

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 448 545**

51 Int. Cl.:

A61K 8/44 (2006.01)

A61Q 5/02 (2006.01)

A61Q 19/10 (2006.01)

C07C 229/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.05.2005 E 05769701 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.12.2013 EP 1743015**

54 Título: **Composición tensioactiva, procedimiento de preparación y cosmético que comprende esta composición**

30 Prioridad:

04.05.2004 FR 0404757

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

14.03.2014

73 Titular/es:

EIFFAGE TRAVAUX PUBLICS (50.0%)

2-12 Rue Hélène Boucher

93330 Neuilly Sur Marne, FR y

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE CHIMIE DE

RENNES (50.0%)

72 Inventor/es:

ANTOINE, JEAN-PIERRE;

MARCILLOUX, JÉRÔME;

LEFEUVRE, MARTINE;

PLUSQUELLEC, DANIEL;

BENVEGNUM, THIERRY;

GOURSAUD, FABRICE y

PARANT, BERNARD

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 448 545 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

Composición tensioactiva, procedimiento de preparación y cosmético que comprende esta composición

La invención se refiere a composiciones tensioactivas.

5 Desde los detergentes hasta las formulaciones cosméticas, pasando por la emulsión, la química de los tensoactivos proporciona una gama extremadamente variada de productos hoy en día indispensables para nuestra vida cotidiana. Aunque el mercado de los anfífilos catiónicos sea cuantitativamente menos importante que el de los aniónicos o de los no iónicos, representado un porcentaje de la producción mundial inferior a 10%, está sin embargo muy extendido y abarca múltiples aplicaciones.

10 En razón de su toxicidad, ciertos tensoactivos tales como las sales de dimetildialquilamonio, presentes en la mayoría de los suavizantes textiles, ven su utilización limitada, incluso abandonada, en ciertos países europeos como Alemania y los Países Bajos. Bajo la presión de la ecología, los productores de tensoactivos deben proponer no solamente procedimientos compatibles con estas nuevas exigencias sino que igualmente productos menos polucionantes, más biodegradables y que presenten una ecotoxicidad lo más baja posible. A las dificultades medioambientales se añade un argumento comercial de peso: el "natural". Para responder a las exigencias de los
15 consumidores, preocupados por encontrar productos que presenten "una imagen verde", los productores buscan actualmente nuevas estructuras y se vuelven naturalmente hacia la utilización de materias primas de origen agrícola.

Si para la parte lipófila de estas moléculas está bien establecida la competencia entre los materiales petroquímicos y los materiales oleoquímicos, no está todavía verdaderamente ajustada en lo que se refiere a la parte hidrófila de estas moléculas. La utilización directa de triglicéridos naturales tales como el ricinoleato de triglicerol [documento US
20 4 857 310 (The Gillette Company)] permite acceder fácilmente a los anfífilos catiónicos. Pero la diversificación de estructuras tiene lugar igualmente por una modificación de la cabeza polar. Se han propuesto tensoactivos catiónicos, derivados especialmente del ácido glucurónico y del ácido galacturónico [documento DE 195 39 845 (Henkel KgaA)] o en base de almidón, que comprenden una entidad de azúcar derivada de poliglicosidos de alquilo (APG) [documento WO 90 15809 (Henkel KgaA)]. Aparece otro tipo de tensoactivo. Se trata de moléculas que
25 comprenden una función éster saponificable entre la cadena grasa y la función amonio cuaternario, tales como los cloruros de amonio [documento US 5 527 477 (Lever Brothers Company)]. Fácilmente hidrolizables, los ésteres de betaínas también despiertan actualmente un vivo interés. Fueron sintetizados diversos derivados ([documentos WO 96 09276 (The Procter and Gamble Company)], [US 5 527 477 (Lever Brothers Company)]) que apuntan a aplicaciones como suavizantes textiles.

30 La glicina betaína, sustancia natural poco costosa, constituye una materia prima de elección para la preparación de agentes tensoactivos. Representando el 27% en peso de la melaza de la remolacha azucarera, obtenida después de la extracción de la sacarosa, queda actualmente como un subproducto de la industria azucarera. El injertar en la glicina betaína alcoholes y aminas grasas ([documentos US 2 888 383 (International Minerals and Chemical Corporation)], [EP 0 750 904 A1 (Wella – AG)]) permite acceder a moléculas anfífilas catiónicas sin la etapa clásica de cuaternización de una amina terciaria con ayuda de agentes de metilación generalmente tóxicos.
35

La presente invención tiene por objeto proponer vías de acceso rápidas a mezclas de composición perfectamente definida, a base de ésteres o amidas de la glicina betaína, obtenidos en forma de productos brutos de reacción o por lavado de los productos brutos de reacción mediante disolventes orgánicos. Los procedimientos de síntesis empleados son simples, eficaces, respetuosos con el medio ambiente, sin disolventes ni desechos polucionantes,
40 fácilmente transportables a escala industrial y que permiten la revalorización de un subproducto de la industria azucarera y de los aceites vegetales de origen metropolitano (por ejemplo de colza o girasol), ricos en cadenas grasas con elevada condensación de carbono (cadenas estearílica, oleílica, linoléica, linolénica, araquídica, gadoléica, behénica, erúcica), también poco valoradas en relación a los recursos oleoginosos de origen tropical (por ejemplo palma, palmito o copra), ricos en cadenas caprílica, cáprica, láurica, mirística o palmítica.

45 La cadenas grasas de 18 átomos de carbono procedentes de los aceites vegetales metropolitanos son conocidas por sus propiedades emulsionantes, y las composiciones según la invención cubren una amplia gama de aplicaciones potenciales en el sector de la emulsión, como en la industria del petróleo, en la industria minera, en la industria de las pinturas, pigmentos y barnices o en la industria de la construcción y de los trabajos públicos.

La invención se refiere igualmente a la utilización de las mezclas mencionadas anteriormente como agentes detergentes, emulsionantes o espumantes para aplicaciones en el sector cosmético.
50

La invención se refiere especialmente a una composición tensioactiva que comprende:

al menos un compuesto de la fórmula (1)



y al menos un compuesto seleccionado entre los de las fórmulas (2), (3) y (4)

ES 2 448 545 T3



siendo X un radical sulfonato,

- 5 siendo R un radical monovalente de fórmula $\text{C}_{2n}\text{H}_{2(2n-m)+1}$, que contiene 2n átomos de carbono, y m dobles enlaces, con $9 \leq n \leq 11$, $0 \leq m \leq 3$ si $n = 9$, y $0 \leq m \leq 1$ si $n > 9$, y

seleccionándose Z entre un átomo de oxígeno y un grupo -NH-, un compuesto de fórmula XH que eventualmente está combinado con al menos un compuesto de fórmula RNH_2 para formar al menos un compuesto de fórmula $\text{X}^- \text{RN}^+\text{H}_3$.

