en las condiciones definidas en la presente invención.

A partir de los hechos mencionados anteriormente, ha quedado claro que, cuando el disolvente mixto de agua/butanol terciario se utiliza como disolvente de la reacción de acilación, no se producen productos de condensación aldólica ni siquiera en una cantidad traza que causan un mal olor como en una cetona, ni éster entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y el haluro de ácido graso de cadena larga como en un alcohol primario o secundario.

En la capa orgánica obtenida en la etapa de separación por precipitación con ácido mediante la etapa de acilación, sigue quedando una sal inorgánica en una medida tal que debe ser eliminada. Por ejemplo, el documento JP-A

51-13717 da a conocer en su ejemplo que el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido mediante eliminación por destilación del disolvente orgánico de la capa orgánica contiene una sal inorgánica en una cantidad de hasta del 1 al 2%. Cuando el N-acilaminoácido ácido de cadena larga que contiene dicha gran cantidad de la sal inorgánica se convierte, por ejemplo, en una solución acuosa al 30% en peso de una sal de trietanolamina del mismo, la turbidez es notable a baja temperatura, y algunas veces se produce la precipitación. Con respecto al N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal según la presente invención, un contenido de sales inorgánicas no es superior al 1% en peso, preferentemente no superior al 0,5% en peso, más preferentemente no superior al 0,1% en peso, en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

Cuando el disolvente mixto de agua/butanol terciario se utiliza como disolvente de reacción, puede observarse una ventaja adicional. En el caso en el que se utiliza el disolvente mixto de agua/acetona y la acetona recuperada de la mezcla de reacción se reutiliza, por ejemplo, la acetona destilada de la capa orgánica se reutiliza, tal como se ha mencionado anteriormente, y se requiere rectificación para separar la acetona de los productos de condensación aldólica. Mientras que, cuando se utiliza butanol terciario, el butanol terciario destilado de la capa orgánica puede utilizarse como está, dado que dichas impurezas mencionadas anteriormente no se producen. Esto es ventajoso desde un punto de vista de la eliminación de una etapa del procedimiento.

Además, el butanol terciario puede proporcionar una ventaja también desde un punto de vista de su manejo. Cuando la rectificación con el fin de separar los productos de condensación aldólica se lleva a cabo para recuperar y reutilizar acetona, es necesario recuperar acetona de gran pureza que tiene un contenido de agua sustancialmente bajo. Dicha acetona tiene una fuerte inflamabilidad y combustibilidad y forma fácilmente un gas combustible con el aire y, por lo tanto, es necesario tener cuidado con su almacenamiento y manejo durante la reutilización. Por el contrario, el butanol terciario forma un azeótropo con agua y, por lo tanto, para recuperarlo y reutilizarlo, es imposible condensar butanol terciario a un grado de una proporción en peso de más de butanol terciario/agua = 85/15. De este modo, el butanol terciario se maneja en un estado tal que un contenido de agua es siempre superior al 15% en peso y, por lo tanto, es más fácil de almacenar y de manejar en comparación con la acetona.

Cuando el disolvente mixto de agua/butanol terciario se utiliza como disolvente de reacción, puede proporcionarse una gran ventaja adicional. Es decir, cuando el disolvente mixto de agua/butanol terciario se utiliza como disolvente de reacción, solamente es necesario añadir agua y/o butanol terciario a la capa orgánica obtenida mediante la separación por precipitación con ácido para ajustar una composición de N-acilaminoácido ácido de cadena larga/butanol terciario/agua en un intervalo predeterminado, con lo que la capa orgánica puede separarse en una capa acuosa y una capa orgánica para eliminar la sal inorgánica presente en la capa orgánica anterior.

Por otro lado, en el caso de reacción en el disolvente mixto de agua/acetona, no se ha descubierto nunca la separación en dos fases de la capa orgánica obtenida mediante la separación por precipitación con ácido en una capa orgánica y una capa acuosa, independientemente de cualesquiera variaciones en la composición de la capa orgánica o la temperatura del líquido. Mientras tanto, la razón por la cual en el sistema disolvente de agua/acetona, una separación en dos fases en la capa orgánica y la capa acuosa puede observarse en la separación por precipitación con ácido, parece debida a un efecto de precipitación por sales de una gran cantidad de sales inorgánicas tales como NaCl y Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Por lo tanto, cuando se utiliza el disolvente mixto de agua/acetona, es indispensable llevar a cabo un procedimiento en el que se añade una alta concentración de sulfato sódico para conseguir el lavado de separación de la capa orgánica, tal como se da a conocer en el documento JP-A 3-279354. En tal caso, muchas sales quedan inevitablemente en su interior.

A partir de la capa orgánica obtenida mediante separación en la capa acuosa y la capa orgánica, se elimina butanol terciario para obtener el N-acilaminoácido ácido de cadena larga. Cuando el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal se utiliza para un agente surfactante o similares, se desea eliminar el butanol terciario en la medida de lo posible de manera convencional, tal como destilación, pero éste queda inevitablemente en una cantidad traza. En el N-acilaminoácido ácido de cadena larga disponible en el mercado o su sal, pueden detectarse alcohol de diacetona y óxido de mesitilo, que se originan probablemente a partir del disolvente de acetona. El alcohol de diacetona y el óxido de mesitilo no eliminados causan un mal olor. Por el contrario, se ha descubierto que el butanol terciario que queda en una cantidad traza puede servir para enmascarar un olor similar a un ácido graso peculiar del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal. Recientemente, en los sectores de cosméticos o similares, existe una tendencia hacia los productos no perfumados y, en tal caso, se requiere que los materiales a mezclar no tengan ningún olor. Hasta la fecha, incluso cuando el alcohol de diacetona y el óxido de mesitilo se eliminan en la medida de lo posible, es imposible liberar al N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal de cualquier olor y, por lo tanto, sigue habiendo un problema sin resolver cuando éste se incorpora en cosméticos sin perfume.

El propio butanol terciario tiene un alto umbral de olor. Por ejemplo, en el caso de una solución acuosa al 30% en peso de N-cocoil-L-glutamato de monotrietanolamina, que es uno de los N-acilaminoácidos ácidos de cadena larga, el umbral de olor del mismo es de 150 ppm en peso en dicha solución acuosa. En otras palabras, un contenido de butanol terciario en este caso corresponde a 750 ppm en peso en base al peso de ácido N-cocoil-L-glutámico. En la presente invención, un contenido del butanol terciario que sirve para enmascarar el olor similar a ácido graso del N-acilaminoácido ácido es de 0,1 a 750 ppm en peso, preferentemente de 0,1 a 300 ppm en peso, más preferentemente de 0,1 a 150 ppm en peso, en base al peso del N-acilaminoácido ácido.

En términos de la solución acuosa al 30% en peso de la sal de monotrietanolamina, los valores numéricos mencionados anteriormente se sustituyen por de 0,02 a 150 ppm en peso, de 0,02 a 60 ppm en peso y de 0,02 a 30 ppm en peso, respectivamente. De este modo, dicha solución acuosa no tiene sustancialmente ningún olor. Esto es enormemente ventajoso desde un punto de vista industrial.

El aminoácido ácido utilizado como material en el procedimiento según la presente invención es un ácido monoaminodicarboxílico que tiene dos grupos carboxilo y un grupo amino en la molécula, y el grupo amino puede sustituirse por metilo o etilo para expresarlo como N-metilo y N-etilo. El aminoácido ácido incluye sus isómeros ópticos tales como isómero D, isómero L y modificación racémica. Son ejemplos de los mismos ácido glutámico, ácido aspártico, lantionina,  $\beta$ -metillantionina, cistationina, ácido djenkólico, felinina, ácido aminomalónico, ácido  $\beta$ -oxiaspártico, ácido  $\alpha$ -amino- $\alpha$ -metilsuccínico, ácido  $\beta$ -oxiglutámico, ácido  $\gamma$ -oxiglutámico, ácido  $\gamma$ -metilglutámico, ácido  $\gamma$ -metilglutámico, ácido  $\gamma$ -metil- $\gamma$ -oxiglutámico, ácido  $\alpha$ -aminoadípico, ácido  $\alpha$ -amino- $\gamma$ -oxiadípico, ácido  $\alpha$ -aminopimélico, ácido  $\alpha$ -amino- $\gamma$ -oxipimélico, ácido  $\beta$ -aminopimélico, ácido  $\alpha$ -aminosubérico, ácido  $\alpha$ -aminosebácico y ácido pantoténico. Cuando se someten a una reacción de acilación, éstas pueden ser su sal de metal alcalino y su sal de amina.

Los haluros de ácido graso de cadena larga utilizados como material en el procedimiento según la presente invención son cloruros de ácidos grasos saturados o insaturados que tienen de 8 a 20 átomos de carbono, bromuros de ácido de los mismos y yoduros de ácido de los mismos, que pueden ser lineales, ramificados o cíclicos. Son ejemplos específicos de los mismos haluros de ácidos grasos lineales tales como ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido undecanoico, ácido láurico, ácido tridecanoico, ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido margárico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico y ácido aráquico; haluros de ácidos grasos ramificados tales como ácido 2-butil-5-metilpentanoico, ácido 2-isobutil-5-metilpentanoico, ácido dimetilcatanoico, ácido dimetilnonanoico, ácido 2-butil-5-metilhexanoico, ácido metilundecanoico, ácido dimetildecanoico, ácido 2-etil-3-metilnonanoico, ácido 2,2-dimetil-4-etiloctanoico, ácido metildocosanoico, ácido 2-propil-3-metilnonanoico, ácido metiltridecanoico, ácido dimetildodecanoico, ácido 2-butil-3-metilnonanoico, ácido metiltetradecanoico, ácido etiltridecanoico, ácido propildodecanoico, ácido butilundecanoico, ácido pentildecanoico, ácido hexilnonanoico, ácido 2-(3-metilbutil)-3-metilnonanoico, ácido 2-(2-metilbutil)-3-metilnonanoico, ácido butiletilnonanoico, ácido metilpentadecanoico, ácido etiltetradecanoico, ácido propiltridecanoico, ácido butildodecanoico, ácido pentilundecanoico, ácido hexildecanoico, ácido heptilnonanoico, ácido dimetiltetradecanoico, ácido butilpentilheptanoico, ácido trimetiltridecanoico, ácido metilhexadecanoico, ácido etilpentadecanoico, ácido propiltetradecanoico, ácido butiltridecanoico, ácido pentildodecanoico, ácido hexilundecanoico, ácido heptildecanoico, ácido metilheptilnonanoico, ácido dipentilheptanoico, ácido metilheptadecanoico, ácido etilhexadecanoico, ácido etilhexadecanoico, ácido propilpentadecanoico, ácido butiltetradecanoico, ácido pentiltridecanoico, ácido hexildodecanoico, ácido heptilundecanoico, ácido octildecanoico, ácido dimetilhexadecanoico, ácido metiloctilnonanoico, ácido metiloctadecanoico, ácido etilheptadecanoico, ácido dimetilheptadecanoico, ácido metiloctadecanoico, ácido dimetiloctadecanoico y ácido butilheptilnonanoico; haluros de ácidos monoenoicos lineales tales como ácido octenoico, ácido nonenoico, ácido decenoico, ácido caproleico, ácido undecilénico, ácido lindérico, ácido obtusílico, ácido lauroleico, ácido tridecenoico, ácido tsuzuico, ácido miristoleico, ácido pentadecenoico, ácido hexadecenoico, ácido palmitoleico, ácido heptadecenoico, ácido octadecenoico, ácido oleico, ácido nonadecenoico y ácido gondoico; haluros de ácidos monoenoicos ramificados tales como ácido metilheptenoico, ácido metilnonenoico, ácido metilundecenoico, ácido dimetildecenoico, ácido metildodecenoico, ácido metiltridecenoico, ácido dimetildodecenoico, ácido dimetiltridecenoico, ácido metiloctadecenoico, ácido dimetilheptadecenoico y ácido etiloctadecenoico; haluros de ácidos dienoicos o trienoicos tales como ácido linoleico, ácido linielaídico, ácido eleosteárico, ácido linolénico, ácido linolenelaídico, ácido pseudoeleosteárico, ácido parinárico y ácido araquidónico; haluros de ácidos acetilénicos tales como ácido octinoico, ácido noninoico, ácido decinoico, ácido undecinoico, ácido dodecinoico, ácido tridecinoico, ácido tetradecinoico, ácido pentadecinoico, ácido heptadecinoico, ácido octadecinoico, ácido nonadecinoico y ácido dimetilocatadecinoico; y haluros de ácidos cíclicos tales como ácido metilenoctadecenoico, ácido metilenoctadecanoico, ácido aleprólico, ácido alepréstico, ácido aleprílico, ácido aléprico, ácido hidnocáprico, ácido caulmoógrico, ácido górrico, ácido  $\alpha$ -ciclopentílico, ácido  $\alpha$ -ciclohexílico, ácido  $\alpha$ -ciclopentiletílico. El haluro de ácido graso de cadena larga utilizable para el procedimiento según la presente invención incluye haluros de ácidos grasos obtenidos de grasa y aceite naturales, siempre que los haluros sean aquellos de un ácido graso mixto que contiene no menos del 80% del ácido graso saturado o insaturado mencionado anteriormente que tiene de 8 a 20 átomos de carbono. Por ejemplo, se enumeran haluros de ácido graso de aceite de coco, ácido graso de aceite de palma, ácido graso de aceite de nuez de palma, ácido graso de aceite de maíz, ácido graso de aceite de cacahuete, ácido graso de aceite de semilla de algodón, ácido graso de aceite de linaza, ácido graso de aceite de girasol, ácido graso de aceite de soja, ácido graso de aceite de sésamo, ácido graso de aceite de ricino, ácido graso de aceite de oliva, ácido graso de aceite de camelia, ácido graso de aceite de sebo, ácido graso de aceite de sebo endurecido, ácido graso de aceite de manteca de cerdo, ácido graso de aceite de leche y ácido graso de aceite de pescado. Cuanto más pequeño sea un contenido de ácido graso en el haluro de ácido graso de cadena larga, mejor.

