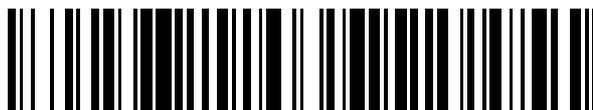


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 496 670**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)

C07C 233/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.03.2009 E 09727925 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.08.2014 EP 2274272**

54 Título: **Procedimiento continuo para la preparación de alcanolamidas de ácidos grasos**

30 Prioridad:

04.04.2008 DE 102008017214

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

19.09.2014

73 Titular/es:

**CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED (100.0%)
Citco Building Wickhams Cay P.O. Box 662
Road Town, Tortola, VG**

72 Inventor/es:

**KRULL, MATTHIAS y
MORSCHHÄUSER, ROMAN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 496 670 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 continuo para la preparación de alcanolamidas de ácidos grasos

5 Unos derivados de ácidos grasos, que llevan grupos funcionales con un carácter hidrófilo, encuentran una extensa utilización como sustancias tensioactivas. Una importante clase de tales sustancias tensioactivas son unos compuestos anfífilos no iónicos, que se emplean en gran medida, por ejemplo, como agentes emulsionantes, agentes protectores contra la corrosión, agentes lubricantes y de refrigeración en la elaboración de metales, como aditivos para el carácter lubricante en la industria de los aceites minerales, como agentes antiestáticos para poliolefinas al igual que también como materias primas para la producción de agentes de lavado, concentrados de agentes de limpieza, detergentes, productos cosméticos y farmacéuticos.

15 Presentan un interés especial en este contexto en particular unas alcanolamidas de ácidos grasos, que llevan por lo menos un radical alquilo unido a través de un grupo de amida, que está sustituido por su parte con por lo menos un grupo hidroxilo que confiere un carácter hidrófilo. Éste se puede derivatizar también posteriormente antes de la utilización propiamente dicha, por ejemplo mediante una conversión química con unos óxidos de alquileo tales como óxido de etileno, propileno o butileno, o respectivamente mediante una oxidación con unos adecuados agentes oxidantes. Tales amidas tienen, en comparación con los correspondientes ésteres, una estabilidad frente a la hidrólisis fuertemente aumentada.

20 En el caso de la preparación a escala técnica de las alcanolamidas de ácidos grasos, hasta ahora se estaba recurriendo a unos procedimientos de preparación caros y/o de larga duración, a fin de conseguir un rendimiento comercialmente interesante. Los procedimientos de preparación habituales requieren unos derivados de ácidos carboxílicos activados tales como, por ejemplo, anhídridos de ácidos, halogenuros de ácidos tales como cloruros de ácidos o ésteres, que se hacen reaccionar con unas aminas que llevan grupos hidroxilo, en lo sucesivo designadas como alcanolaminas, o respectivamente una activación in situ de los reaccionantes mediante el empleo de unos reactivos de acoplamiento tales como la N,N'-diciclohexil-carbodiimida. En el caso de estos procedimientos de preparación resultan parcialmente unas grandes cantidades de unos productos secundarios indeseados tales como alcoholes, ácidos y sales, que tienen que ser separados con respecto del producto y ser evacuados como desechos. Sin embargo, también los restos de estos productos auxiliares y secundarios, que quedan en los productos, pueden dar lugar parcialmente a unos efectos muy indeseados. Así, por ejemplo, ciertos iones de halogenuros así como también ciertos ácidos conducen a una corrosión; los reactivos de acoplamiento así como los productos secundarios formados por ellos son parcialmente tóxicos, sensibilizadores o también carcinógenos.