- 10 Ventajosamente, la composición según la invención comprende de forma prácticamente exclusiva los compuestos de dichas fórmulas (1), (2), (3) y (4).

Características opcionales de la invención, complementarias o de sustitución se enuncian a continuación:

- $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-\text{R}$	50 ± 10
15	ROH	19 ± 10
	XH	23 ± 10
	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OH}$	0 a 18.

- $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-\text{R}$	72 ± 10
20	ROH	0 a 20
	XH	0 a 18
	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OH}$	0 a 20.

- $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-\text{R}$	80 ± 10
25	ROH	20 ± 10

- $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-\text{R}$	70 ± 10
	ROH	26 ± 10
	XH	0 a 14.

- 30 - $m > 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-\text{R}$	48 ± 10
	ROH	36 ± 10
	XH	14 ± 10
	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OH}$	0 a 12.

- 35 - $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{NH}-\text{R}$	58 ± 10
	$\text{X}^- \text{RN}^+\text{H}_3$	35 ± 10
	$\text{X}^- (\text{CH}_3)_3\text{N}^+-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OH}$	0 a 20.

- $m > 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-NH-R$	56 ± 10
	$X^- RN^+H_3$	31 ± 10
	RNH_2	0 a 18.
5	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-OH$	0 a 15.

- X se selecciona entre los radicales metanosulfonato, paratoluenosulfonato y canfosulfonato.

La invención tiene igualmente por objeto un procedimiento para la preparación de una composición tal como se ha definido anteriormente, en la cual se hace reaccionar la glicina betaína con un ácido sulfónico y un compuesto de fórmula ROH en ausencia de otros disolventes, estando comprendida la relación molar de ácido sulfónico a glicina betaína entre 2 y 3, y estando comprendida la relación molar de compuesto ROH a glicina betaína entre 1 y 1,5.

El procedimiento según la invención puede comprender al menos algunas de las propiedades siguientes:

- La reacción se realiza a una temperatura comprendida entre 130 y 140°C durante 6 a 8 horas.
- La reacción se realiza a una presión reducida comprendida preferentemente entre 5.000 y 10.000 Pa.
- $m = 0$ y la mezcla reactiva se trata con un disolvente orgánico apropiado para disolver preferentemente los compuestos distintos de $X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-O-R$ contenidos en ella, de manera a obtener un precipitado enriquecido en $X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-O-R$.
- Dicho disolvente orgánico se selecciona entre éter dietílico, etanol y n-butanol.
- La glicina betaína se hace reaccionar con un ácido sulfónico y n-butanol en ausencia de otros disolventes, estando comprendida la relación molar de ácido sulfónico a glicina betaína entre 1 y 1,3, y estando comprendida la relación molar de n-butanol a glicina betaína entre 2 y 4, para formar agua y el sulfonato del éster n-butílico de glicina betaína, el cual, después de haber eliminado el agua y el n-butanol, se hace reaccionar con el compuesto de fórmula RNH_2 , estando comprendida la relación molar de este compuesto a la glicina betaína entre 1 y 1,2.
- La reacción de la glicina betaína con el ácido sulfónico y el n-butanol se realiza a una temperatura comprendida entre 130 y 140°C, a reflujo de n-butanol durante 3 a 5 horas, a presión atmosférica, de forma a realizar la eliminación azeotrópica del agua.
- Antes del compuesto de fórmula RNH_2 se añade una base orgánica fuerte e impedida, especialmente dibutilamina, estando comprendida la relación molar de dicha base a la glicina betaína entre 0,1 y 0,4.
- $m = 0$ y la mezcla reactiva se trata con un disolvente orgánico adecuado para disolver preferentemente el compuesto RNH_2 , de manera a obtener un precipitado enriquecido en $X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-NH-R$.
- Dicho disolvente orgánico es el éter dietílico.
- Dicho ácido sulfónico se selecciona entre ácido metanosulfónico, ácido paratoluenosulfónico y ácido canfosulfónico.

La invención apunta también a un cosmético, en particular jabón líquido, baño de espuma, gel de ducha o champú y, especialmente, champú ácido, que comprende de 0,2 a 60% y, preferentemente, de 10 a 45% en peso de una composición tal como la definida anteriormente, y de 99,8 a 40% y, preferentemente, de 90 a 55% en peso de excipientes apropiados en cosmetología.

Ventajosamente, en la cosmética según la invención los excipientes se seleccionan entre los espesantes, texturantes, agentes de acondicionamiento, suavizantes, formadores de complejos, perfumes, agentes nacarizantes, conservantes, acidificantes y agua purificada, y comprenden como texturantes dietanolamidas de ácidos grasos, especialmente la dietanolamida de copra, en un contenido que no sobrepasa el 10% en peso del cosmético.

Un primer tipo de composiciones según la invención es a base de ésteres grasos de la glicina betaína.

El procedimiento de preparación de estas mezclas consiste en hacer reaccionar la glicina betaína con 2 a 3 equivalentes molares de un ácido sulfónico y 1 a 1,5 equivalentes molares de un alcohol graso saturado de tipo $C_{18:0}$, $C_{20:0}$ ó $C_{22:0}$, o de un alcohol graso insaturado de tipo $C_{18:1}$, $C_{18:2}$ ó $C_{18:3}$, $C_{20:1}$ ó $C_{22:1}$, representando respectivamente los números situados antes y después del signo “:” el número de átomos de carbono y el número de dobles enlaces carbono-carbono. La reacción de esterificación de la glicina betaína presente en forma de ión híbrido necesita una protonización previa de su función carboxilato. El ácido de la betaína reacciona con el alcohol

graso en presencia de exceso de ácido, para dar lugar a los ésteres correspondientes. Esta reacción se efectúa en ausencia de cualquier disolvente, constituyendo a la vez el alcohol graso utilizado el reactivo y el medio.