Una proporción molar de haluro de ácido graso de cadena larga/aminoácido ácido no es superior a 1,05,

preferentemente no superior a 1,0, más preferentemente no superior a 0,98. Cuando la proporción supera 1,0, el haluro de ácido graso se somete a hidrólisis, produciendo de este modo el ácido graso libre.

- 5 No es necesario que el butanol terciario utilizado como disolvente de reacción para la etapa de reacción de acilación en el procedimiento según la presente invención tenga una gran pureza y, por lo tanto, está permitido utilizar aquellos que contienen agua o aquellos que se recuperan de un sistema de reacción y que no se rectifican. Una proporción de mezclado de agua/butanol terciario en el momento de la reacción está preferentemente en un intervalo de 85/15 a 20/80 en volumen.
- 10 Una concentración del aminoácido ácido a introducir para la etapa de reacción de acilación en el procedimiento según la presente invención no está particularmente limitada. Sin embargo, una viscosidad del líquido de reacción aumenta durante la reacción según el lapso de tiempo y, por lo tanto, la concentración de alimentación debe estar controlada para permitir agitar y mezclar el sistema incluso en el momento cercano a la finalización de la reacción.
- 15 Como sustancias alcalinas utilizadas para la etapa de reacción de acilación según la presente invención, por ejemplo, hay bases inorgánicas tales como hidróxido sódico, hidróxido potásico, hidróxido cálcico e hidróxido de bario. Se recomienda mantener el pH durante la reacción de 9 a 13,5, preferentemente de 10 a 13. Cuando el pH es menor de 9, es difícil que el haluro de ácido graso de cadena larga reaccione con el aminoácido ácido, aumentando de este modo el ácido graso libre causado por hidrólisis. Cuando el pH supera 13,5, no se producen sustancialmente ninguna desventaja. Sin embargo, esto no es recomendable desde un punto de vista de recursos naturales, dado que la cantidad de álcali aumenta innecesariamente con un aumento de la cantidad de un ácido consumido en la etapa de separación por precipitación con ácido sucesiva.
- 20 Una temperatura de reacción de la etapa de reacción de acilación en el procedimiento según la presente invención no está particularmente limitada. En términos generales, la temperatura de reacción puede rebajarse ventajosamente con la reducción en una proporción de producción de ácido graso libre. Sin embargo, cuando la temperatura es demasiado baja, en el transcurso de la reacción, la viscosidad del líquido de reacción aumenta demasiado para permitir la agitación, u ocurre que los materiales producidos precipitan, dependiendo de un tipo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga producido o una concentración del mismo en el líquido de reacción. Por lo tanto, la temperatura debe estar controlada para no sufrir dichas desventajas. Está permitido cambiar la temperatura de reacción durante la reacción según el lapso de tiempo. La temperatura de la reacción de acilación está habitualmente en un intervalo de -10 a 70°C, preferentemente en un intervalo de -10 a 20°C, más preferentemente en un intervalo de -5 a 10°C.
- 25 La etapa de reacción de acilación en el procedimiento según la presente invención puede llevarse a cabo de una manera semidiscontinua, en la que el aminoácido ácido, el álcali y el disolvente de reacción en cantidades predeterminadas respectivas se introducen en un recipiente de agitación, y seguidamente el haluro de ácido graso de cadena larga se introduce de forma continua en su interior junto con un álcali para hacer al pH del mismo alcalino, o de tal manera que el disolvente de reacción se introduzca en su interior, y seguidamente una solución alcalina acuosa del aminoácido ácido y el haluro de ácido graso de cadena larga se introducen de forma continua en su interior al mismo tiempo. Una vez que un grado predeterminado de la reacción ha terminado, el líquido en el recipiente de agitación se somete a la etapa de separación por precipitación con ácido sucesiva. Al introducir el haluro de ácido graso de cadena larga en el recipiente de agitación, éste puede pulverizarse o introducirse para introducirlo en el líquido. Como alternativa, esto puede llevarse a cabo de manera continua, en la que utilizando el recipiente de agitación o un reactor tubular, el disolvente de reacción, la solución alcalina acuosa del aminoácido ácido y el haluro de ácido graso de cadena larga se introducen de forma continua en su interior, mientras se extrae de forma continua el líquido de reacción, que a continuación se somete a la separación por precipitación con ácido sucesiva.
- 35 En el procedimiento según la presente invención, es importante realizar la reacción de condensación entre el aminoácido ácido y el haluro de ácido graso de cadena larga con agitación o en un estado en el que los líquidos se mezclen suficientemente. En un estado de agitación insuficiente, la selectividad de la reacción de condensación entre el aminoácido ácido y el haluro de ácido graso de cadena larga se rebaja para aumentar una producción del ácido graso libre debido a la hidrólisis del haluro de ácido graso de cadena larga. Con respecto a la razón para esto, parece que el sistema de reacción forma dos fases, la reacción continúa en una interfaz del haluro de ácido graso de cadena larga dispersado en el líquido y, por lo tanto, la renovación de la interfaz es esencial para mantener la selectividad de la reacción.
- 40 La agitación se lleva a cabo necesariamente a no menos de 0,2 kW/m<sup>3</sup> en términos de una potencia de agitación. Incluso con una potencia de agitación inferior a ésta, es posible obtener el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, pero ésta no es suficiente para obtener el N-acilaminoácido ácido de cadena larga que tiene un contenido del ácido graso libre no superior al 3% en peso, que es una realización de la presente invención. La potencia de agitación es preferentemente no inferior a 0,3 kW/m<sup>3</sup>, más preferentemente no inferior a 0,5 kW/m<sup>3</sup>.
- 45 La etapa de separación por precipitación con ácido en el procedimiento según la presente invención es una etapa de ajuste del líquido de reacción de acilación a pH de 1 a 6 utilizando un ácido mineral tal como ácido clorhídrico y
- 50
- 55
- 60
- 65

ácido sulfúrico, separándolo de este modo en dos capas de una capa orgánica y una capa acuosa para obtener la capa orgánica deseada. En el líquido de reacción de acilación, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga producido existe en forma de su sal alcalina. Al añadirle un ácido mineral, una parte del total del grupo carboxilo añadido al N-acilaminoácido ácido de cadena larga se convierte en un ácido libre y, al mismo tiempo, el líquido de reacción se separa en una capa orgánica y una capa acuosa.

El pH en el momento de la separación por precipitación con ácido puede cambiarse con un cambio del estado de disociación del grupo carboxilo, según lo cual el estado de separación, concretamente una proporción en peso entre la capa orgánica y la capa acuosa, y un grado de eliminación de las sales inorgánicas se cambian y, por lo tanto, se recomienda llevar a cabo la etapa de separación por precipitación con ácido preferentemente a un pH de 1 a 3, más preferentemente a un pH de 1 a 2,5.

Una temperatura de la separación por precipitación con ácido es de 35°C hasta un punto de ebullición del disolvente orgánico hidrófilo, por ejemplo, 80°C cuando el disolvente orgánico hidrófilo es butanol terciario. Preferentemente, es de 40 a 70°C. Cuando la temperatura es inferior a 35°C, el tiempo antes de alcanzar un equilibrio de separación puede prolongarse, o una notable cantidad de la sal inorgánica permanece en la capa orgánica incluso en una fase del equilibrio, o no se produce ninguna separación dependiendo de un tipo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su concentración en el líquido. Un punto de ebullición de la composición azeotrópica de agua/butanol terciario es de aproximadamente 80°C a presión atmosférica, y a una temperatura que supera los 80°C, se produce la ebullición y, como resultado, se hace necesario llevar a cabo la separación a mayor presión. Esto es desfavorable, debido a que se requiere un aparato específico.

La etapa de lavado en el procedimiento según la presente invención es una etapa de transportar impurezas solubles en agua presentes en la capa orgánica obtenida en la etapa de separación por precipitación con ácido hasta una capa acuosa por medio de extracción líquido-líquido, reduciendo de este modo las impurezas. Más específicamente, a la capa orgánica separada por precipitación con ácido, se le añaden agua y/o butanol terciario para ajustar una composición de N-acilaminoácido ácido de cadena larga/butanol terciario/agua, con lo que las impurezas solubles en agua en la capa orgánica, principalmente sales inorgánicas producidas durante la reacción y en la etapa de separación por precipitación con ácido, son transportadas a una capa acuosa mediante la extracción líquido-líquido.

En este momento, las concentraciones respectivas de los tres componentes anteriores se ajustan para hacer que el N-acilaminoácido ácido de cadena larga sea del 0,001 al 55% en peso, el butanol terciario del 5 al 45% en peso y agua del 20 al 99% en peso, causando de este modo la separación. Al hacer una buena utilización de dicha separación de líquidos, es posible eliminar las sales inorgánicas que quedan en la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

El comportamiento de la separación se expresa como ejemplo en referencia a un diagrama de coordenadas triangulares que se refiere a una composición (% en peso) de ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua, en la que una composición capaz de causar la separación es una región rodeada por una línea en la figura 1 (región de separación).

En la medida en que la composición está dentro de dicha región, el líquido mixto puede separarse en dos capas de la capa orgánica que contiene el ácido N-cocoil-L-glutámico y una capa acuosa. Por lo tanto, cuando se determinan composiciones respectivas para que entren en dicha región, la purificación de la capa orgánica puede realizarse muchas veces. Por ejemplo, la purificación puede repetirse hasta que un contenido de las sales inorgánicas en la capa orgánica alcance un grado deseado. Esto se ilustra con más detalle en referencia a un ejemplo de la figura 1.

La escala que aparece en cada eje es una proporción en peso. Cuando una composición de una capa orgánica después de la separación por precipitación con ácido se designa con el Punto A, se añade agua para obtener una composición designada con el Punto B, con lo que la capa orgánica mencionada anteriormente se separa en una capa orgánica y una capa acuosa, cuyas composiciones se designan con el Punto C y el Punto D, respectivamente. Cuando se añade más agua a la capa orgánica de la composición designada con el Punto C para obtener una composición designada con el Punto E, la capa orgánica se separa en dos capas de una capa orgánica y una capa acuosa, cuyas composiciones se designan con el Punto F y el Punto G, respectivamente. Si el contenido de sales inorgánicas en la capa orgánica de la composición designada con el Punto F se reduce satisfactoriamente a un grado deseado, la etapa de lavado se completa. Si el lavado está incompleto, se lleva a cabo una operación de separación adicional de una manera similar.

En la presente invención, el contenido de sales inorgánicas se controla para que no sea superior al 1% en peso, preferentemente no superior al 0,5% en peso, más preferentemente no superior al 0,1% en peso, en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga. En el caso en el que el contenido de las sales inorgánicas en una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga es superior al 1% en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, se produce precipitación o turbidez a una baja temperatura, cuando la sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga se incorpora en un detergente líquido.