35 La condensación térmica directa, que es digna de pretenderse, de un ácido carboxílico y una alcanolamina no conduce a ningunos resultados satisfactorios, puesto que diversas reacciones secundarias disminuyen el rendimiento y perjudican parcialmente también a las propiedades de los productos. En este contexto es problemática, por una parte, la bisfuncionalidad de las alcanolaminas que, junto a la formación de amidas, da lugar en considerable medida a la formación de ésteres. Puesto que los ésteres de alcanolaminas tienen otras propiedades distintas, tales como, por ejemplo, una estabilidad frente a la hidrólisis manifiestamente más pequeña y una solubilidad en agua más pequeña, en la mayoría de los usos ellos son indeseados como un producto secundario. Además de esto, unas éster-amidas, en las que tanto el grupo amino así como también el grupo hidroxilo están acilados, conducen en soluciones de agentes tensioactivos a unos enturbiamientos indeseados. Ciertamente, la porción de éster puede ser transformada en unas amidas, por lo menos parcialmente mediante un tratamiento térmico, siendo perjudicados, sin embargo, a causa de los largos períodos de tiempo de reacción que son necesarios para ello, muy frecuentemente el color y el olor de las alcanolamidas que han sido preparadas de esta manera. No obstante, una separación de las porciones de ésteres así como también de las porciones de éster-amidas es difícil o incluso no es posible en absoluto, debido a las propiedades físicas, que son muy similares en la mayoría de los casos. Como otras reacciones secundarias indeseadas, se observan, por ejemplo, una descarboxilación del ácido carboxílico y unas reacciones de oxidación así como también de eliminación del grupo amino durante el largo calentamiento, que es necesario para la consecución de unos altos grados de conversión. Por regla general, estas reacciones secundarias conducen, por ejemplo por medio de una oxidación de la amina, a unos productos secundarios coloreados, y, en particular, para los usos cosméticos, no es posible producir unos productos incoloros deseados con unos índices cromáticos según Hazen (de acuerdo con la norma DIN/ISO 6271) de, por ejemplo, menos que 250. Lo citado en último lugar requiere unas etapas de procedimiento adicionales, tales como por ejemplo el blanqueo, lo que sin embargo por su parte requiere la adición de otras sustancias auxiliares, y frecuentemente conduce a un perjuicio, asimismo indeseado, del olor de las amidas o a unos productos secundarios indeseados tales como unos peróxidos y sus productos de degradación.

60 Un enfoque más reciente para la síntesis de amidas es la reacción apoyada por microondas de ácidos carboxílicos y aminas para dar amidas.

65 Así, Gelens y colaboradores, Tetrahedron Letters 2005, 46(21), 3751-3754, divulgan un gran número de amidas, que habían sido sintetizadas mediando toma de ayuda de una radiación de microondas. Entre ellas se cuenta también la monoetanolamida del ácido benzoico, que se obtiene con un rendimiento de 66 %. Las síntesis se efectuaron en unos recipientes con una capacidad de 10 ml.

Massicot y colaboradores, *Synthesis* 2001 (16), 2441-2444, describen la síntesis de unas diamidas del ácido tartárico a la escala de milimoles. En el caso de la amidación con etanolamina se alcanza un rendimiento de 68 % de la diamida.

R. Martínez-Palou y colaboradores, *SYNLETT* (2003), 1847 - 1849 enseñan un procedimiento para la síntesis de compuestos de 2-alkil-1-(2-hidroxi-etil)-2-imidazol de cadena larga y de sus moléculas precursoras de amidas. En este caso, la aminoetiletanolamina se condensa con diversos ácidos grasos sin la utilización de disolventes mediando una irradiación con microondas y una adición de CaO. El documento de solicitud de patente europea EP-A-0 884 305 divulga la amidación del 2-amino-octadecanodiol-1,3 con el ácido 2-hidroxi-esteárico mediando una irradiación con microondas a la escala de milimoles, formándose unas ceramidas con un rendimiento de aproximadamente 70 %.