5 Preferentemente, la reacción se realiza a una temperatura comprendida entre 130 y 140°C durante 6 a 8 horas. El agua formada en el curso de la reacción se elimina de forma continua a presión reducida, preferentemente entre 5.000 y 10.000 Pa.

Los productos brutos de reacción resultantes de la ejecución del procedimiento descrito permiten acceder a las mezclas constituidas por éster graso de la glicina betaína; alcohol graso residual, ácido sulfónico residual y glicina betaína residual presente en forma protonizada, estando afectados respectivamente estos constituyentes de los coeficientes a, b, c y d, cuyos valores se pueden determinar por espectroscopía de RMN ¹H.

10 Cuando en la reacción se utiliza un alcohol graso saturado, una purificación parcial rápida basada en la diferencia de solubilidad entre el alcohol graso y el éster sintetizado consiste en recoger al final de la reacción el producto bruto de reacción con ayuda de disolventes orgánicos tales como éter dietílico, etanol o n-butanol. El éster, insoluble en disolventes tales como etanol dietílico o etanol o parcialmente soluble en el butanol, precipita y el alcohol graso se disuelve parcialmente. Por filtración se obtiene un polvo mayoritariamente constituido por éster, cuya composición másica se puede determinar por espectroscopía de RMN ¹H.

15 Según el disolvente orgánico utilizado para el lavado de los productos brutos de reacción, varían los coeficientes a, b, c y d. La utilización de alcoholes con cadenas carbonadas cortas permite acceder a mezclas cuyos coeficientes c y d son aproximadamente iguales a cero; la utilización de éter dietílico permite acceder a mezclas que presentan una baja tasa de alcohol graso saturado residual (b). La gran solubilidad de los alcoholes grasos insaturados y de sus ésteres correspondientes en los disolventes orgánicos no permite aplicar el método descrito, y sólo son accesibles las mezclas en forma de productos brutos de reacción.

Los ésteres grasos de la glicina betaína se pueden purificar por cromatografía de las mezclas según la invención en columna de gel de sílice con ayuda de eluyentes polares ternarios de tipo acetato de etileno / isopropanol / agua.

20 Los ésteres grasos de la glicina betaína presentan una función hidrolizable entre la cadena grasa y el amonio cuaternario. El estudio de su comportamiento en medio acuoso permite aportar una información importante concerniente a su biodegradabilidad. La estabilidad de los derivados se estudia por cromatografía en fase gaseosa, dosificando el alcohol graso producido en el transcurso de la reacción de hidrólisis en solución acuosa tampón, cuyo pH se fija en diversos valores.

30 La medida de las tensiones superficiales y de las concentraciones micelares críticas son la prueba de que los derivados sintetizados están dotados de propiedades anfífilas que permiten utilizar las mezclas propuestas como agentes tensoactivos (especialmente como emulsionantes).

Otra familia de mezclas según la invención es a base de la amida grasa de la glicina betaína.

35 El procedimiento de preparación de estas mezclas recuerda en un primer momento a la reacción de la glicina betaína con 1 a 1,3 equivalentes molares de un ácido sulfónico y 2 a 4 equivalentes molares de n-butanol, los cuales constituyen a la vez el reactivo y el medio, para formar el éster n-butílico en forma de sulfonato intermedio. Preferentemente, la primera etapa se realiza a una temperatura comprendida entre 130 y 140°C, a reflujo del n-butanol, durante 3 a 5 horas a la presión atmosférica. La destilación lenta del n-butanol permite la eliminación azeotrópica del agua formada en el transcurso de la reacción. A la mezcla enfriada a la temperatura ambiente se añade a continuación 1 a 1,2 equivalentes molares de una amina grasa saturada de tipo C_{18:0}, C_{20:0} ó C_{22:0}, o de una amina grasa insaturada de tipo C_{18:1}, C_{18:2}, C_{18:3}, C_{20:1} ó C_{22:1}. El medio de reacción se calienta a presión reducida para eliminar el n-butanol, y la aminólisis se realiza durante 2 a 4 horas a 130°C, entre 5.000 a 10.000 Pa.

La formulación de la sal de amina grasa resultante de la protonización de la amina por el exceso de ácido, se puede limitar por la utilización de 0,1 a 0,4 equivalentes molares de una base orgánica fuerte e impedida, tal como la dibutilamina, añadida antes de la amina grasa.

45 Los productos brutos de reacción resultantes de la puesta en práctica del procedimiento descrito permiten acceder a mezclas constituidas por la amida grasa de la glicina betaína, del sulfonato de la amina grasa utilizada durante la aminólisis, de un pequeño residuo de amina grasa y de la glicina betaína residual presente en forma protonizada, estando afectados respectivamente estos constituyentes por los coeficientes e, f, g y h, cuyos valores se pueden determinar por espectrometría de RMN ¹H.

50 Cuando en la reacción se utiliza una amina grasa saturada, una purificación parcial rápida basada en la diferencia de solubilidad entre la amina grasa y la amida sintetizada consiste en recoger al final de la reacción el producto bruto de reacción con ayuda de éter dietílico. La amida y la sal de la amina grasa insolubles en el disolvente precipitan, y la amina grasa se disuelve. Por filtración se obtiene un polvo mayoritariamente constituido por amida, cuya composición másica se puede determinar por espectroscopía de RMN ¹H. La utilización de éter dietílico permite acceder a mezclas que presentan una tasa de amina grasa saturada residual (g) aproximadamente igual a cero. La

55

recogida de los productos brutos de reacción con ayuda de alcoholes de cadenas carbonadas cortas, tales como etanol o n-butanol, ocasiona la disolución de los residuos.

La gran solubilidad de las aminas grasas insaturadas y de las amidas correspondientes en los disolventes orgánicos no permite aplicar el método descrito, y sólo son accesibles las mezclas en forma de productos brutos de reacción.

- 5 Las amidas grasas de la glicina betaína se pueden purificar por cromatografía de las mezclas según la invención en columna de gel de sílice con ayuda de eluyentes polares ternarios de tipo acetato de etileno / isopropanol / agua.

La medida de las tensiones superficiales y de las concentraciones micelares críticas son la prueba de que los derivados de amida sintetizados están dotados igualmente de propiedades anfífilas que permiten utilizar las mezclas propuestas como agentes tensoactivos (especialmente como emulsionantes).