En la etapa de lavado del procedimiento según la presente invención, se recomienda concentrar el butanol terciario

todo lo posible para realizar la separación, dado que el tiempo antes de alcanzar el equilibrio de separación puede acortarse aumentando la concentración de butanol terciario en dicha región de separación.

5 En la etapa de lavado en el procedimiento según la presente invención, la temperatura de lavado es de 35 a 80°C, preferentemente de 40 a 70°C. Cuando la temperatura es inferior a 35°C, el tiempo antes de alcanzar un equilibrio de separación puede prolongarse, o una cantidad notable de las sales inorgánicas permanece en la capa orgánica incluso en una fase del equilibrio, o no se produce separación dependiendo de un tipo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su concentración en el líquido. Un punto de ebullición de la composición azeotrópica de agua/butanol es de aproximadamente 80°C a presión atmosférica y, a una temperatura superior a 80°C, se produce la ebullición y, como resultado, se hace necesario llevar a cabo la separación a mayor presión. Esto es desfavorable, dado que se requiere un aparato específico.

15 Como queda claro a partir de la proporción entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y el disolvente mixto de agua y butanol terciario, según la etapa de lavado según la presente invención, es posible reducir las impurezas de la sal inorgánica a un grado deseado también con respecto a un N-acilaminoácido ácido de cadena larga que contiene impurezas tales como sales inorgánicas, que se produce según procedimiento diferente a según la presente invención.

20 En cuanto a una etapa de eliminación por destilación del disolvente en el procedimiento según la presente invención, al eliminar el disolvente orgánico hidrófilo de la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, una parte del grupo carboxilo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga se neutraliza antes de la eliminación por destilación del disolvente (eliminación por destilación del disolvente con neutralización) o no (eliminación por destilación del disolvente sin neutralización).

25 En primer lugar, se proporciona una ilustración de la etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización. Según el procedimiento, el disolvente orgánico hidrófilo se elimina por destilación en presencia de una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

30 Una sal alcalina del mismo no está particularmente limitada. Ejemplos de la misma son sales de metales alcalinos tales como sodio, potasio y litio, sales de metales alcalinotérreos tales como calcio y magnesio, sales de aluminio, sales de zinc, sales de amonio, sales de aminas orgánicas tales como monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina y triisopropanolamina, y sales de aminoácidos básicos tales como arginina y lisina.

35 Para convertir el N-acilaminoácido ácido de cadena larga en sus sales de amina orgánicas y sus sales de metales alcalinos, por ejemplo, solamente se necesita añadir un álcali o su solución acuosa. En la conversión en una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, se recomienda añadir el álcali para convertir no menos de 1/20 del contenido de grupo carboxilo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga en su sal alcalina. Cuando la proporción de la sal alcalina es inferior a 1/20 del contenido de grupo carboxilo, el efecto de adición del álcali es ligero y, como resultado, la fluidez del líquido mixto no puede mejorar. Es preferente hacer a la proporción de la sal alcalina, como mínimo, 1/10 o más del contenido de grupo carboxilo. Es más preferente hacer a la proporción de la sal alcalina, como mínimo, 1/3 o más del contenido de grupo carboxilo.

45 En la etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización según la presente invención, una temperatura del líquido mixto en el momento de la destilación está controlada para que no supere los 90°C. Cuando ésta supera los 90°C, hay una reacción de hidrólisis térmica acelerada del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal, y el producto resultante tiene una calidad inferior. Preferentemente, la temperatura está controlada para que no supere los 80°C. Más preferentemente, ésta está controlada para que no supere los 70°C. En vista del control de la temperatura del líquido en dicho estado, con respecto a la presión de destilación, se recomienda utilizar presión reducida mientras ésta se mantiene en un grado fijo.

50 En dichas condiciones, la eliminación por destilación del disolvente orgánico hidrófilo puede conseguirse mientras se impide sustancialmente que se produzca el ácido libre.

55 En este caso, una curva de presión-punto de ebullición en el sistema de N-acilaminoácido ácido de cadena larga/disolvente orgánico hidrófilo concuerda con una curva de presión-punto de ebullición en el sistema de disolvente orgánico hidrófilo/agua. El N-acilaminoácido ácido de cadena larga no está afectado completamente en la curva de presión-punto de ebullición y, por lo tanto, cuando se determina una temperatura del líquido mixto, una presión de funcionamiento puede determinarse a partir de la curva de presión-punto de ebullición en el sistema de disolvente orgánico hidrófilo/agua.

60 En el procedimiento según la presente invención, también se pierde agua con el disolvente orgánico hidrófilo durante la eliminación por destilación y, por lo tanto, como puede ser el caso, se requiere un medio para impedir que el N-acilaminoácido ácido de cadena larga se condense extraordinariamente. Dicho medio, por ejemplo, puede ser suministrar agua de forma intermitente o de forma continua a la solución durante la eliminación por destilación, en el que el agua incluye agua fría, agua caliente y vapor. En el caso en el que el procedimiento según la presente invención se lleva a cabo en un recipiente de agitación, dicho medio de soplar vapor es eficaz desde un punto de

65

vista de suministro de calor, dado que el vapor hace una buena utilización del calor latente.

Uno de los factores importantes en la eliminación por destilación del disolvente con neutralización según la presente invención es mantener una concentración de sólidos en el líquido del 5 al 50% en peso durante la destilación según el medio mencionado anteriormente. Cuando la concentración de sólidos es superior al 50% en peso, existe la posibilidad de alta viscosidad del líquido o solidificación. Cuando la concentración de sólidos es inferior al 5% en peso, la concentración del disolvente orgánico hidrófilo se rebaja para disminuir una eficacia de destilación. Además, una concentración adicional se requiere desfavorablemente en el caso en el que el producto final requiere una concentración de sólidos superior a esa. Es preferente mantener la concentración de sólidos del 20 al 40% en peso. Es más preferente mantener la concentración de sólidos del 25 al 35% en peso.

En segundo lugar, se proporciona una ilustración de la etapa de eliminación por destilación del disolvente sin neutralización. Según el procedimiento, el disolvente orgánico hidrófilo se elimina por destilación sin neutralización del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

En la etapa de eliminación por destilación del disolvente sin neutralización según la presente invención, es importante mantener una proporción en peso entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y agua en un intervalo de 35/65 a 65/35, siempre que el contenido de butanol terciario en la solución no supere el 5% en peso, y mantener una temperatura de la solución de 75 a 100°C.

Una temperatura del líquido mixto en el momento de la destilación está controlada para que no supere los 90°C. Cuando supera los 90°C, existe una reacción de hidrólisis térmica acelerada del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal, y la calidad del producto resultante se deteriora. Preferentemente, la temperatura está controlada para que no supere los 80°C. Más preferentemente, está controlada para que no supere los 70°C. Con respecto a la presión de destilación, se recomienda llevar a cabo la destilación a un grado fijo de presión reducida, en vista del control de la temperatura del líquido.

Cuando el agua disminuye durante la destilación hasta una cantidad inferior a 65/35 en términos de la proporción en peso entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y agua, siempre que el contenido de butanol terciario en la solución no sea superior al 5% en peso, la solución se convierte fácilmente en una pasta. Sin embargo, cuando el agua aumenta hasta una cantidad mayor de 35/65 en términos de la proporción en peso entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y agua, la solución se convierte fácilmente en agar. En cualquier caso, la fluidez del líquido se pierde. Aunque la razón no está clara, dicha tendencia es notable cuando el N-acilaminoácido ácido de cadena larga que tiene un grupo acilo se obtiene del ácido graso mixto anterior, concretamente un grupo acilo que tiene una distribución de sus átomos de carbono.

En la etapa de eliminación por destilación del disolvente sin neutralización según la presente invención, también se pierde agua con el disolvente orgánico hidrófilo durante la eliminación por destilación y, por lo tanto, como puede ser el caso, se requiere un medio para mantener la proporción en peso de N-acilaminoácido ácido de cadena larga/agua en un intervalo de 35/65 a 65/35. Como medio para mantener la proporción en peso en el intervalo mencionado anteriormente, por ejemplo, está permitido suministrar agua de forma intermitente o de forma continua a la solución durante la eliminación por destilación. En el caso en el que el procedimiento según la presente invención se lleva a cabo en un recipiente de agitación, dicho medio de soplar vapor es eficaz desde un punto de vista del suministro de calor, dado que el vapor hace una buena utilización del calor latente.

Al llevar a cabo la etapa de eliminación del disolvente tal como se ha mencionado anteriormente, la eliminación por destilación del disolvente orgánico hidrófilo puede conseguirse mientras se impide sustancialmente que se produzca el ácido graso libre.

En vista de un estado líquido en el momento de la eliminación del disolvente, es preferente adoptar la etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización, dado que la eliminación por destilación del disolvente a partir del líquido neutralizado minimiza cualquier historia térmica.

Para llevar a cabo las etapas de eliminación por destilación del disolvente con neutralización y sin neutralización según la presente invención de forma más eficaz desde un punto de vista industrial, el siguiente procedimiento es eficaz.

Para llevar a cabo la presente invención para eliminar por destilación el disolvente hidrófilo del líquido mixto del disolvente mixto de agua y el disolvente orgánico hidrófilo, en el que está contenido el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, es eficaz adoptar una técnica de evaporación que utiliza un evaporador por pulverización, en el que el líquido mixto se pulveriza en un recipiente de evaporación como un flujo de fase mixta de vapor-líquido, evaporando de este modo el disolvente orgánico hidrófilo, tal como se da a conocer, por ejemplo, en el documento JP-A 5-49801.

Según esta técnica, el líquido extraído de la parte inferior del recipiente de evaporación se hace circular hasta un intercambiador de calor con ayuda de una bomba, y seguidamente el líquido se sobrecalienta hasta un grado predeterminado y se pulveriza en el recipiente de evaporación a través de una tubería provista en la parte superior

del recipiente de evaporación, evaporando de este modo el disolvente. Los elementos característicos de la manera son los siguientes.

5 1) En una parte de fase de vapor del recipiente de evaporación, están provistos uno o varios extremos de tubería de una forma casi cilíndrica hacia la superficie del líquido, extremos de tubería que están conectados a la tubería provista en la parte superior del recipiente de evaporación.

10 2) Al controlar tanto un caudal del líquido en el intercambiador de calor como un grado de exceso de calor en una salida del intercambiador de calor, el líquido sobrecalentado enviado desde el intercambiador de calor se evapora para formar el flujo de fase mixta de vapor-líquido antes de alcanzar el extremo de la tubería.

3) El exceso de calor restante en la gota pulverizada desde el extremo de la tubería se libera antes de alcanzar la fase líquida dentro del recipiente de evaporación.

15 La forma del flujo del flujo de fase mixta de vapor-líquido se clasifica como se muestra en el diagrama constitutivo de flujo del flujo de dos fases de vapor-líquido vertical en, por ejemplo, No. 5 edición revisada, páginas 272 y 273 del documento Kagaku Kogaku Binran (Manual de Ingeniería Química).

20 Cuando un líquido capaz de borbotearse se destila de la manera mencionada anteriormente, el flujo de fase mixta de vapor-líquido en el extremo de la tubería se forma en un flujo intermitente o un flujo circulante. En la práctica, la forma del flujo puede ajustarse controlando tanto una velocidad lineal del líquido en el extremo de la tubería como una diferencia de temperatura (grado de exceso de calor) entre una temperatura del líquido en la salida del sobrecalentador y una temperatura de ebullición del líquido a presión de funcionamiento en el recipiente de evaporación.

25 Además, según la manera de utilizar dicho evaporador por pulverización, es posible eliminar los productos de condensación aldólica de alto punto de ebullición a un grado de no influencia, productos de condensación que se producen cuando la etapa de reacción de acilación se lleva a cabo en el disolvente mixto de acetona/agua, y productos de condensación que quedan en los artículos que son, hasta la fecha, difíciles de eliminar.

30 Al llevar a cabo la eliminación por destilación del disolvente según la presente invención para eliminar por destilación el disolvente orgánico hidrófilo del líquido mixto de agua y el disolvente orgánico hidrófilo, en el que está contenido el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, también puede utilizarse un evaporador del tipo de película fina.

35 El evaporador del tipo de película fina puede ejemplificarse mediante un evaporador del tipo de película fina descendente, en el que se deja que un líquido fluya hacia abajo en forma de película líquida y se calienta, evaporando de este modo un disolvente, y un vapor y un líquido condensado se separan entre sí en un recipiente de evaporación, un evaporador del tipo de película fina centrífugo, en el que un líquido se extiende sobre una superficie de calentamiento con ayuda de fuerza centrífuga, formando de este modo una película fina, y un evaporador del tipo de película fina de agitación, en el que una película fina de líquido se forma sobre una superficie de calentamiento poniendo en contacto a la superficie de calentamiento con una pala de agitación.