Sin embargo, el aumento de la escala de tales reacciones apoyadas por microondas desde la de laboratorio hasta una escala técnica y, por consiguiente, el desarrollo de unas instalaciones, que son adecuadas para una producción de varias toneladas tales como, por ejemplo, varias decenas, varios cientos y varios millares de toneladas por año, con unos rendimientos de espacio-tiempo interesantes para usos a gran escala técnica, no se podían realizar hasta ahora. La causa original de esto es, por un lado, la profundidad de penetración de las microondas en el material de reacción, que usualmente está restringida a desde algunos milímetros hasta unos pocos centímetros, lo que restringe en particular a unos recipientes pequeños a las reacciones llevadas a cabo en un procedimiento discontinuo (por tandas), o que en unos reactores sometidos a agitación conduce a unos períodos de tiempo de reacción muy largos. A un aumento de la intensidad de campo, que es deseable para la irradiación con microondas de grandes cantidades de sustancias se le han establecido hasta ahora unos estrechos límites por los procesos de descarga eléctrica y por la formación de un plasma que aparecen entonces, en particular en los aparatos multimodales empleados hasta ahora de manera preferida para el aumento de la escala de las reacciones químicas. Además de ello, la heterogeneidad del campo de microondas, que es provocada por unas reflexiones más o menos descontroladas de las microondas que son irradiadas dentro de los hornos de microondas en las paredes de éstos y por el material de reacción, y que conduce en los aparatos de microondas multimodales que se emplean usualmente a unos sobrecalentamientos locales del material de reacción, plantea problemas en el caso del aumento de la escala. Además de ello, el coeficiente de absorción de microondas de la mezcla de reacción, que se modifica con frecuencia durante la reacción, plantea dificultades en lo que respecta a una realización segura y reproducible de la reacción.

C, Chen y colaboradores, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 1990, 807 - 809 describen un reactor continuo de microondas de laboratorio, en cuyo caso el material de reacción es conducido a través de un serpentín tubular de teflón montado en un horno de microondas. Un similar reactor continuo de microondas de laboratorio es descrito por Cablewski y colaboradores, *J. Org. Chem.* 1994, 59, 3408-3412 para la realización de las más diversas reacciones químicas. En ambos casos, el aparato de microondas que se hace funcionar multimodalmente no permite ningún aumento de la escala en la región de la gran escala técnica. Su grado de efecto, en lo que respecta a la absorción de las microondas por el material de reacción, es bajo a causa de la energía de microondas que es distribuida más o menos homogéneamente en el recinto del sistema aplicador en los sistemas aplicadores de microondas multimodales y que no está enfocada hacia el serpentín tubular. Un fuerte aumento de la potencia irradiada de microondas puede conducir a unas indeseadas descargas en plasma. Por lo demás, las heterogeneidades espaciales del campo de microondas, denominadas como zonas calientes (en inglés hot spots), que se modifican cronológicamente, hacen imposible una realización segura y reproducible de la reacción a gran escala.

Además, se conocen unos sistemas aplicadores de microondas monomodales o respectivamente de una única modalidad, en cuyos casos se trabaja con una única modalidad de ondas, que se propaga solamente en una dirección del espacio y se enfoca hacia el recipiente de reacción por medio de unos conductores de ondas que están dimensionados de una manera exacta. Estos aparatos permiten ciertamente unas intensidades de campo locales más altas, pero hasta ahora están limitados en la escala de laboratorio a unos pequeños volúmenes de reacción (≤ 50 ml), debido a los requisitos geométricos (p.ej. la intensidad del campo eléctrico es máxima en sus cúspides de ondas y tiende a cero en los puntos de nudos).

Por lo tanto se buscaba un procedimiento para la preparación de alcanolamidas de ácidos grasos, en el que un ácido carboxílico y una alcanolamina se puedan hacer reaccionar directamente para dar la alcanolamida también a gran escala técnica mediando una irradiación con microondas. En este caso, se deben de conseguir unos grados de conversión y unos rendimientos lo más altos que sean posibles, es decir hasta cuantitativos. En particular, en este caso, la proporción de productos secundarios, tales como unos ésteres de alcanolaminas y unas éster-amidas, debe de ser lo más baja que sea posible. El procedimiento debe de hacer posible por lo demás una preparación de las alcanolamidas de ácidos grasos lo más ahorrativa de energía que sea posible, es decir que la potencia de microondas que se *emplea debe* de ser absorbida de una manera lo más cuantitativa que sea posible por el material de reacción, y el procedimiento debe de ofrecer por lo tanto un alto grado de efecto energético. Las alcanolamidas deben de tener además una coloración propia lo más pequeña sea posible. Además de ello, el procedimiento debe de garantizar una realización segura y reproducible de la reacción.