- 10 Los ésteres y amidas derivados de la glicina betaína presentan buenas propiedades tensoactivas con tensiones superficiales y concentraciones micelares críticas relativamente bajas. Estos derivados según la invención presentan tensiones superficiales del mismo orden de magnitud que los tensoactivos de referencia, como los alquilpoliglucosidos o el dodecilsulfato de sodio (conocido bajo la marca depositada SDS), el cual se utiliza ampliamente en la industria. En relación a estos derivados comerciales, se obtienen concentraciones micelares
15 críticas más bajas, lo que presenta un mayor interés. Efectivamente, hace falta menos producto para obtener soluciones micelares.

- En presencia de agua estos derivados se hidratan más o menos bien según la condensación de carbono en las cadenas. De este modo, permiten homogeneizar una mezcla agua-aceite actuando sobre las interacciones a la vez hidrófilas (tensoactivo/agua) y lipófilas (tensoactivo/aceite). Permiten la formulación de emulsiones muy estables,
20 incluso para bajas concentraciones de tensoactivo, para relaciones de agua / tensoactivo / aceite variables y para aceites de diferente naturaleza (en particular los ésteres metílicos de ácidos grasos).

- Estos tensoactivos monocatenarios se revelan muy interesantes por su poder espumante y por la estabilidad de las espumas formadas, puesto que son tan eficaces como el SDS (marca depositada), de ahí su utilización en la formulación de productos espumantes como los champús, los jabones líquidos, los geles para ducha, los baños de
25 espuma.

Así, la invención proporciona cosméticos que comprenden de 0,2 a 60% y, preferentemente, de 10 a 45% en peso de una composición tensoactiva según la invención y de 99,8 a 40% y, preferentemente, de 90 a 55% en peso de excipientes.

- Un cosmético de este tipo puede ser un jabón líquido, un baño de espuma, un gel para ducha o un champú, especialmente un champú ácido dotado con un excelente poder espumante, unido a un excelente poder de incremento de volumen que permite dar consistencia al peinado. Un champú ácido está compuesto, por ejemplo, por
30 10 a 45% en peso de una composición tensoactiva según la invención a base de ésteres grasos de la glicina betaína y de 90 a 55% de coadyuvantes. Los coadyuvantes pueden ser espesantes, texturantes, tales como las dietanolamidas de ácidos grasos, especialmente la dietanolamida de copra que se incorpora en la formulación hasta un valor de 0-10% en peso, agentes de acondicionamiento, suavizantes, formadores de complejos y, finalmente,
35 perfumes, agentes nacarantes, conservantes, acidificantes en cantidad suficiente, y agua purificada.

La invención se ilustra además por los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1: Síntesis del mesilato del betainato de octadecilo y preparación de las mezclas correspondientes.

- 40 A una suspensión de glicina betaína (25 g, 0,213 moles) en ácido metanosulfónico (53,3 g, 0,555 moles) se añade octadecanol (69,3 g, 0,256 moles). La mezcla así obtenida se calienta progresivamente a 130°C, a presión reducida (50 a 60 mbar) para eliminar el agua formada en el transcurso de la reacción de esterificación. La mezcla se vuelve homogénea al cabo de 1 a 2 horas de agitación a la misma temperatura. Después de 7 horas, el medio se enfría hasta la temperatura ambiente.

Método A: el producto bruto de reacción obtenido (143 g) constituye una primera composición según la invención.

- 45 **Método B:** el producto bruto de reacción obtenido se lava con éter dietílico (600 ml) hasta la recogida completa del residuo. El precipitado obtenido se filtra a continuación por un filtro Büchner y se aclara repetidas veces con el mismo disolvente (2 x 200 ml). El producto se seca a vacío y finalmente se obtienen 96 g de un polvo blanco.

- Método C:** el producto bruto de reacción obtenido se lava con etanol (800 ml) hasta la recogida completa del residuo. El precipitado obtenido se filtra a continuación por un Büchner y se aclara repetidas veces con el mismo disolvente (2 x 200 ml). El producto se seca a vacío y finalmente se obtienen 87 g de un polvo blanco.
50

Método D: el producto bruto de reacción obtenido se lava con n-butanol (900 ml) hasta la recogida completa del residuo. El precipitado obtenido se filtra a continuación por un Büchner y se aclara repetidas veces con el mismo

disolvente (2 x 200 ml). El producto se seca a vacío y finalmente se obtienen 42 g de un polvo ligeramente teñido de gris.

- 5 La composición de cada mezcla se evalúa por RMN del protón midiendo las proporciones de integración entre los diversos constituyentes. Los espectros RMN se registran por un instrumento Bruker ARX-400. Los espectros RMN ^1H se obtienen a 400 MHz (s = singlete, d = doblete, t = triplete, m = multiplete, l = ancho. Los espectros RMN ^{13}C se obtienen a 100 MHz en el modo de desacoplamiento del protón. Los desplazamientos químicos se dan en ppm en relación al del TMS interno (escala δ) y las constantes de acoplamiento (J) en Hz.

RMN ^1H del producto bruto de reacción ($\text{CDCl}_3 + \text{CD}_3\text{OD}$, 1/1) :

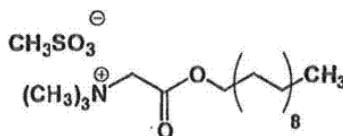
- 10 δ 0,84 (t, CH_3 éster + CH_3 alcohol), ^3J 6,7 Hz), 1,22 (sl, $(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$ éster + $(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$ alcohol), 1,51 (m, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$ alcohol), 1,65 (m, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$ éster), 2,73 (s, CH_3SO_3^- éster + CH_3SO_3^- ácido + CH_3SO_3^- glicina betaína), 3,29 (s, $(\text{CH}_3)_3$ éster + $(\text{CH}_3)_3$ glicina betaína), 3,51 (t, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$ alcohol, ^3J 6,7 Hz), 4,20 (t, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$ éster, ^3J 6,8 Hz), 4,25 (s, CH_2CO glicina betaína), 4,33 (s, CH_2CO éster).

Composición de las mezclas

Método de tratamiento	a	b	c	d
A	50	19	23	8
B	72	10	8	10
C	80	20	0	0
D	70	26	4	0

- 15 a, b, c y d se expresan en porcentaje másico.