45 En el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo obtenido según la presente invención, está permitido eliminar el disolvente orgánico hidrófilo para que no afecte al olor del producto. En la etapa de eliminación por destilación del disolvente, se hace que un contenido de butanol terciario sea de 0,1 a 750 ppm en peso, más preferentemente de 0,1 a 300 ppm en peso, mucho más preferentemente de 0,1 a 150 ppm en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido.

50 Al llevar a cabo el procedimiento según la presente invención, no se produce sustancialmente ningún ácido graso libre en la etapa de producción del N-acilaminoácido ácido de cadena larga según la presente invención, o si se produce alguno, una cantidad del mismo puede estar limitada para que sea marcadamente pequeña. Además, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido no tiene sustancialmente ningún olor y tiene un contenido muy pequeño de sales inorgánicas y, por lo tanto, es de una elevada pureza y notablemente útil para la industria.

55 En el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo obtenido según la presente invención, en una realización el contenido de las sales inorgánicas no es superior al 1% en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, y un contenido de butanol terciario es de 0,1 a 750 ppm en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

60 Cuando las sales inorgánicas superan el 1% en peso en base al peso de N-acilaminoácido ácido de cadena larga, se producen precipitación y turbidez a una baja temperatura en el caso de una solución acuosa de una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una composición cosmética preparada incorporando una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga en un detergente líquido. El contenido de las sales inorgánicas preferentemente no es superior al 0,5% en peso, más preferentemente no superior al 0,1% en peso.

65 Cuando el butanol terciario es menos de 0,1 ppm en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena

larga, el efecto de enmascarado no es suficiente. Mientras tanto, cuando es superior a esto, puede observarse el efecto de enmascarado, pero también se crea un problema a partir del olor de butanol terciario.

5 Dicho N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo puede obtenerse mediante, como mínimo, la etapa de lavado en la etapa de producción mencionada anteriormente.

10 Como otra realización de la presente invención, en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo obtenido según la presente invención, el contenido de las sales inorgánicas no es superior al 1% en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, y un contenido del ácido graso libre no es superior al 3,0% en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga. El N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo que tiene un contenido del ácido graso libre no superior al 3,0% en peso en base al peso de N-acilaminoácido ácido de cadena larga es desconocido hasta donde conocen los inventores de la presente invención. Cuando el ácido graso libre supera el 3,0% en peso en base al peso de N-acilaminoácido ácido de cadena larga, se producen precipitación y turbidez a una baja temperatura en el caso de una solución acuosa de una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una composición cosmética preparada incorporando una sal del N-acilaminoácido ácido de cadena larga en un detergente líquido. El contenido del ácido graso libre preferentemente no es superior al 2,5% en peso, más preferentemente no superior al 2,0% en peso. Dicho N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo puede obtenerse mediante, como mínimo, la etapa de reacción de acilación, la etapa de lavado y la etapa de eliminación por destilación del disolvente en la etapa de producción mencionada anteriormente.

20 Como una realización adicional de la presente invención, en el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo obtenido según la presente invención, el contenido de las sales inorgánicas no es superior al 1% en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, el contenido de butanol terciario es de 0,1 a 750 ppm en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga, y el contenido del ácido graso libre no es superior al 3,0% en peso en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga. Dicho N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo pueden obtenerse mediante, como mínimo, la etapa de reacción de acilación, la etapa de lavado y la etapa de eliminación por destilación del disolvente en la etapa de producción mencionada anteriormente.

30 El N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido según la presente invención mencionado anteriormente, en el que un contenido de impurezas tales como sustancias odoríferas originadas a partir del disolvente orgánico hidrófilo, las sales inorgánicas y el ácido graso libre está limitado a un grado fijo o menos, puede mostrar un rendimiento notablemente superior en comparación con un aminoácido convencional.

35 Con respecto a las utilizaciones habituales del N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenido según la presente invención, por ejemplo, existen materiales enumerados para detergente industrial y agente de tratamiento, materiales para detergente doméstico (ropas, para la cocina y la casa) y materiales para productos cosméticos. Puede decirse que las utilizaciones como materiales para productos cosméticos son particularmente eficaces, dado que dichas utilizaciones sacan el máximo partido a la propiedad de baja irritación, que es un elemento característico del N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal.

40 Los productos cosméticos son generalmente cuasi-fármacos y cosméticos descritos en la Ley de Asuntos Farmacéuticos ("Pharmaceutical Affairs Law"). Son ejemplos específicos de los cuasi-fármacos troscos refrigerantes, desodorantes para la axila, polvos para bebés, tónicos capilares, agentes depilatorios, tintes para el pelo, productos para hacerse la permanente, productos para el baño, cosméticos medicados y pastas de dientes o polvos medicados. Son ejemplos específicos de los cosméticos, cosméticos de limpieza tales como jabón para el baño, limpieza de cara (crema; forma de pasta, líquida; forma de gel, gránulo; forma de polvo, aerosol), champú y producto para el aclarado del cabello, cosméticos capilares tales como tinte para el pelo, agente de tratamiento capilar (forma de crema, forma de bruma, forma de aceite, forma de gel y otras formas, y agentes para el recubrimiento de puntas abiertas del cabello), agente de fijación capilar (aceite capilar, loción fijadora, loción rizadora, pomada, pomada, en barra, aceite de bintuke (tirabuzones), spray capilar, bruma capilar, líquido capilar, espuma capilar, gel capilar, brillantina acuosa), cosméticos de base tales como crema general, loción lechosa (crema limpiadora, crema fría, crema desvanecedora, cremas de manos), crema para el afeitado del bigote (crema para después del afeitado, crema para el afeitado), agua de colonia (loción de manos, loción general), *Eau de Cologne*, loción para el afeitado del bigote (loción para después del afeitado, loción para el afeitado), aceite y mochila cosmética, cosméticos de maquillaje tales como polvo de baño (polvo de crema, polvo sólido, polvo para la cara, polvos de talco, polvo de pasta, polvo para el bebé, polvo para el cuerpo y maquillaje líquido para la cara), polvo, base (forma de crema, forma líquida y sólida), barra de labios, lápiz para las cejas, crema de ojos y máscara de sombra de ojos, perfumería tal como perfume general, perfume en pasta y perfume en polvo, cosméticos para las quemaduras solares o de filtro solar tales como cremas para las quemaduras solares o de filtro solar, loción para las quemaduras solares o de filtro solar y aceite para las quemaduras solares o de filtro solar, cosméticos para las uñas tales como crema de uñas, esmalte y renovador de esmalte, cosméticos de perfilado de ojos, cosméticos para los labios tales como barra de labios y crema para los labios, cosméticos bucales tales como pasta de dientes o polvo, y cosméticos para el baño tales como sal de baño y aceite de baño. Especialmente, el producto de la presente invención se utiliza ampliamente para los cosméticos de limpieza, cosméticos capilares y cosméticos de base

mencionados anteriormente y, en particular, se utiliza de la forma más adecuada en los cosméticos de limpieza.

Además, el producto del procedimiento de la presente invención puede utilizarse en combinación con diversos tipos de materiales utilizados habitualmente en artículos cosméticos. Son ejemplos específicos de los mismos agentes surfactantes aniónicos tales como sal de ácido graso (jabón), sulfato de alquilo (AS), sulfato de éter polioxietilentalquílico (AES), sulfonato de  $\alpha$ -olefina (AOS), sulfonato de alquilbenceno, sulfonato de alquilnaftaleno, sulfonato de alquilo (SAS), sulfosuccinato de dialquilo, sal de ácido graso  $\alpha$ -sulfonado, N-acilaminato, sal de N-acil-N-metiltaurina, ácido graso sulfatado, sulfato de éter fenílico modificado con polioxietilenestireno, fosfato de alquilo, fosfato de éter polioxietilentalquílico, fosfato de éter polioxietilentalquilfenílico y condensado de formalina de naftalensulfonato, agentes surfactantes anfóteros tales como alquilbetaina, alquilamidobetaina, alquilsulfobetaina e imidazoliniobetaina, agentes surfactantes no iónicos tales como alquilolamida de ácido graso, óxido de alquilamina, éter polioxietilentalquílico (AE), éter polioxietilentalquilfenílico, éter polioxietileno poliestirilfenílico, polioxietileno polioxipropilenglicol, éter polioxietileno polioxipropilentalquílico, éster parcial de ácido graso de alcohol polihídrico, éster parcial de ácido graso de alcohol polioxietileno polihídrico, éster de ácido graso de polioxietileno, éster de ácido graso de poliglicerol, aceite de ricino endurecido con polioxietileno, polioxietilentalquilamina y éster parcial de ácido graso de trietanolamina, agentes surfactantes catiónicos tales como sal de amina alifática primaria a terciaria, sal de amonio de cloruro de alquilo, sal de tetraalquilamonio, sal de trialquilbencilamonio, sal de alquilpiridinio, sal de alquilhidroxietilimidazolinio y sal de dialquilmorfolinio, agentes surfactantes de alto peso molecular tales como alginato sódico, derivado de almidón y goma tragacanto, agentes surfactantes naturales tales como lecitina, lanolina, colesterol y saponina, grasas y aceites tales como aceite de aguacate, aceite de almendra, aceite de oliva, aceite de cacao, aceite de sésamo, aceite de cártamo, aceite de soja, aceite de camelia, aceite pérsico, aceite de ricino, aceite de visón, aceite de semilla de algodón, sebo del Japón, aceite de coco, aceite de yema de huevo, aceite de palma, aceite de nuez de palma y triglicérido sintético, hidrocarburos tales como parafina líquida, vaselina, ceresina, cera microcristalina e isoparafina, cera tal como cera de abeja, cera de ballena, lanolina hidratada, cera de carnauba, cera de candelilla y su derivado, ácidos grasos superiores tales como ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleico, ácido behénico, ácido undecilénico, ácido graso de lanolina, ácido graso de lanolina dura y ácido graso de lanolina blanda, alcoholes superiores tales como alcohol laurílico, cetanol, alcohol cetosteárico, alcohol estearílico, alcohol oleílico, alcohol behénico, alcohol lanolínico, alcohol lanolínico hidrogenado, hexildecanol y octildodecanol, aceites de éster tales como miristato de isopropilo y estearato de butilo, aceites volátiles y no volátiles tales como jabón metálico y siliconas que incluyen aceite de silicona lineal y aceite de silicona modificada, humectantes tales como polioles que incluyen glicerol, 1,3-butanodiol, propanodiol y polietilenglicol, trimetilglicina, sorbitol, carbonatos, lactatos e hialuronatos de pirrolidona, polímeros solubles en agua y solubles en aceite tales como hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa, éter de cloruro de hidroxipropiltrimetilamonio de hidroxietilcelulosa, metilcelulosa, etilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, metilhidroxipropilcelulosa, almidón soluble, carboximetilalmidón, metilalmidón, aluminato de propilenglicol, alcohol polivinílico, polivinilpirrolidona, éter polivinilmetílico, polímero de carboxivinilo, poliacrilato, goma guar, goma de algarrobo, semilla de membrillo, carragenano, galactano, goma arábica, pectina, manano, almidón, goma xantana, dextrano, succinoglucano, goma curdlan, ácido hialurónico, gelatina, caseína, albúmina, colágeno, copolímero de metoxietileno y anhídrido maleico, copolímero de metacrilato anfótero, metilpiperidinio de cloruro de polidimetilo, copolímero de poliacrilato, acetato de polivinilo, nitrocelulosa y resina de silicona, espesantes y espumantes tales como éster de ácido graso de polietilenglicol, éster de ácido graso de polioxietileno metilglicóxido y sulfonato de tetradeceno, agentes secuestradores tales como ácido etilendiaminotetraacético y su sal, ácido hidroxietilendiaminotetraacético y su sal, ácido fosfórico, ácido ascórbico, ácido succínico, ácido glucónico, polifosfato y metafosfato, antisépticos tales como paraoxibenzoato, ácido benzoico y su sal y fenoxietanol, agentes tamponantes tales como ácido cítrico, ácido málico, ácido adípico, ácido glutámico y ácido aspártico, eliminadores de caspa y picores tales como triclorocarbanida, ácido salicílico, piritionato de zinc e isopropilmetilfenol, absorbedores de rayos ultravioleta tales como derivado de benzofenona, derivado de ácido p-aminobenzoico, derivado de ácido p-aminocinámico y derivado de ácido salicílico, agentes blanqueantes tales como arbutina, ácido kójico, ácido ascórbico y derivados de los mismos, agentes que facilitan la circulación sanguínea tales como extracto de chirata japonesa, cefarantina, vitamina E y su derivado y  $\gamma$ -orizanól, estímulos locales tales como tintura de chiles japoneses, tintura de jengibre, tintura de cantáridas y nicotinato de bencilo, agentes eutróficos tales como diversas vitaminas y aminoácidos, fármacos de hormona femenina, activadores del bulbo capilar, agentes anti-inflamatorios tales como ácido glicirretínico, derivados de ácido glicirretínico, alantoína, azuleno, ácido aminocaproico e hidrocortisona, astringentes tales como óxido de zinc, sulfato de zinc, alantoína hidroxialuminio, cloruro de aluminio, sulfofenóxido de zinc y ácido tánico, agentes refrigerantes tales como mentol y alcanfor, antihistaminas, sustancias de silicona tales como silicona macromolecular y silicona cíclica, tocoferoles, antioxidantes tales como BHA, BHT, ácido gálico y NDGA, y agua purificada.