Sorprendentemente, se encontró que se pueden preparar unas alcanolamidas de ácidos grasos en unas cantidades técnicamente relevantes mediante una reacción directa de unos ácidos grasos con unas alcanolaminas en un procedimiento continuo por un calentamiento solamente breve mediante una irradiación con microondas en un tubo de reacción, cuyo eje longitudinal se encuentra situado en la dirección de propagación de las microondas de un sistema aplicador monomodal de microondas. En este caso, la energía de microondas irradiada en el sistema aplicador de microondas es absorbida de una manera prácticamente cuantitativa por el material de reacción. El procedimiento conforme al invento posee, además de ello, una alta seguridad en el caso de la realización, y ofrece una alta reproducibilidad de las condiciones de reacción ajustadas. Las alcanolamidas preparadas según el procedimiento conforme al invento no contienen proporciones ningunas o respectivamente sólo insignificantes de ésteres de alcanolaminas y de éster-amidas. Ellas muestran, en comparación con los procedimientos convencionales de preparación, una alta pureza y una baja coloración propia, que no eran accesibles sin unas etapas adicionales de procedimiento.

Es objeto del invento un procedimiento continuo para la preparación de alcanolamidas de ácidos grasos, en el que se hace reaccionar por lo menos un ácido graso de la fórmula (I)



en la que R^3 representa un radical hidrocarbilo alifático con 5 hasta 50 átomos de C, eventualmente sustituido, con por lo menos una alcanolamina de la fórmula II



en la que

R^1 representa un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de C, que lleva por lo menos un grupo hidroxilo, y R^2 representa hidrógeno, R^1 o un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de C, para dar una sal de amonio, y esta sal de amonio se convierte químicamente a continuación en la alcanolamida de ácido graso, mediando una irradiación con microondas en un tubo de reacción, cuyo eje longitudinal se encuentra situado en la dirección de propagación de las microondas de un sistema aplicador monomodal de microondas, efectuándose la irradiación de la sal con microondas en un tubo de reacción ampliamente transparente para las microondas, dentro de un conductor hueco unido con un generador de microondas a través de unos conductores de ondas.

Unas alcanolamidas de ácidos grasos, que tienen un contenido de amino-ésteres y de éster-amidas de menos que 5 % en moles se pueden preparar mediante una reacción de por lo menos un ácido graso de la fórmula I



en la que R^3 representa un radical hidrocarbilo alifático con 5 hasta 50 átomos de C, eventualmente sustituido, con por lo menos una alcanolamina de la fórmula



en la que

R^1 representa un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de C, que lleva por lo menos un grupo hidroxilo, y R^2 representa hidrógeno, R^1 o un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de C, para dar una sal de amonio y mediante una conversión química subsiguiente de esta sal de amonio en la alcanolamida de ácido graso mediando una irradiación con microondas en un tubo de reacción, cuyo eje longitudinal se encuentra situado en la dirección de propagación de las microondas de un sistema aplicador monomodal de microondas.