El producto bruto de reacción o el producto resultante del método de tratamiento B se cromatografía en columna de gel de sílice (acetato de etilo-isopropanol-agua (6,2:3:0,8)) para dar aproximadamente 70 g del mesilato de betainato de octadecilo.



- 20 **sólido blanco; rendimiento: \cong 70%**

CCM: R_f 0,39 (acetato de etilo-isopropanol-agua (6:3:1))

IR (nujol) ν (cm^{-1}) : 1755 (C=O)

RMN ^1H ($\text{CDCl}_3 + \text{CD}_3\text{OD}$, 1/1) :

- 25 δ 0,83 (t, 3H, CH_3 , ^3J 6,7 Hz), 1,22 (sl, 30H, $(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$), 1,65 (m, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$), 2,70 (s, 3H, CH_3SO_3^-), 3,29 (s, 9H, $(\text{CH}_3)_3$), 4,20 (t, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$, ^3J 6,7 Hz), 4,34 (s, 2H, CH_2CO).

RMN ^{13}C ($\text{CDCl}_3 + \text{CD}_3\text{OD}$, 1/1) :

δ 14,33 (CH_3), 23,17, 26,22, 28,82, 29,71 29,88 30,02 30,08 30,19 32,45 (CH_2 alif.), 39,50 (CH_3SO_3^-), 54,18 ($(\text{CH}_3)_3$), 63,46 ($\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$), 67,27 (CH_2CO), 165,24 (CH_2CO).

Ejemplo 2: Síntesis del mesilato del betainato de 9-octadecenilo y preparación de la mezcla correspondiente.

- 30 A una suspensión de glicina betaína (30 g, 0,256 moles) en ácido metanosulfónico (61,523 g, 0,64 moles) se añade alcohol oleico (96,25g, 0,359 moles). La mezcla así obtenida se calienta progresivamente a 130°C , a presión reducida (5.000 a 10.000 Pa) para eliminar el agua formada en el transcurso de la reacción de esterificación. La mezcla se vuelve homogénea al cabo de 1 a 2 horas de agitación a la misma temperatura. Después de 7 horas, el medio se enfría hasta la temperatura ambiente. El producto bruto de reacción obtenido (210 g) constituye una
- 35 composición según la invención.

RMN ^1H del producto bruto de reacción (CDCl_3):

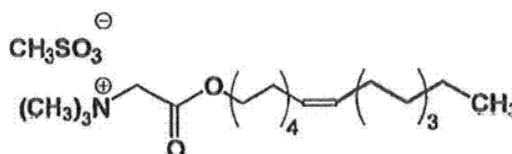
- 5 δ 0,83 (t, CH₃ éster + CH₃ alcohol, ³J 6,8 Hz), 1,22 (sl, CH₃(CH₂)₆CH₂CH=CHCH₂(CH₂)₅CH₂CH₂O éster + alcohol), 1,50 (m, CH₂CH₂O alcohol), 1,64 (m, CH₂CH₂O éster), 1,94 (m, CH₂CH=CHCH₂ éster + CH₂CH=CHCH₂ alcohol), 2,74 (s, CH₃SO₃⁻ éster + CH₃SO₃⁻ ácido + CH₃SO₃⁻ glicina betaína), 3,30 (s, (CH₃)₃ éster + (CH₃)₃ glicina betaína), 3,51 (t, CH₂CH₂O alcohol, ³J 6,7 Hz), 4,19 (t, CH₂CH₂O éster, ³J 6,8 Hz), 4,24 (s, CH₂CO glicina betaína), 4,32 (s, CH₂CO éster), 5,30 (m, CH₂CH=CHCH₂ éster + CH₂CH=CHCH₂ alcohol).

Composición de la mezcla

Método de tratamiento	a	b	c	d
A	48	36	14	2

a, b, c y d se expresan en porcentaje másico.

- 10 El producto bruto de reacción se cromatografía en columna de gel de sílice (acetato de etilo-isopropanol-agua (6,2:3:0,8, después 6:3:1)) para dar aproximadamente 100 g del mesilato de betainato de 9-octadecenilo.



C₂₄H₄₉NO₅S; M=463,72 g/mol

Aceite viscoso amarillo; rendimiento: \approx 85%

CCM: R_f 0,4 (acetato de etilo-isopropanol-agua (6:3:1))

- 15 IR (nujol) ν (cm⁻¹): 1755 (C=O); 1650 (C=C)

RMN ¹H (CDCl₃):

δ 0,83 (t, 3H, CH₃, ³J 6,8 Hz), 1,22 (sl, 22H, CH₃(CH₂)₆CH₂CH=CHCH₂(CH₂)₅CH₂CH₂O), 1,64 (m, 2H, CH₂CH₂O), 1,94 (m, 4H, CH₂CH=CHCH₂), 2,71 (s, 3H, CH₃SO₃⁻), 3,30 (s, 9H, (CH₃)₃), 4,19 (t, 2H, CH₂CH₂O, ³J 6,8 Hz), 4,32 (s, 2H, CH₂CO), 5,31 (m, 2H, CH₂CH=CHCH₂).

- 20 RMN ¹³C (CDCl₃):

δ 14,21 (CH₃, 22,90, 25,89, 27,40, 28,49 29,38 29,52 29,62 29,73 29,86, 29,91, 29,96, 32,13, 32,81 (CH₂ alif.), 39,27 (CH₃SO₃⁻), 54,09 (CH₃)₃, 63,22 (CH₂CH₂O), 67,09 (CH₂CO), 129,93, 130,24 (CH₂CH=CHCH₂), 164,88 (CH₂CO).

Ejemplo 3: Síntesis del mesilato de betainilaminooctadecano y preparación de una mezcla correspondiente.

- 25 Una suspensión de glicina betaína (25 g, 0,213 moles) en n-butanol (59 ml, 0,64 moles) se realiza en presencia de ácido metanosulfónico (22,56 g, 0,235 moles). La mezcla de reacción se lleva a reflujo de n-butanol a 140°C. El medio se vuelve homogéneo al cabo de 3 a 4 horas de agitación. A la mezcla enfriada a temperatura ambiente se añade dibutilamina (8,27 g, 0,064 moles) y el medio se agita durante aproximadamente 15 minutos. A continuación se añade la octadecilamina (69 g, 0,256 moles), después el n-butanol se elimina a presión reducida. La aminólisis se realiza a 130°C a presión reducida (5.000 a 10.000 Pa). Después de 3 horas, el medio se enfría a temperatura ambiente. El producto bruto de reacción obtenido se lava con éter dietílico (160 ml) hasta la recogida completa del residuo. El precipitado obtenido se filtra a continuación por el Büchner y se lava varias veces con el mismo disolvente (2 x 200 ml). El producto se seca en vacío y finalmente se obtienen 98 g de un polvo blanco de una composición tensoactiva según la invención.