Particularmente, la utilización en combinación con dietanolamida de ácido graso, metilglucóxido de ácido polioxietilendioleico, polietilenglicol de ácido diesteárico, sulfonato de tetradeceno, miristatos y miristildimetilamina es útil desde un punto de vista del aumento de la viscosidad y del poder de formación de espuma, y la utilización en combinación con cada agente surfactante anfótero es notablemente útil desde un punto de vista de la reducción adicional de la propiedad irritante.

La presente invención se ilustra con más detalle en referencia a ejemplos y otros, pero la presente invención no está limitada en absoluto a estos.

Los medios de análisis y similares utilizados en los ejemplos de la presente invención y otros son los siguientes.

5 (a) Determinación de sal inorgánica

Los iones respectivos se midieron utilizando un aparato de análisis de emisión de plasma acoplado inductivamente, IRIS/AP (fabricado por Thermo Jarrell Ash), siempre que un ión de cloro se midiera por cromatografía iónica en condiciones de una columna de DIONEX AS4SC, una precolumna de AG4ASC, un supresor de AMMS, un eluyente de una solución mixta de 3 mmol/l de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y 1 mmol/l de NaHCO<sub>3</sub>, y un regenerante de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 N.

10 En los ejemplos, el contenido de las sales inorgánicas se expresa en términos de un valor numérico en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

15 (b) Determinación de N-acilaminoácido ácido de cadena larga y ácido graso libre

Esto se determinó según cromatografía de líquidos de alta velocidad (HPLC) utilizando una columna ODS, un eluyente de metanol/agua/ácido fosfórico, un detector ultravioleta y un detector refractométrico diferencial.

20 En los ejemplos, todos los contenidos de ácido graso libre se expresaron en términos de % en peso en base al peso de N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

(c) Determinación del contenido de sólidos

25 El contenido de sólidos se midió según la pérdida de peso con el secado a 105°C durante 3 horas. El contenido de sólidos se define de la siguiente manera.

Contenido de sólidos (% en peso) = peso después del secado/peso antes del secado x 100

30 (d) Determinación de butanol terciario

35 El butanol terciario se determinó utilizando un cromatógrafo de gases (GC-14A, fabricado por Shimadzu Corporation), un detector de ionización de llama de hidrógeno, y una columna de vidrio con un diámetro interno de 3 mm, que se rellenó con una fase líquida de PEG20M al 20% y un portador de malla 60 a 80 ChromosorbW AW-DMCS, de tal manera que a una temperatura de inyección de 200°C, una temperatura de la columna se mantuvo a 120°C durante de 0 a 10 minutos, y seguidamente se elevó a 200°C a 30°C/minuto y se mantuvo a 200°C durante 15 minutos.

El contenido de butanol terciario en los ejemplos está en base al peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.

40 (e) Prueba de olor organoléptica

45 Una evaluación de un olor fue llevada a cabo por 4 hombres y 1 mujer, que estaban todos sanos, con respecto a una solución acuosa de una sal de un N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una composición de champú preparada utilizando dicha solución acuosa de una sal de un N-acilaminoácido ácido de cadena larga. En la evaluación, el líquido a probar se colocó en un tubo con rosca de vidrio (35 mm de diámetro x 78 mm de altura) y la temperatura del mismo se mantuvo a temperatura ambiente y 80°C, respectivamente. En los resultados de evaluación de los ejemplos, el caso en el que nadie notó ningún olor tal como un olor a ácido graso o el de butanol terciario se marca con O, el caso en el que solamente una persona de las cinco notó dicho olor se marca con X.

50 (f) Evaluación de estabilidad a baja temperatura

Una solución acuosa de una sal de trietanolamina que tiene un contenido de sólidos del 30% en peso en una cantidad de 10 ml se dejó enfriar a una temperatura superior a -18°C, y se observó la temperatura de turbidez o precipitación blanca (punto de solidificación).

55 El caso en el que no se observó turbidez ni precipitación ni siquiera cuando la temperatura del líquido alcanzaba -10°C se marca con O, y el caso en el que se observó turbidez o precipitación cuando la temperatura del líquido alcanzaba -10°C o superior se marca con X.

60 El resultado de esta prueba es altamente correlativo con una estabilidad a baja temperatura de una composición cosmética preparada incorporando el material en un detergente líquido, o similar.

(g) Evaluación de estabilidad a baja temperatura de una composición de champú

65 Se preparó una composición de champú según las composiciones de mezcla mostradas en la Tabla 2, y se mantuvo a 5°C. Se observó la aparición de turbidez pasado 1 día, 1 semana, 1 mes, 3 meses y 6 meses, respectivamente.

La presente invención se ilustra en detalle en los ejemplos pero no está limitada por los ejemplos.

(h) Determinación del contenido de grupo carboxilo

5 Aproximadamente 0,3 g de una muestra se pesaron de forma precisa y se disolvieron en etanol/agua, y se les añadió un indicador de fenoltaleína, seguido por valoración con una solución de hidróxido potásico etanólico.

10 Ejemplos de referencia 1 a 7

La región de separación en el sistema mixto de N-acilaminoácido ácido de cadena larga/butanol terciario/agua, que es el principio de purificación del N-acilaminoácido ácido de cadena larga en la etapa de lavado de la presente invención, se midió modificando la proporción de mezclado de los componentes mencionados anteriormente como se muestran en la Tabla 1. Se muestran los datos de las respectivas composiciones relacionadas con una capa orgánica y una capa acuosa separadas del sistema de ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua. La temperatura era de 40°C.

15 Ejemplos de referencia 8 y 9

20 Los datos de la Tabla 1 se tomaron de manera similar a la de los ejemplos de referencia 1 a 7, como un ejemplo para mostrar una región de separación en el sistema mixto de N-acilaminoácido ácido de cadena larga/butanol terciario/agua en la etapa de lavado. Se muestran datos de composiciones respectivas relacionadas con una capa orgánica y una capa acuosa separadas del sistema de ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua. La temperatura era de 65°C.

25 Ejemplo 1

Etapa de acilación

30 A una solución mixta de 1.444 g (7,72 moles) de L-glutamato monosódico monohidrato, se le añadieron 3.070 g de agua pura y 1.235 g de solución acuosa al 25% en peso de hidróxido sódico (hidróxido sódico 7,72 moles), 1.647 ml de solución acuosa al 88% en volumen de butanol terciario, y se añadieron gota a gota 1.760 g (7,56 moles, contenido de ácido graso libre 2% en peso) de cloruro de cocoilo con una potencia de agitación de 0,5 kW/m<sup>3</sup> durante 2,5 horas, mientras se enfriaba la solución resultante y ajustando a pH 12 con la utilización del 25% en peso de hidróxido sódico.

35 Etapa de separación por precipitación con ácido

40 La agitación se continuó adicionalmente durante 30 minutos, y seguidamente el pH del líquido se ajustó a 2 añadiendo gota a gota ácido sulfúrico al 75%, y la temperatura se mantuvo a 65°C. Una vez completada la adición gota a gota, se interrumpió la agitación, y se dejó reposar al líquido a 65°C durante 20 minutos, separándolo de este modo en una capa orgánica y una capa acuosa. Se obtuvo la capa orgánica. Una composición de la capa orgánica obtenida se muestra en la Tabla 2.

45 Etapa de lavado

Lavado de una vez

50 A la capa orgánica separada, se le añadieron butanol terciario y agua para obtener un líquido mixto de ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua en una proporción de 33/25/42 (% en peso, respectivamente), y el líquido mixto se agitó a 65°C durante 20 minutos. Una vez finalizada la agitación, se dejó reposar al líquido mixto a 65°C durante 20 minutos, separándolo de este modo en una capa orgánica y una capa acuosa. Una composición de la capa orgánica obtenida de éste y un contenido de la sal inorgánica restante se muestran en la Tabla 2.

55 Etapa de eliminación por destilación del disolvente

Se añadió trietanolamina a la capa orgánica separada y obtenida para convertir el 50% del grupo carboxilo del ácido N-cocoil-L-glutámico en la capa orgánica en su sal, y se le añadió agua purificada para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso. El líquido resultante se mezcló con agitación.

60 Seguidamente, utilizando un recipiente de vidrio de 10 l, se realizó destilación al vacío a una presión de 327 mm de Hg, mientras se añadía agua purificada para mantener un contenido de sólidos al 30% en peso. 12 horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 78°C, y a continuación se interrumpió la destilación, obteniendo de este modo una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanolamina. Se descubrió que la solución acuosa tenía un contenido de sólidos del 30% en peso, un rendimiento de ácido N-cocoil-L-glutámico del 96,5% (en términos de ácido), una concentración de butanol terciario de 60 ppm en peso y un contenido de ácido

libre del 2,3% en peso.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### 5 Ejemplo 2

Se repitió el ejemplo 1, excepto en que la temperatura y el tiempo de reposo en la etapa de precipitación con ácido se cambiaron a 50°C y 25 minutos, respectivamente, y la temperatura y el tiempo de reposo en la etapa de lavado se cambiaron a 50°C y 30 minutos, respectivamente. Después de la separación, se obtuvo una capa orgánica mediante una separación adicional.

Además, después de añadir hidróxido potásico a la capa orgánica obtenida mediante una separación adicional para convertir el 75% del grupo carboxilo del ácido N-cocoil-L-glutámico en la capa orgánica en su sal, y añadirle además agua pura para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso, el líquido resultante se mezcló mediante agitación. Seguidamente, la etapa de eliminación por destilación del disolvente se realizó en las condiciones mostradas en la Tabla 2.

Doce horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 52°C, y a continuación se interrumpió la destilación para obtener una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato potásico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 3

El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de lavado para obtener una capa orgánica. A la capa orgánica separada, se le añadieron butanol terciario y agua para obtener un líquido mixto de ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua en una proporción de 29/18/53 (% en peso, respectivamente), y el líquido mixto se agitó a 65°C durante 20 minutos. Una vez finalizada la agitación, se dejó reposar al líquido mixto a 65°C durante 20 minutos, separándolo de este modo en una capa orgánica y una capa acuosa. Después de dicha separación, la capa orgánica se obtuvo mediante una separación adicional.

Después de añadir una solución acuosa al 25% de hidróxido sódico a la capa orgánica obtenida mediante una separación adicional para convertir el 75% del grupo carboxilo del ácido N-cocoil-L-glutámico en la capa orgánica en su sal, y añadirle además agua pura para preparar un contenido de sólidos del 25% en peso, el líquido resultante se mezcló con agitación. Seguidamente, la etapa de eliminación por destilación del disolvente se realizó en condiciones tales como se muestran en la Tabla 2.

Doce horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 68°C, y a continuación se interrumpió la destilación para obtener una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato sódico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 4

El ejemplo 3 se repitió hasta el lavado, excepto en que la etapa de lavado se realizó dos veces, obteniendo de este modo una capa orgánica. A la capa orgánica separada, se le añadieron butanol terciario y agua para obtener un líquido mixto de ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua en una proporción de 19/27/54 (% en peso, respectivamente), y el líquido mixto se agitó a 65°C durante 20 minutos. Una vez finalizada la agitación, se dejó reposar al líquido mixto a 65°C durante 20 minutos, separándolo de este modo en una capa orgánica y una capa acuosa. Después de dicha separación, la capa orgánica se obtuvo mediante una separación adicional.