Como ácidos grasos de la fórmula I son apropiados por lo general unos compuestos, que poseen por lo menos un grupo carboxilo junto a un radical hidrocarbilo alifático con 5 hasta 50 átomos de C, eventualmente sustituido. En una forma preferida de realización, el radical hidrocarbilo alifático es un radical alquilo o alquenilo sin sustituir. En otra forma preferida de realización, el radical hidrocarbilo alifático es un radical alquilo o alquenilo sustituido, que lleva uno o varios, tal como, por ejemplo, dos, tres, cuatro o más otros sustituyentes. Unos adecuados sustituyentes son, por ejemplo, átomos de halógeno, radicales alquilo halogenados, grupos alcoxi de C_1-C_5 tales como, por ejemplo, grupos metoxi, poli(alcoxi de C_1-C_5), poli(alcoxi de C_1-C_5)alquilo, carboxilo, de éster, de amida, ciano, nitrilo, nitro, de ácido sulfónico y/o arilo con 5 hasta 20 átomos de carbono, tales como, por ejemplo, unos grupos fenilo, con la condición de que éstos han de ser estables en las condiciones de reacción y no han de participar en reacciones secundarias de ningún tipo, tales como por ejemplo reacciones de eliminación. Los grupos arilo de C_5-C_{20} pueden llevar, por su parte, de nuevo unos sustituyentes tales como, por ejemplo, átomos de halógeno, radicales alquilo halogenados, grupos alquilo de C_1-C_{20} , alquenilo de C_2-C_{20} , alcoxi de C_1-C_5 tales como, por ejemplo grupos metoxi, de éster, de amida, ciano, nitrilo y/o nitro. El radical hidrocarbilo alifático R^3 lleva, no obstante, a lo sumo tantos sustituyentes como valencias tiene. En una forma especial de realización, el radical hidrocarbilo alifático R^3 lleva otros grupos carboxilo. Así, el procedimiento conforme al invento es adecuado asimismo para la amidación de unos ácidos policarboxílicos que tienen, por ejemplo, dos, tres, cuatro o más grupos carboxilo. En el caso de la

reacción de unos ácidos policarboxílicos con unas aminas primarias de acuerdo con el procedimiento conforme al invento se pueden formar también unas imidas.

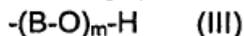
5 Se prefieren especialmente en este contexto unos ácidos grasos (I), que llevan un radical hidrocarbilo alifático con 6 hasta 30 átomos de C, y en particular con 7 hasta 24 átomos de C, tal como por ejemplo con 8 hasta 20 átomos de C. Ellos pueden ser de origen natural o sintético. El radical hidrocarbilo alifático puede contener también unos heteroátomos tales como, por ejemplo, de oxígeno, nitrógeno, fósforo y/o azufre, sin embargo, de manera preferida no más que un heteroátomo por cada 3 átomos de C.

10 Los radicales hidrocarbilo alifáticos pueden ser lineales, ramificados o cíclicos. El grupo carboxilo puede estar unido a un átomo de C primario, secundario o terciario. De manera preferida, él está unido a un átomo de C primario. Los radicales hidrocarbilo pueden ser saturados o insaturados. Los radicales hidrocarbilo insaturados contienen uno o varios enlaces dobles de C=C y de manera preferida, uno, dos o tres enlaces dobles de C=C. De manera preferida, no se encuentra ningún enlace doble en una posición α,β con respecto al grupo carboxilo. Así, el procedimiento
15 conforme al invento se ha acreditado especialmente para la preparación de alcanolamidas de ácidos grasos insaturados múltiples veces, puesto que los enlaces dobles de los ácidos grasos insaturados no son atacados en las condiciones de reacción del procedimiento conforme al invento. Unos radicales hidrocarbilo alifáticos cíclicos preferidos poseen por lo menos un anillo con cuatro, cinco, seis, siete, ocho o más átomos en el anillo.