- 35 RMN ¹H de la mezcla obtenida (CDCl₃+CD₃OD, 1/1):

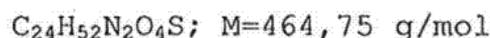
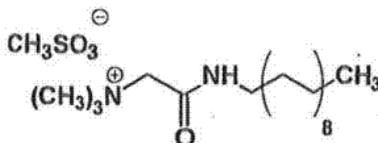
δ 0,90 (t, CH₃ amida + CH₃ sal de amina, ³J 6,7 Hz), 1,29 (sl, (CH₂)₁₅CH₃ amida + (CH₂)₁₅CH₃ sal de amina), 1,56 (m, CH₂CH₂NH amida), 1,67 (m, CH₂CH₂NH₃⁺ sal de amina), 2,78 (s, CH₃SO₃⁻ amida + CH₃SO₃⁻ sal de amina + CH₃SO₃⁻ glicina betaína), 2,91 (m, CH₂CH₂NH₃⁺ sal de amina), 3,26 (m, CH₂CH₂NH amida), 3,30 (s, (CH₃)₃ glicina betaína), 3,35 (s, (CH₃)₃ amida), 3,82 (s, CH₂CO glicina betaína), 4,10 (s, CH₂CO amida).

Composición de la mezcla

Método de tratamiento	e	f	g	h
B	58	35	0	10

e, f, g y h se expresan en porcentaje másico de la mezcla

- 5 El producto resultante del método de tratamiento B se cromatografía en columna de gel de sílice (acetato de etilo-isopropanol-agua (6:3:1 después 5:3:2)) para dar aproximadamente 58 g del mesilato de betainilaminooctadecano.



Sólido blanco; rendimiento: \cong 60%

CCM: Rf 0,5 (acetato de etilo-isopropanol-agua (5:3:2))

IR (nujol) ν (cm^{-1}): 1680 (amida I); 1578 (amida II)

- 10 RMN ^1H (DMSO) :

δ 0,86 (t, 3H, CH_3 , ^3J 6,8 Hz), 1,25 (sl, 30H, $(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$), 1,45 (m, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 2,37 (s, 3H, CH_3SO_3^-), 3,10 (m, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 3,21 (s, 9H, $(\text{CH}_3)_3$), 4,05 (s, 2H, CH_2CO), 8,64 (s, 1H, NH).

RMN ^{13}C (DMSO):

- 15 δ 13,40 (CH_3), 21,63, 24,22, 26,01, 28,27 28,59 30,88 (CH_2 alif.), 38,50 (CH_2NH), 39,42 (CH_3SO_3^-), 53,35 ($(\text{CH}_3)_3$), 64,24 (CH_2CO), 162,66 (CH_2CO).

Ejemplo 4: síntesis del mesilato de betainilaminooctadeceno y preparación de la mezcla correspondiente.

- 20 Una suspensión de glicina betaína (25 g, 0,213 moles) en n-butanol (59 ml, 0,64 moles) se realiza en presencia de ácido metanosulfónico (22,56 g, 0,235 moles). La mezcla reactiva se realiza en presencia de ácido metanosulfónico (22,56 g, 0,235 moles). La mezcla reactiva se realiza a reflujo de n-butanol a 140°C. El medio se vuelve homogéneo al cabo de 3 a 4 horas de agitación. A la mezcla enfriada a temperatura ambiente se añade amina oleica (68,5 g, 0,256 moles), después el n-butanol se elimina a presión reducida. La aminólisis se realiza a 130-140°C a presión reducida (5.000 a 10.000 Pa). Después de 3 horas, el medio se enfría a temperatura ambiente. El producto bruto de reacción obtenido (114 g) constituye una composición tensoactiva según la invención.

RMN ^1H del producto bruto de reacción (CDCl_3):

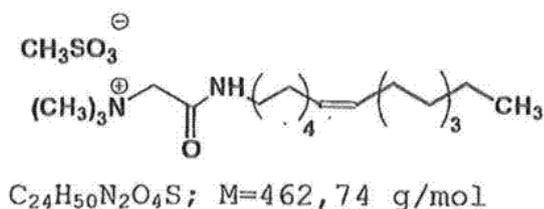
- 25 δ 0,86 (t, CH_3 amida + CH_3 sal de amina + CH_3 amina, ^3J 6,7 Hz), 1,29 (sl, CH_3 $(\text{CH}_2)_6\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2$ $(\text{CH}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}$ amida + sal de amina + amina + $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ amina), 1,52 (m, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$ amida), 1,61 (m, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_3^+$ sal de amina), 1,98 (m, $\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2$ amida + sal de amina + amina), 2,67 (t, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ amina, ^3J 6,8 Hz), 2,73 (s, CH_3SO_3^- amida + CH_3SO_3^- sal de amina + CH_3SO_3^- glicina betaína), 2,87 (m, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_3^+$ sal de amina), 3,21 (m, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$ amida), 3,27 (s, $(\text{CH}_3)_3$ glicina betaína), 3,31 (s, $(\text{CH}_3)_3$ amida), 3,77 (s, CH_2CO glicina betaína, 30 4,08 (s, CH_2CO amida) 5,30 (m, $\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2$ amida + sal de amina + amina).

Composición de la mezcla

Método de tratamiento	e	f	g	h
A	56	31	8	5

e, f, g y h se expresan en porcentaje másico de la mezcla

El producto bruto de reacción se cromatografía en columna de gel de sílice (acetato de etilo-isopropanol-agua (6:3:1 después 5:3:2)) para dar aproximadamente 64 g del mesilato de betainilaminooctadecenoilo.



sólido amorfo blanco; rendimiento: \cong 65%

5 CCM: Rf 0,52 (acetato de etilo-isopropanol-agua (5:3:2))

IR (nujol) ν (cm^{-1}): 1678 (amida I); 1576 (amida II); 1640 (C=C)

RMN 1H (DMSO) :

10 δ 0,84 (t, 3H, CH_3 , 3J 6,7 Hz), 1,23 (sl, 22H, CH_3 (CH_2)₆ $CH_2CH=CHCH_2$ (CH_2)₅ CH_2CH_2NH), 1,40 (m, 2H, CH_2CH_2NH), 1,97 (m, 4H, $CH_2CH=CHCH_2$), 2,33 (s, 3H, $CH_3SO_3^-$), 3,08 (m, 2H, CH_2CH_2NH), 3,20 (s, 9H, (CH_3)₃), 4,07 (s, 2H, CH_2CO), 5,31 (m, 2H, $CH_2CH=CHCH_2$), 8,61 (s, 1H, NH).