A la capa orgánica obtenida mediante una separación adicional, se le añadió trietanolamina para convertir el 50% del grupo carboxilo del ácido N-cocoil-L-glutámico en la capa orgánica en su sal, y se le añadió agua pura adicional para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso. El líquido resultante se mezcló con agitación.

Seguidamente, utilizando un evaporador por pulverización, se realizó la etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización.

Un aparato de evaporación por pulverización se muestra en la figura 2. El aparato se compone de (1) un recipiente cilíndrico de evaporación (diámetro interno 300 mm, altura 700 mm), (2) bomba de circulación de líquido, (3) intercambiador de calor, (4) boquilla (diámetro interno de un extremo de tubería 4 mm) para pulverizar un flujo de fase mixta de vapor-líquido calentado en el recipiente cilíndrico de evaporación, (5) condensador para condensar el gas evaporado, y (6) depósito de líquido destilado. En la figura 2, TI y FI significan un indicador de temperatura y un indicador de flujo, respectivamente.

El funcionamiento del aparato se explica en general. El líquido se hace circular desde la parte inferior del evaporador

con la bomba, y es enviado al intercambiador de calor. El líquido que sale del intercambiador de calor se sobrecalienta y, al llegar cerca del extremo de la boquilla, se evapora gradualmente para formar una fase mixta de vapor-líquido. Se observa que la destilación puede llevarse a cabo en un estado sin borboteo incluso cuando se utiliza un líquido capaz de borbotear, cuando un caudal del líquido que se hizo circular (una velocidad lineal en el extremo de la boquilla) y un grado de exceso de calor (diferencia entre una temperatura del líquido que entra en el intercambiador de calor y la del líquido que sale del intercambiador de calor) están controlados para crear un flujo intermitente como la forma de flujo en este momento.

En el presente ejemplo, se realizó destilación al vacío en condiciones de presión de  $217 \times 10^2$  Pa (163 mm de Hg), una velocidad lineal del líquido en el extremo de la boquilla de aproximadamente 1,5 m/segundo, y un exceso de calor del líquido de aproximadamente 20°C, mientras se añadía agua pura para mantener un contenido de sólidos del 30% en peso en el momento de la destilación. 3,5 horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 62°C, y a continuación se interrumpió la destilación para obtener una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanolamina.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 5

El ejemplo 3 se repitió hasta la etapa de lavado, excepto en que la etapa de lavado se realizó dos veces. A la capa orgánica obtenida mediante una separación adicional, se le añadió hidróxido potásico para convertir el 75% del grupo carboxilo del ácido N-cocoil-L-glutámico en la capa orgánica en su sal, y se le añadió agua pura para preparar un contenido de sólidos del 28% en peso. El líquido resultante se mezcló con agitación. Seguidamente, la etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización se llevó a cabo de la siguiente manera. Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que las condiciones de presión se cambiaron a  $111 \times 10^2$  Pa (83 mm de Hg). 3,5 horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 46°C, y a continuación se interrumpió la destilación para obtener una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato potásico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 6

El ejemplo 3 se repitió hasta la etapa de lavado, excepto en que la etapa de lavado se realizó dos veces. A la capa orgánica obtenida mediante una separación adicional, se le añadió una solución acuosa al 25% de hidróxido sódico para convertir el 75% del grupo carboxilo del ácido N-cocoil-L-glutámico en la capa orgánica en su sal, y se le añadió agua pura adicional para preparar un contenido de sólidos del 25% en peso. El líquido resultante se mezcló con agitación. Seguidamente, la etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización se llevó a cabo de la siguiente manera.

Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que las condiciones de presión se cambiaron a  $339 \times 10^2$  Pa (254 mm de Hg). 3,5 horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 72°C, y a continuación se interrumpió la destilación para obtener una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato sódico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 7

El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de lavado, excepto en que el cloruro de cocoilo se sustituyó por cloruro de lauroilo. A la capa orgánica obtenida mediante una separación adicional, se le añadió trietanolamina para convertir el 50% del grupo carboxilo del ácido N-lauroil-L-glutámico en la capa orgánica en su sal, y se le añadió agua pura para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso. El líquido resultante se mezcló con agitación. Seguidamente, la etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización se llevó a cabo de la siguiente manera.

Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que las condiciones de presión se cambiaron a  $199 \times 10^2$  Pa (149 mm de Hg). Cuatro horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 60°C, y a continuación se interrumpió la destilación para obtener una solución acuosa de N-lauroil-L-glutamato de trietanolamina.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 8

El ejemplo 3 se repitió hasta la etapa de lavado, excepto en que la etapa de lavado se realizó dos veces, y seguidamente la etapa de eliminación por destilación del disolvente se realizó de la siguiente manera.

Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que el diámetro interno del extremo de la tubería en la boquilla de pulverización del aparato de evaporación por pulverización se cambió a 10 mm, y las condiciones de presión se cambiaron a  $360 \times 10^2$  Pa (270 mm de Hg).

5 Dos horas después del inicio de la destilación, se muestreó el líquido, y se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 55/45 y el 4,2% en peso (concentración en el líquido), respectivamente, y en ese momento, la temperatura del líquido era de 68°C. Además, cuatro horas después del inicio de la destilación, se descubrió que una proporción en peso entre  
10 ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 53/47 y 5 ppm en peso (concentración en el líquido), respectivamente y en ese momento, la temperatura del líquido alcanzó los 73°C. A continuación, la destilación se interrumpió para obtener un líquido mixto que contenía el 53% en peso de ácido N-cocoil-L-glutámico. El líquido mixto se secó para obtener un sólido blanco de ácido N-cocoil-L-glutámico.

15 Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 9

20 El ejemplo 3 se repitió hasta la etapa de lavado, y seguidamente la etapa de eliminación por destilación del disolvente se realizó de la siguiente manera.

Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que el diámetro interno del extremo de la tubería en la boquilla de pulverización del aparato de evaporación por pulverización se cambió a 10 mm, y las condiciones de presión se cambiaron a  $475 \times 10^2$  Pa (356 mm de Hg). Dos horas después del  
25 inicio de la destilación, se muestreó el líquido, y se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 40/60 y el 2,0% en peso (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido era de 75°C. Cuatro horas después del inicio de la destilación, se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 41/59 y 6 ppm en peso (concentración en el  
30 líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido alcanzó los 80°C. A continuación, la destilación se interrumpió para obtener un líquido mixto que contenía el 41% en peso de ácido N-cocoil-L-glutámico. El líquido mixto se secó para obtener un sólido blanco de ácido N-cocoil-L-glutámico.

35 Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 10

40 El ejemplo 3 se repitió hasta la etapa de lavado, y seguidamente la etapa de eliminación por destilación del disolvente se realizó de la siguiente manera.

Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que el diámetro interno del extremo de la tubería en la boquilla de pulverización del aparato de evaporación por pulverización se cambió a 10 mm, y las condiciones de presión se cambiaron a  $579 \times 10^2$  Pa (434 mm de Hg). Dos horas después del  
45 inicio de la destilación, se muestreó el líquido, y se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 60/40 y el 2,5% en peso (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido era de 81°C. 4 horas después del inicio de la destilación, se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 62/38 y 6 ppm en peso (concentración en el  
50 líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido alcanzó los 87°C. A continuación, la destilación se interrumpió para obtener un líquido mixto que contenía el 62% en peso de ácido N-cocoil-L-glutámico. El líquido mixto se secó para obtener un sólido blanco de ácido N-cocoil-L-glutámico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 11

55 El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de lavado, excepto en que el cloruro de cocoilo en la etapa de reacción de acilación se cambió a cloruro de lauroilo, y la temperatura en la etapa de lavado se cambió a 50°C. Seguidamente, la etapa de eliminación por destilación del disolvente se realizó de la siguiente manera.

60 Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que el diámetro interno del extremo de la tubería en la boquilla de pulverización del aparato de evaporación por pulverización se cambió a 10 mm, y las condiciones de presión se cambiaron a  $312 \times 10^2$  Pa (234 mm de Hg). Dos horas después del inicio de la destilación, se muestreó el líquido, y se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-lauroil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 51/49 y el 3,5% en peso  
65 (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido era de 64°C. Cuatro

horas después del inicio de la destilación, se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-lauroil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 50/50 y 5 ppm en peso (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido alcanzó los 70°C. A continuación, la destilación se interrumpió para obtener un líquido mixto que contenía el 50% en peso de ácido N-lauroil-L-glutámico. El líquido mixto se secó para obtener un sólido blanco de ácido N-lauroil-L-glutámico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 12

El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de lavado, excepto en que L-glutamato sódico monohidrato y su cantidad en la etapa de reacción de acilación se cambiaron a ácido L-aspártico y 1028 g (7,72 moles), y las temperaturas en la etapa de separación por precipitación con ácido y la etapa de lavado se cambiaron a 50°C, respectivamente. Seguidamente la etapa de eliminación por destilación del disolvente se realizó de la siguiente manera.

Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que el diámetro interno del extremo de la tubería en la boquilla de pulverización del aparato de evaporación por pulverización se cambió a 10 mm, y las condiciones de presión se cambiaron a  $360 \times 10^2$  Pa (270 mm de Hg).

La etapa de eliminación por destilación del disolvente se llevó a cabo de la siguiente manera.

Dos horas después del inicio de la destilación, se muestreó el líquido, y se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-aspártico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 54/46 y el 3,6% en peso (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido era de 69°C. Además, cuatro horas después del inicio de la destilación, se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-aspártico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 54/46 y 10 ppm en peso (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido alcanzó los 73°C. A continuación, la destilación se interrumpió para obtener un líquido mixto que contenía el 54% en peso de ácido N-cocoil-L-aspártico. El líquido mixto se secó para obtener un sólido blanco de ácido N-cocoil-L-aspártico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo 13 (comparativo)

Una etapa de reacción de acilación se llevó a cabo de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto en que el butanol terciario y la cantidad de agua pura en la etapa de reacción de acilación en el ejemplo 1 se cambiaron a acetona, y 2.405 g, respectivamente, y la acetona se utilizó en una cantidad de 2.312 ml. A la mezcla de reacción resultante, se le añadieron 20 l de agua, y se le añadió ácido sulfúrico al 75% para ajustar el líquido a pH 1. El cristal impuro de ácido N-cocoil-L-glutámico precipitado se separó por filtración y se secó. Se descubrió que el ácido N-cocoil-L-glutámico obtenido contenía cloruro sódico y sulfato sódico como sales inorgánicas en cantidades del 1,7% en peso y el 1,2% en peso, respectivamente, en base al peso de ácido N-cocoil-L-glutámico. Además, el olor que se originaba a partir de productos de condensación de acetona era fuerte. Además, el ácido N-cocoil-L-glutámico obtenido se ajustó a la misma composición de líquido mixto que en la etapa de lavado del ejemplo 1, es decir ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua = 33/25/42 (% en peso, respectivamente). El líquido resultante se agitó a 65°C durante 20 minutos, y a continuación se le dejó reposar a 65°C durante 20 minutos, separándolo de este modo en una capa orgánica y una capa acuosa.

Seguidamente, utilizando el líquido mixto resultante, la etapa de eliminación por destilación del disolvente se llevó a cabo de la siguiente manera.

Utilizando el mismo aparato que en el ejemplo 4, se repitió la operación del ejemplo 4, excepto en que el diámetro interno del extremo de la tubería en la boquilla de pulverización del aparato de evaporación por pulverización se cambió a 10 mm, y las condiciones de presión se cambiaron a  $360 \times 10^2$  Pa (270 mm de Hg). Dos horas después del inicio de la destilación, se muestreó el líquido, y se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 53/47 y el 4,1% en peso (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido era de 68°C. Cuatro horas después del inicio de la destilación, se descubrió que una proporción en peso entre ácido N-cocoil-L-glutámico y agua y una concentración de butanol terciario en el líquido eran de 53/47 y 5 ppm en peso (concentración en el líquido), respectivamente y, en ese momento, la temperatura del líquido alcanzó los 73°C. A continuación, la destilación se interrumpió para obtener un líquido mixto que contenía el 53% en peso de ácido N-cocoil-L-glutámico. El líquido mixto se secó para obtener un sólido blanco de ácido N-cocoil-L-glutámico. El cristal obtenido casi no tenía ningún olor que se originaba a partir de los productos de condensación de acetona.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

Ejemplo comparativo 1

5 El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de precipitación con ácido, excepto en que la cantidad de cloruro de cocoilo se cambió a 1.976 g (8,49 moles). A la capa orgánica obtenida, se le añadieron butanol terciario y agua para obtener un líquido mixto que tenía una composición de ácido N-cocoil-L-glutámico/butanol terciario/agua = 28/58/14 (% en peso, respectivamente). El líquido mixto se agitó a 65°C durante 20 minutos. Una vez finalizada la agitación, se dejó reposar al líquido mixto a 65°C durante 60 minutos, pero no se descubrió separación del líquido.