20 Unos ácidos grasos alifáticos adecuados son, por ejemplo, los ácidos hexanoico, ciclohexanoico, heptanoico, octanoico, decanoico, dodecanoico, tridecanoico, tetradecanoico, 12-metil-tridecanoico, pentadecanoico, 13-metil-tetradecanoico, 12-metil-tetradecanoico, hexadecanoico, 14-metil-pentadecanoico, heptadecanoico, 15-metil-hexadecanoico, 14-metil-hexadecanoico, octadecanoico, iso-octadecanoico, icosanoico, docosanoico y tetracosanoico, así como los ácidos miristoleico, palmitoleico, hexadecadienoico, delta-9-cis-heptadecenoico, oleico,
25 petrosélico, vaccénico, linoleico, linolénico, gadoleico, gondoico, icosadienoico, araquidónico, cetoleico, erúxico, docosadienoico y tetracosenoico, así como ácido dodecenil-succínico, ácido octadecenil-succínico y sus mezclas. Por lo demás, son adecuadas unas mezclas de ácidos grasos que se han obtenido a partir de grasas y aceites naturales, tales como, por ejemplo, aceite de semillas de algodón, de coco, de cacahuete, de cártamo, de maíz, de pepita de palma, de colza, de oliva, de semillas de mostaza, de soja o de girasol, así como a partir de aceite de sebo, de huesos y de pescado. Como ácidos grasos o respectivamente mezclas de ácidos grasos para el
30 procedimiento conforme al invento se adecuan asimismo un ácido graso de aceite de tall así como unos ácidos resínicos y nafténicos.

35 R^1 lleva de manera preferida de 2 a 20 átomos de carbono tal como, por ejemplo de 3 a 10 átomos de carbono. De manera más aún preferida, R^1 representa un radical alquilo lineal o ramificado. Este radical alquilo puede estar interrumpido por unos heteroátomos tales como de oxígeno o nitrógeno. R^1 lleva uno o varios, tal como, por ejemplo, dos, tres o más grupos hidroxilo. De manera preferida, el grupo hidroxilo o respectivamente los grupos hidroxilo se encuentra(n) en cada caso junto a un átomo de C primario o secundario del radical hidrocarbilo. Para el caso de que R^2 también represente R^1 , se prefieren unas aminas, que llevan en total a lo sumo 5 y en particular 1, 2 o 3 grupos
40 hidroxilo.

En una forma preferida de realización, R^1 representa un grupo de la fórmula III



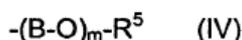
en la que

45 **B** representa un radical alquilenos con 2 hasta 10 átomos de C y
m representa un número de 1 a 500.

De manera preferida, **B** representa un radical alquilenos lineal o ramificado con 2 hasta 5 átomos de C, de manera especialmente preferida representa un radical alquilenos lineal o ramificado con 2 hasta 3 átomos de C, y en particular representa un grupo de la fórmula $-CH_2-CH_2-$, $-CH_2-CH_2-CH_2-$ y/o $-CH(CH_3)-CH_2-$.
50

De manera preferida, **m** representa un número comprendido entre 2 y 300 y en particular un número comprendido entre 3 y 100. En una forma especialmente preferida de realización, **m** representa 1 o 2. En el caso de unas cadenas de alcoxi con $m \geq 3$ y en particular con $m \geq 5$, se puede tratar de una cadena de un polímero de bloques, que
55 contiene bloques alternantes de diferentes unidades de alcoxi, de manera preferida unidades de etoxi y propoxi. En este caso, se puede tratar también de una cadena con una sucesión estadística de las unidades de alcoxi, o de un homopolímero.

60 En una forma preferida de realización, R^2 representa hidrógeno, alquilo de C_1-C_{30} , alquilenos de C_2-C_{30} , cicloalquilo de C_5-C_{12} , arilo de C_6-C_{12} , aralquilo de C_7-C_{30} o un grupo heteroaromático con 5 hasta 12 miembros del anillo. Los radicales hidrocarbilo pueden contener unos heteroátomos tales como, por ejemplo, de oxígeno y/o nitrógeno, así como eventualmente unos sustituyentes tales como, por ejemplo, átomos de halógeno, radicales alquilo halogenados, grupos nitro, ciano, nitrilo y/o amino. En una forma preferida de realización, R^2 representa un grupo de la fórmula IV



en la que

B y **m** tienen los significados indicados para la fórmula (III) y

5 **R⁵** representa un radical hidrocarbilo con 1 hasta 24 átomos de C y en particular representa unos radicales alquilo, alquenilo, arilo o acilo con 1 hasta 24 átomos de C.