RMN ^{13}C (DMSO):

δ 14,08 (CH_3), 22,20, 26,43, 26,65, 26,69 28,69 28,73, 28,80, 28,92, 28,96, 29,17, 29,22, 31,38, 32,04 (CH_2 alif.), 38,66 (CH_2NH), 39,78 ($CH_3SO_3^-$), 53,25 ((CH_3)₃), 63,86 (CH_2CO), 129,74, 129,75 ($CH_2CH=CHCH_2$), 163,19 (CH_2CO).

15 A continuación se indican las propiedades fisico-químicas de ciertos derivados según la invención.

Medición de las tensiones superficiales y de las concentraciones micelares críticas

Las mediciones tensiométricas se efectuaron con ayuda de un tensiómetro de gota según el método de la gota montante (tensiómetro TRACKER, I.T. CONCEPT).

Compuestos anfifilos	ν (mN/m)	CMC (M)
Ésteres		
$C_{18:0}$	37,2	$8 \cdot 10^{-4}$
$C_{18:1}$	36,6	$1 \cdot 10^{-4}$
Amidas		
$C_{18:0}$	36,0	$1,4 \cdot 10^{-4}$
$C_{18:1}$	36,2	$1,2 \cdot 10^{-4}$
Ejemplos de tensoactivos muy utilizados		
APG (C_{12})	33,0	$2,6 \cdot 10^{-4}$
SDS (C_{12})	30,0	$8 \cdot 10^{-3}$

20 Estabilidad de los ésteres grasos de la glicina betaina en medio acuoso

La estabilidad del mesilato de betainato de octadecilo se estudia en solución acuosa tampón cuyo pH se fija a diferentes valores comprendidos entre 3 y 9. La concentración inicial de tensoactivo en las muestras tampón es de $3,4 \cdot 10^{-2}$ mol/l. El alcohol graso liberado en el transcurso de la reacción de hidrólisis se extrae del éter dietílico. Después de cada extracción, las muestras se centrifugan (10.000 vueltas/minuto, 10 minutos) para "romper" las emulsiones formadas. La solución etérea se analiza a continuación por cromatografía en fase gaseosa en columna AT1 (polidimetilsiloxano) apolar utilizando n-dodecanol como patrón interno. Las condiciones empleadas son las siguientes: inyector a 320°C, detector a 330°C y gradiente de temperatura en el horno: 200°C (3 min.), 30°C/min (4 min.), 320°C (5 min.). La única figura representa los resultados obtenidos.

30

Ejemplo 5: Formulación de un champú ácido utilizando una mezcla a base de mesilato de betainato de 9-octadecenilo

	Mezcla obtenida en el ejemplo 2	32
	Dietanolamida de copra	4
5	Metilparabeno	0,1
	Propilparabeno	0,1
	Rosa palo de Marruecos (rosa centifolia)	0,5
	Agua desmineralizada	csp 100
	Ácido cítrico	csp pH 5

10 Ejemplo 6: Formulación de un champú ácido utilizando una mezcla a base de mesilato de betainato de octadecilo

	Mezcla obtenida en el ejemplo 1, tratamiento C	18,75
	Dietanolamida de copra	4
	Metilparabeno	0,1
15	Propilparabeno	0,1
	Rosa palo de Marruecos (rosa centifolia)	0,5
	Agua desmineralizada	csp 100
	Ácido cítrico	csp pH 5.

20

REIVINDICACIONES

1. Composición tensoactiva que comprende:

al menos un compuesto de la fórmula (1)



5 y al menos un compuesto seleccionado entre los de las fórmulas (2), (3) y (4)



siendo X un radical sulfonato,

10 siendo R un radical monovalente de fórmula $C_{2n}H_{2(2n-m)+1}$, que contiene 2n átomos de carbono, y m dobles enlaces, con $9 \leq n \leq 11$, $0 \leq m \leq 3$ si $n = 9$, y $0 \leq m \leq 1$ si $n > 9$, y

seleccionándose Z entre un átomo de oxígeno y un grupo -NH-, un compuesto de fórmula XH que eventualmente está combinado con al menos un compuesto de fórmula RNH_2 para formar al menos un compuesto de fórmula $X^- RN^+H_3$.

15 2. Composición según la reivindicación 1, que comprende de forma prácticamente exclusiva los compuestos de dichas fórmulas (1), (2), (3) y (4).

3. Composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

20	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-O-R$	50 ± 10
	ROH	19 ± 10
	XH	23 ± 10
	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-OH$	0 a 18.

4. Composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

25	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-O-R$	72 ± 10
	ROH	0 a 20
	XH	0 a 18
	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-OH$	0 a 20.

30 5. Composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-O-R$	80 ± 10
	ROH	20 ± 10

6. Composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual $m = 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

35	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-O-R$	70 ± 10
	ROH	26 ± 10
	XH	0 a 14.

7. Composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual $m > 0$ y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

40	$X^- (CH_3)_3N^+-CH_2-CO-O-R$	48 ± 10
----	-------------------------------	-------------

ROH	36 ± 10
XH	14 ± 10
X ⁻ (CH ₃) ₃ N ⁺ -CH ₂ -CO-OH	0 a 12.

5 **8.** Composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual m = 0 y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

X ⁻ (CH ₃) ₃ N ⁺ -CH ₂ -CO-NH-R	58 ± 10
X ⁻ RN ⁺ H ₃	35 ± 10
X ⁻ (CH ₃) ₃ N ⁺ -CH ₂ -CO-OH	0 a 20.