10 El líquido mixto se sometió a eliminación por destilación del disolvente en las mismas condiciones que las de la etapa de eliminación por destilación del disolvente del ejemplo 1. 12 horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 78°C, y a continuación se interrumpió la destilación, obteniendo de este modo una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanolamina. Se descubrió que el producto contenía el ácido graso libre y sales inorgánicas, cada uno en gran cantidad.

15 Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

Ejemplo comparativo 2

20 El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de precipitación con ácido, excepto en que butanol terciario y la cantidad de agua pura en la etapa de reacción de acilación se cambiaron a acetona y 2.405 g, respectivamente, la acetona se utilizó en una cantidad de 2.312 ml, y la temperatura en la etapa de separación por precipitación con ácido se cambió a 50°C. A la capa orgánica obtenida, se le añadieron acetona y agua para obtener un líquido mixto que tenía una composición de ácido N-cocoil-L-glutámico/acetona/agua = 33/25/42 (% en peso, respectivamente). El líquido mixto se agitó a 50°C durante 20 minutos, y seguidamente se le dejó reposar durante 60 minutos, pero no se descubrió separación del líquido.

30 El líquido mixto se sometió a eliminación por destilación del disolvente en condiciones similares a las de la etapa de eliminación por destilación del disolvente del ejemplo 1, excepto en que la presión se cambió a presión atmosférica. 15 horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 100°C, y a continuación se interrumpió la destilación, obteniendo de este modo una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanolamina que tenía un contenido de sólidos del 30% en peso. Se descubrió que el producto contenía el ácido graso libre y sales inorgánicas, cada uno en gran cantidad, y se notaba un olor originado a partir de los productos de condensación de acetona.

35 Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

Ejemplo comparativo 3

40 El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de precipitación con ácido. A la capa orgánica resultante, se le añadió una solución acuosa al 25% de hidróxido sódico para convertir el 75% del grupo carboxilo de ácido N-cocoil-L-glutámico en su sal, y se le añadió agua pura para preparar un contenido de sólidos del 25% en peso. El líquido mixto resultante se trató de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto en que la etapa de eliminación por destilación del disolvente se llevó a cabo de la siguiente manera.

45 Se realizó destilación al vacío a una presión de  $249 \times 10^2$  Pa (187 mm de Hg) sin adición de agua pura.

50 A medida que avanzaba la concentración, el líquido aumentaba su viscosidad y dio como resultado la solidificación en una forma de gel y, por lo tanto, la destilación se interrumpió. En este momento, se descubrió que una concentración de sólidos era del 55% en peso, y quedaba butanol terciario en una cantidad del 5% en peso en base al peso de ácido N-cocoil-L-glutámico.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

Ejemplo comparativo 4

55 El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de separación por precipitación con ácido. Utilizando un recipiente de vidrio de 10 l, la capa orgánica obtenida se calentó al vacío para eliminar por destilación butanol terciario y agua, durante lo cual no se añadió agua. De paso, el líquido borboteó y, por lo tanto, la destilación continuó mientras se controlaba la presión en un intervalo de  $53 \times 10^2$  Pa (40 mm de Hg) a presión atmosférica. 15 horas después del inicio de la destilación, la temperatura alcanzó los 105°C, y a continuación se interrumpió la destilación.

65 Al líquido resultante, se le añadió trietanolamina para convertir el 50% del grupo carboxilo de ácido N-cocoil-L-glutámico en su sal, y se le añadió agua pura adicional para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso. El líquido se mezcló con agitación para obtener una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanolamina. Se descubrió que un rendimiento (como ácido) de ácido N-cocoil-L-glutámico, una concentración de butanol terciario y un contenido de ácido graso libre eran del 92,3%, 80 ppm en peso y el 6,5% en peso, respectivamente.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo comparativo 5

El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de separación por precipitación con ácido, excepto en que el cloruro de cocoilo se cambió a cloruro de lauroilo. Utilizando un recipiente de vidrio de 10 l, la capa orgánica obtenida se calentó al vacío para eliminar por destilación butanol terciario y agua, durante lo cual no se añadió agua. Durante la destilación, el líquido borboteó, y por lo tanto la destilación continuó mientras se controlaba la presión en un intervalo de  $53 \times 10^2$  Pa (40 mm de Hg) a presión atmosférica. Quince horas después del inicio de la destilación, la temperatura alcanzó los 110°C, y a continuación se interrumpió la destilación.

Al líquido resultante, se le añadió trietanolamina para convertir el 50% del grupo carboxilo de ácido N-lauroil-L-glutámico en su sal, y se le añadió agua pura adicional para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso. El líquido se mezcló con agitación para obtener una solución acuosa de N-lauroil-L-glutamato de trietanolamina. Se descubrió que un rendimiento (como ácido) de ácido N-lauroil-L-glutámico, una concentración de butanol terciario y un contenido de ácido graso libre eran del 90,5%, 60 ppm en peso y el 8,3% en peso, respectivamente.

Los resultados se resumen en la Tabla 2 y la Tabla 3.

#### Ejemplo comparativo 6

El ejemplo 1 se repitió hasta la etapa de separación por precipitación con ácido, obteniéndose de este modo una capa orgánica mediante una separación adicional. El líquido mixto se sometió a eliminación por destilación del disolvente en condiciones similares a las de la etapa de eliminación por destilación del disolvente del ejemplo 1, excepto en que la presión se cambió a  $784 \times 10^2$  Pa (588 mm de Hg). Doce horas después del inicio de la destilación, la temperatura del líquido alcanzó los 93°C, y a continuación se interrumpió la destilación, obteniendo de este modo una solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanolamina que tenía un contenido de sólidos del 30% en peso.

Se descubrió que un rendimiento (como ácido) de ácido N-cocoil-L-glutámico, una concentración de butanol terciario y un contenido de ácido graso libre eran del 95,3%, 60 ppm en peso y el 3,5% en peso, respectivamente.

#### Ejemplo 14

Utilizando las soluciones acuosas de sales de N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenidas en los anteriores ejemplos y ejemplos comparativos, se llevó a cabo la prueba de olor organoléptica mencionada en el punto (e) anterior a temperatura ambiente y 80°C. A propósito, con respecto al ácido N-cocoil-L-glutámico y el ácido N-lauroil-L-glutámico obtenidos en los ejemplos 8 a 13, antes de utilizarlos, se les añadió trietanolamina para convertir el 50% del grupo carboxilo en cada sal, y se les añadió agua pura adicional para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso, obteniendo de este modo cada solución acuosa de sal de trietanolamina que tenía un contenido de sólidos del 30% en peso.

Los resultados también se muestran en la Tabla 3.

#### Ejemplo 15

Utilizando las soluciones acuosas de N-acilaminoácidos ácidos de cadena larga obtenidas en el ejemplo 1, el ejemplo 4, el ejemplo 7, el ejemplo comparativo 1, el ejemplo comparativo 2, el ejemplo comparativo 4 y el ejemplo comparativo 5, se llevó a cabo la prueba de estabilidad a baja temperatura del compuesto técnico mencionado en el punto (f) anterior. Además, utilizando las soluciones obtenidas en el ejemplo 8, el ejemplo 10, el ejemplo 11 y el ejemplo 13, se llevó a cabo la misma prueba, siempre que antes de utilizarlas, se les añadió trietanolamina para convertir el 50% del grupo carboxilo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga en el líquido en cada sal, y se les añadió agua pura adicional para preparar un contenido de sólidos del 30% en peso, obteniendo de este modo cada solución acuosa de sal de trietanolamina que tenía un contenido de sólidos del 30% en peso.

Los resultados se muestran en la Tabla 4.

#### Ejemplo 16

Utilizando el material obtenido en el ejemplo 1, el ejemplo 4, el ejemplo comparativo 2 y el ejemplo comparativo 6, se preparó cada líquido compuesto para champú que tenía una composición como se muestra en la Tabla 5, de la siguiente manera.

Se disolvió celulosa catiónica en una parte de agua purificada, mientras se calentaba. Los componentes restantes se mezclaron en una parte diferente a 80°C para uniformizarlos. Ambas partes se combinaron y se mezclaron para

uniformizarlas, y a continuación se enfriaron y se cargaron en un recipiente.

El líquido compuesto para champú obtenido de este modo se mantuvo a 5°C, y un día después, una semana después, un mes después, tres meses después y seis meses después, se observó la aparición de turbidez.

5 Como resultado, se descubrió que cada líquido compuesto para champú que contenía el producto del ejemplo 1 o el ejemplo 4 era transparente incluso seis meses después. Mientras que, en cada líquido compuesto para champú que contenía el producto del ejemplo comparativo 2 o el ejemplo comparativo 6, se observó una gran turbidez un día después, de modo que propiedades esenciales para los champúes estaban marcadamente alteradas.

10 Además, al utilizar los líquidos compuestos para champú, la prueba de olor organoléptica mencionada en el punto (e) anterior se llevó a cabo a temperatura ambiente y 80°C.

15 Como resultado, los resultados de olor relacionados con cada líquido compuesto para champú que contenía los productos del ejemplo 1, el ejemplo 4 o el ejemplo comparativo 6 mostraban ○ (no se observó ningún olor), y por otro lado, el resultado relacionado con el ejemplo comparativo 2 mostraba X (una persona de cinco nota un olor).

#### APLICABILIDAD INDUSTRIAL

20 El procedimiento según la presente invención es un procedimiento sencillo para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga, que puede ponerse en práctica con aplicabilidad industrial. Además, el N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo producido según la presente invención no tiene sustancialmente ningún olor, y cuando se incorpora en un detergente líquido o una composición cosmética, es capaz de proporcionar una composición cosmética que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga, que no causa turbidez ni precipitación ni siquiera durante largos periodos de almacenamiento particularmente a bajas temperaturas.

25

Tabla 1

Ejemplo de referencia	Líquido mixto				Capa orgánica				Capa acuosa			
	Ácido cocoilglutámico		H <sub>2</sub> O		Ácido cocoilglutámico		H <sub>2</sub> O		Ácido cocoilglutámico		H <sub>2</sub> O	
	% en peso	TBA % en peso	% en peso	TBA % en peso	% en peso	TBA % en peso	% en peso	TBA % en peso	% en peso	TBA % en peso	% en peso	TBA % en peso
1	34	26	40	32	45	32	24	0,2	14	86		
2	38	25	37	27	43	27	30	0,4	14	86		
3	38	25	37	27	43	27	30	0,4	14	86		
4	28	14	58	15	43	15	42	0,4	12	88		
5	14	35	51	39	17	39	44	0,4	19	81		
6	29	39	32	40	31	40	29	0,4	17	82		
7	10	30	60	44	21	44	35	0,4	18	81		
8	32	21	46	27	46	27	27	0,2	8	92		
9	31	28	41	31	40	31	29	0,5	7	93		

Tabla 2

Ejemplo	Etapa de acilación			Disolvente orgánico	Temperatura °C	Composición de la capa orgánica después de la precipitación con ácido		
	Aminoácido ácido	Haluro de ácido graso	Haluro de ácido graso			Acilaminoácido		Agua % en peso
						% en peso	TBA % en peso	
Ejemplo 1	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 2	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	50	50	37	13
Ejemplo 3	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 4	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 5	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 6	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 7	Ácido L-glutámico	Cloruro de lauroilo	Cloruro de lauroilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 8	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 9	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 10	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo 11	Ácido L-glutámico	Cloruro de lauroilo	Cloruro de lauroilo	TBA	50	51	39	10
Ejemplo 12	Ácido L-glutámico	Cloruro de lauroilo	Cloruro de lauroilo	TBA	50	52	37	11
Ejemplo 13	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	Acetona	Se realizaron cristalización y filtración			
Ejemplo comparativo 1	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo comparativo 2	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	Acetona	50	50	Acetona 40	10
Ejemplo comparativo 3	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo comparativo 4	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14
Ejemplo comparativo 5	Ácido L-glutámico	Cloruro de lauroilo	Cloruro de lauroilo	TBA	65	49	37	14
Ejemplo comparativo 6	Ácido L-glutámico	Cloruro de cocoilo	Cloruro de cocoilo	TBA	65	62	24	14

Tabla 2 (continuación)

Ejemplo	Temperatura °C	Etapa de lavado					
		Composición del líquido mixto después del lavado			Composición de la capa orgánica después de la separación		
		Acilaminoácido % en peso	TBA % en peso	Agua % en peso	Acilaminoácido % en peso	TBA % en peso	Agua % en peso
Ejemplo 1	65	31	22	47	45	28	27
Ejemplo 2	65	32	22	46	45	27	28
Ejemplo 3	Dos veces 65	30	25	45	44	32	24
Ejemplo 4	Tres veces 65	19	27	54	34	35	31
Ejemplo 5	Dos veces 65	30	25	45	44	32	24
Ejemplo 6	Dos veces 65	30	25	45	44	32	24
Ejemplo 7	65	31	22	47	45	28	27
Ejemplo 8	Dos veces 65	30	25	45	44	32	24
Ejemplo 9	Dos veces 65	30	25	45	44	32	24
Ejemplo 10	Dos veces 65	30	25	45	44	32	24
Ejemplo 11	65	33	25	42	44	30	26
Ejemplo 12	50	25	20	55	40	27	33
Ejemplo 13	65	33	25	42	43	27	30
Ejemplo comparativo 1	65	25	58	14	Sin separación		
Ejemplo comparativo 2	50	33	Acetona 25	42	Sin separación		
Ejemplo comparativo 3	No se realizó						
Ejemplo comparativo 4	No se realizó						
Ejemplo comparativo 5	No se realizó						
Ejemplo comparativo 6	No se realizó						

Ejemplo	Tipo de álcali y grado de neutralización		Condiciones de destilación				Tiempo de destilación	de
	Álcali	Grado de neutralización	Presión	Temperatura	Neutralización	Sin neutralización y		
				máxima del líquido	destilación	destilación y		
		Presión	Temperatura	Contenido	Acilaminoácido/agua	Proporción en peso	Horas	
		x 10 <sup>2</sup> Pa (mm de Hg)	máxima del líquido	sólidos				
Ejemplo 1	TEA	0,5	436 (327)	78	30	-	12	
Ejemplo 2	KOH	0,75	136 (102)	52	28	-	12	
Ejemplo 3	NaOH	0,75	285 (214)	68	25	-	12	
Ejemplo 4	TEA	0,5	217 (163)	62	30	-	3,5	
Ejemplo 5	KOH	0,75	111 (83)	48	28	-	3,5	
Ejemplo 6	NaOH	0,75	339 (254)	72	25	-	3,5	
Ejemplo 7	TEA	0,5	217 (163)	62	30	-	3,5	
Ejemplo 8	Ninguno	Ninguno	353 (265)	73	-	53/47	4	
Ejemplo 9	Ninguno	Ninguno	475 (356)	80	-	41/59	4	
Ejemplo 10	Ninguno	Ninguno	624 (468)	87	-	62/38	4	
Ejemplo 11	Ninguno	Ninguno	312 (234)	70	-	50/50	4	
Ejemplo 12	Ninguno	Ninguno	353 (265)	73	-	54/46	4	
Ejemplo 13	Ninguno	Ninguno	353 (265)	73	-	53/47	4	
Ejemplo comparativo 1	TEA	0,5	436 (327)	78	30	-	12	
Ejemplo comparativo 2	TEA	0,5	Presión atmosférica	100	30	-	15	
Ejemplo comparativo 3	NaOH	0,75	249 (187)	65	55	-	-	
Ejemplo comparativo 4	Ninguno	Ninguno	Presión atmosférica	105	-	100/0	15	
Ejemplo comparativo 5	Ninguno	Ninguno	Presión atmosférica	110	-	100/0	15	
Ejemplo comparativo 6	TEA	0,5	784 (588)	93	30	-	12	

Tabla 3

Ejemplo	N-acilaminoácido ácido de cadena larga o su sal										Olor de la solución acuosa acilaminato	
	Impurezas en el acilaminoácido										Resultado de la evaluación	de la solución
	Acilaminoácido		Cantidad de TBA restante	Sales inorgánicas		Ácido graso libre		NaCl	% en peso	% en peso		
	Rendimiento	%		Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	% en peso	% en peso	% en peso					
Ejemplo 1	96,5	60	0,044	0,063	0,09	2,3	0,063	1,7	0,063	0	0	
Ejemplo 2	97,0	62	0,12	0,09	0,09	1,7	0,09	1,7	0,09	0	0	
Ejemplo 3	96,8	70	0,006	0,009	0,009	1,9	0,009	1,9	0,009	0	0	
Ejemplo 4	97,1	50	<0,004	<0,001	<0,001	1,7	<0,001	1,7	<0,001	0	0	
Ejemplo 5	97,1	70	0,006	0,009	0,009	1,6	0,009	1,6	0,009	0	0	
Ejemplo 6	97,0	75	0,006	0,009	0,009	1,7	0,009	1,7	0,009	0	0	
Ejemplo 7	97,0	51	0,043	0,060	0,060	1,7	0,060	1,7	0,060	0	0	
Ejemplo 8	97,0	50	0,006	0,009	0,009	1,8	0,009	1,8	0,009	0	0	
Ejemplo 9	96,8	60	0,006	0,009	0,009	1,9	0,009	1,9	0,009	0	0	
Ejemplo 10	96,6	60	0,006	0,009	0,009	2,1	0,009	2,1	0,009	0	0	
Ejemplo 11	97,1	65	0,12	0,052	0,052	1,8	0,052	1,8	0,052	0	0	
Ejemplo 12	97,0	65	0,11	0,060	0,060	1,8	0,060	1,8	0,060	0	0	
Ejemplo 13	96,8	55	0,19	0,095	0,095	1,9	0,095	1,9	0,095	0	0	
Ejemplo comparativo 1	86,5	60	0,64	0,63	0,63	12,3	0,63	12,3	0,63	0	0	
Ejemplo comparativo 2	92,3	Acetona N. D.	1,3	1,7	1,7	6,5	1,7	6,5	1,7	X	X	
Ejemplo comparativo 3	-	50000	0,93	0,70	0,70	-	0,70	-	0,70	X	X	
Ejemplo comparativo 4	92,3	80	0,64	0,63	0,63	6,5	0,63	6,5	0,63	0	0	
Ejemplo comparativo 5	90,5	60	0,92	0,70	0,70	8,3	0,70	8,3	0,70	0	0	
Ejemplo comparativo 6	95,3	60	0,64	0,63	0,63	3,5	0,63	3,5	0,63	0	0	

Tabla 4  
Evaluación en solución acuosa de trietanolamina al 30%

Líquido de prueba	Evaluación en solución acuosa de trietanolamina al 30%					Evaluación en líquido compuesto para champú		
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (% en peso)	NaCl (% en peso)	Contenido de ácido graso libre (% en peso)	Punto de solidificación (°C)	Evaluación	Olor	Estado del líquido	Evaluación
Ejemplo 1 Solución acuosa de N- cocoil-L- glutamato de trietanol	0,044	0,063	2,3	-12,0	○	○	Transparente incluso después de seis meses	○
Ejemplo 4 Solución acuosa de N- cocoil-L- glutamato de trietanol	< 0,044	< 0,001	1,7	-13,0	○	○	Transparente incluso después de seis meses	○
Ejemplo 7 Solución acuosa de N- lauril-L- glutamato de trietanol	0,043	0,060	1,7	-12,5	○	-	-	-
Ejemplo 8 Solución acuosa de N- cocoil-L- glutamato de trietanol	0,006	0,009	1,8	-12,6	○	-	-	-
Ejemplo 10 Solución acuosa de N- cocoil-L- glutamato de trietanol	0,006	0,009	2,1	-12,0	○	-	-	-
Ejemplo 11 Solución acuosa de N- lauril-L- glutamato de trietanol	0,12	0,052	1,8	-12,3	○	-	-	-

Tabla 4 (continuación)

Líquido de prueba	Evaluación en solución acuosa de trietanolamina al 30%						Evaluación en líquido compuesto para champú		
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (% en peso)	NaCl (% en peso)	Contenido de ácido graso libre (% en peso)	Punto de solidificación (°C)	Evaluación	Olor	Estado del líquido	Evaluación	
Ejemplo 13 Solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanol	0,19	0,095	1,9	-12,3	○	-	-	-	
Ejemplo comparativo 1 Solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanol	0,64	0,63	12,3	-7,0	X	-	-	-	
Ejemplo comparativo 2 Solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanol	1,3	1,7	6,5	-9,0	X	X	Se observó turbidez un día después del mezclado	X	
Ejemplo comparativo 4 Solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanol	0,64	0,63	6,5	-9,0	X	-	-	-	
Ejemplo comparativo 5 Solución acuosa de N-lauril-L-glutamato de trietanol	0,92	0,7	8,3	-9,0	X	-	-	-	
Ejemplo comparativo 6 Solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanol	0,64	0,63	3,5	-10,6	○	○	Se observó turbidez un día después del mezclado	X	

Tabla 5

Composición	Cantidad mezclada (partes en peso)
Solución acuosa de N-cocoil-L-glutamato de trietanolamina	34,5
Betaína de ácido laurildimetilaminoacético	12
Dietanolamida de ácido graso de aceite de coco	5
Celulosa catiónica	0,6
1,3-Butanodiol	0,5
Agua purificada	Resto hasta completar el total

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para producir un N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo, comprendiendo dicho procedimiento las siguientes etapas:
- 10 1) una etapa (etapa de reacción de acilación) de someter a un aminoácido ácido, en el que el aminoácido ácido es un ácido monoaminodicarboxílico y el grupo amino puede estar sustituido por metilo o etilo, y un haluro de ácido graso de cadena larga, en el que el haluro de ácido graso de cadena larga es un haluro de ácido de un ácido graso saturado o insaturado que tiene de 8 a 20 átomos de carbono, a condensación en un disolvente mixto que comprende esencialmente agua y butanol terciario en presencia de un álcali,
- 15 2) una etapa (etapa de separación por precipitación con ácido) de ajustar el pH del líquido de reacción obtenido a de 1 a 6 con un ácido mineral para separar la mezcla en una capa orgánica y una capa acuosa, obteniendo de este modo la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga,
- 20 3) una etapa (etapa de lavado) de eliminar impurezas mezclando la capa orgánica obtenida con agua y/o butanol terciario para separarla en una capa acuosa y una capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga a una temperatura de 35 a 80°C, y
- 25 4) una etapa (etapa de eliminación por destilación del disolvente con neutralización) de someter a la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenida en la etapa de lavado a la eliminación de butanol terciario mediante destilación, en la que no menos de 1/20 de los grupos carboxilo del N-acilaminoácido ácido de cadena larga se convierten en su sal alcalina y la destilación se lleva a cabo en condiciones en las que la temperatura del líquido mixto resultante está controlada para que no supere los 90°C, y se añade agua para mantener una concentración de sólidos del líquido mixto del 5 al 50% en peso
- 30 o una etapa (etapa de eliminación por destilación del disolvente sin neutralización) de someter a la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenida en la etapa de lavado a la eliminación de butanol terciario mediante destilación, en la que la temperatura no supera los 90°C, y se añade agua para mantener la proporción en peso entre el N-acilaminoácido ácido de cadena larga y agua en un intervalo de 35/65 a 65/35, siempre que el contenido de butanol terciario en el líquido mixto no sea superior al 5% en peso.
- 35 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que una proporción molar de haluro de ácido graso de cadena larga/aminoácido ácido en la etapa de reacción de acilación no es superior a 1,05.
- 40 3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el pH en la etapa de separación por precipitación con ácido es de 1 a 3.
- 45 4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que en la eliminación por destilación del butanol terciario de la capa orgánica que contiene el N-acilaminoácido ácido de cadena larga obtenida en la etapa de lavado, la eliminación por destilación de butanol terciario se lleva a cabo utilizando un evaporador por pulverización, en el que la mezcla se forma en una fase mixta de vapor-líquido que se pulveriza a continuación en un recipiente cilíndrico de evaporación para evaporar el butanol terciario.
5. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que se obtiene un N-acilaminoácido ácido de cadena larga o una sal del mismo que tiene un contenido de una sal inorgánica no superior al 1% en peso, un contenido de butanol terciario de 0,1 a 750 ppm en peso y un contenido de un ácido graso libre no superior al 3,0% en peso, basándose dichos contenidos en el peso del N-acilaminoácido ácido de cadena larga.



FIG. 2