10 **9.** Composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual m > 0 y los compuestos que constituyen la composición son los siguientes, en los porcentajes en peso indicados:

X ⁻ (CH ₃) ₃ N ⁺ -CH ₂ -CO-NH-R	56 ± 10
X ⁻ RN ⁺ H ₃	31 ± 10
RNH ₂	0 a 18.
X ⁻ (CH ₃) ₃ N ⁺ -CH ₂ -CO-OH	0 a 15.

15 **10.** Composición según una de las reivindicaciones precedentes, en la cual X se selecciona entre los radicales metanosulfonato, paratoluenosulfonato y canfosulfonato.

20 **11.** Procedimiento para la preparación de una composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual se hace reaccionar la glicina betaína con un ácido sulfónico y un compuesto de fórmula ROH en ausencia de otros disolventes, estando comprendida la relación molar de ácido sulfónico a glicina betaína entre 2 y 3, y estando comprendida la relación molar del compuesto ROH a glicina betaína entre 1 y 1,5.

12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el cual la reacción se realiza a una temperatura comprendida entre 130 y 140°C durante 6 a 8 horas.

13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 11 y 12, en el cual la reacción se realiza a una presión reducida, comprendida preferentemente entre 5.000 y 10.000 Pa.

25 **14.** Procedimiento según una de las reivindicaciones 11 a 13, en el cual m = 0 y la mezcla de reacción se trata con un disolvente orgánico apropiado para disolver preferentemente los compuestos distintos de X⁻ (CH₃)₃N⁺-CH₂-CO-O-R contenidos en ella, de manera a obtener un precipitado enriquecido en X⁻ (CH₃)₃N⁺-CH₂-CO-O-R.

15. Procedimiento según la reivindicación 14, en el cual dicho disolvente orgánico se selecciona entre éter dietílico, etanol y n-butanol.

30 **16.** Procedimiento para la preparación de una composición según una de las reivindicaciones 1 y 2, en la cual la glicina betaína se hace reaccionar con un ácido sulfónico y n-butanol en ausencia de otros disolventes, estando comprendida la relación molar de ácido sulfónico a glicina betaína entre 1 y 1,3, y estando comprendida la relación molar de n-butanol a glicina betaína entre 2 y 4, para formar agua y el sulfonato del éster n-butílico de glicina betaína, el cual, después de haber eliminado el agua y el n-butanol, se hace reaccionar con el compuesto de fórmula
35 RNH₂, estando comprendida la relación molar de este compuesto a la glicina betaína entre 1 y 1,2.

17. Procedimiento según la reivindicación 16, en el cual la reacción de la glicina betaína con el ácido sulfónico y el n-butanol se realiza a una temperatura comprendida entre 130 y 140°C, a reflujo de n-butanol, durante 3 a 5 horas, a presión atmosférica, de forma a realizar la eliminación azeotrópica del agua.

40 **18.** Procedimiento según una de las reivindicaciones 16 y 17, en el cual, antes del compuesto de fórmula RNH₂, se añade una base orgánica fuerte e impedida, especialmente dibutilamina, estando comprendida la relación molar de dicha base a la glicina betaína entre 0,1 y 0,4.

19. Procedimiento según una de las reivindicaciones 16 a 18, en el cual m = 0 y la mezcla de reacción se trata con un disolvente orgánico adecuado para disolver preferentemente el compuesto RNH₂, de manera a obtener un precipitado enriquecido en X⁻ (CH₃)₃N⁺-CH₂-CO-NH-R.

45 **20.** Procedimiento según la reivindicación 19, en el cual dicho disolvente orgánico es éter dietílico.

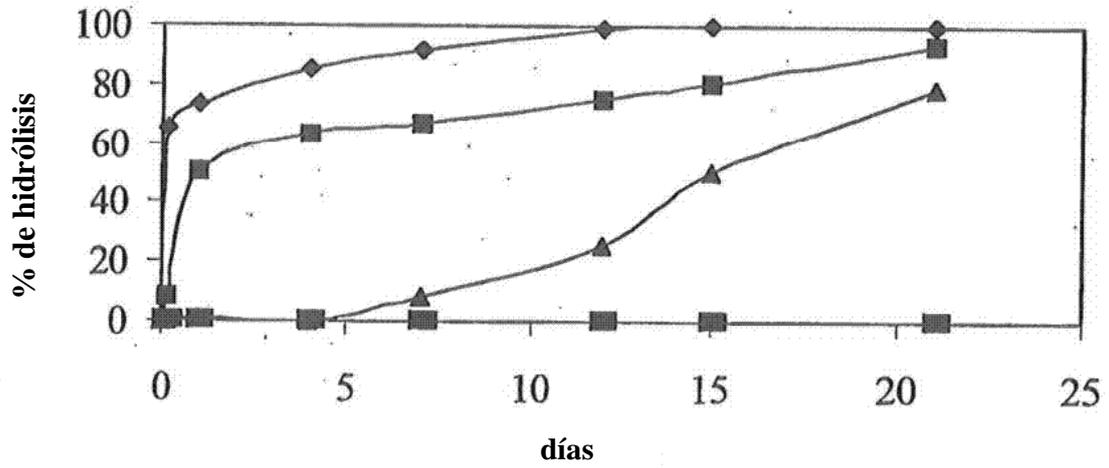
21. Procedimiento según una de las reivindicaciones 11 a 20, en el cual dicho ácido sulfónico se selecciona entre ácido metanosulfónico, ácido paratoluenosulfónico y ácido canfosulfónico.

22. Cosmético, en particular jabón líquido, baño de espuma, gel de ducha o champú y, especialmente, champú ácido, que comprende de 0,2 a 60% y, preferentemente, de 10 a 45% en peso de una composición según una de las reivindicaciones 1 a 10, y de 99,8 a 40% y, preferentemente, de 90 a 55% en peso de excipientes apropiados en cosmetología.

5 **23.** Cosmético según la reivindicación 22, en el cual los excipientes se seleccionan entre los espesantes, texturantes, agentes de acondicionamiento, suavizantes, formadores de complejos, perfumes, agentes nacarizantes, conservantes, acidificantes y agua purificada.

10 **24.** Cosmético según la reivindicación 23, en el cual los excipientes comprenden como texturantes dietanolamidas de ácidos grasos, especialmente la dietanolamida de copra, en un contenido que no sobrepasa el 10% en peso del cosmético.

Estudio de estabilidad del mesilato de betainato de octadecilo



—◆— pH 8,14 —■— pH 7,48 —▲— pH 6,57 —■— pH 5;4;3