De manera especialmente preferida, **R²** representa unos radicales alquilo con 1 hasta 20 átomos de C, en particular con 1 hasta 8 átomos de C, y unos radicales alquenilo con 2 hasta 20 átomos de C, en particular con 2 hasta 8 átomos de C. Estos radicales alquilo y alquenilo pueden ser lineales, ramificados o cíclicos. Unos adecuados radicales alquilo y alquenilo son, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, hexilo, ciclohexilo, decilo, dodecilo, tetradecilo, hexadecilo, octadecilo, iso-estearilo y oleílo.

En otra forma especialmente preferida de realización, **R²** representa un radical alquilo con 1 hasta 4 átomos de C, tal como, por ejemplo, metilo o etilo. En una forma especial de realización, **R²** representa hidrógeno.

El procedimiento conforme al invento se adecua de manera preferida para la preparación de unas alcanolamidas secundarias de ácidos grasos, es decir para la reacción de unos ácidos grasos con unas alcanolaminas, en las que **R¹** representa un radical hidrocarbilo que lleva por lo menos un grupo hidroxilo, con 1 hasta 50 átomos de carbono, y **R²** representa hidrógeno.

El procedimiento conforme al invento se adecua de manera especialmente preferida para la preparación de unas alcanolamidas terciarias de ácidos grasos, es decir para la reacción de unos ácidos grasos con unas alcanolaminas, en las que **R¹** representa un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de carbono, que lleva por lo menos un grupo hidroxilo, y **R²** representa un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de C o un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de carbono, que lleva por lo menos un grupo hidroxilo. En este caso, los significados para **R¹** y **R²** pueden ser iguales o diferentes. En una forma especialmente preferida de realización, los significados para **R¹** y **R²** son en este caso iguales.

30 Ejemplos de unas adecuadas alcanolaminas son aminoetanol, 3-amino-1-propanol, isopropanolamina, N-metil-aminoetanol, N-etil-aminoetanol, N-butyl-etanolamina, N-metil-isopropanolamina, 2-(2-amino-etoxi)etanol, 2-amino-2-metil-1-propanol, 3-amino-2,2-dimetil-1-propanol, 2-amino-2-hidroximetil-1,3-propanodiol, dietanolamina, dipropanolamina, diisopropanolamina, di(dietilenglicol)amina, N-(2-amino-etil)etanolamina, así como unas poli(éter)aminas tales como una poli(etilenglicol)amina y una poli(propilenglicol)amina con en cada caso 4 hasta 50 unidades de óxido de alquileo.

El procedimiento se adecua en particular para la preparación de dietanolamida de ácido octanoico, monoetanolamida de ácido láurico, dietanolamida de ácido láurico, diglicolamida de ácido láurico, monoetanolamida de un ácido graso de coco, dietanolamida de un ácido graso de coco, diglicolamida de un ácido graso de coco, monoetanolamida de ácido esteárico, diglicolamida de ácido esteárico, monoetanolamida de un ácido graso de aceite de tall, dietanolamida de un ácido graso de aceite de tall y diglicolamida de ácido graso de aceite de tall.

En el procedimiento conforme al invento, el ácido graso se hace reaccionar de manera preferida con una cantidad por lo menos equimolar de una alcanolamina y de manera especialmente preferida con un exceso de una alcanolamina. De manera preferida, la reacción entre una alcanolamina y un ácido graso se efectúa, conforme a ello, con unas relaciones molares de por lo menos 1:1 y de manera preferida de entre 100:1 y 1,001:1, de manera especialmente preferida de entre 10:1 y 1,01:1 tal como, por ejemplo, de entre 5:1 y 1,1:1, en cada caso referidas a los equivalentes molares de grupos carboxilo y de grupos amino en la mezcla de reacción. En este caso, los grupos carboxilo se convierten químicamente de manera prácticamente cuantitativa en la amida. En una forma especial de realización, el ácido graso y la amina se emplean en unas cantidades equimolares.

La preparación conforme al invento de las amidas se efectúa mediante una reacción de un ácido graso y una alcanolamina para dar la sal de amonio y una subsiguiente irradiación de la sal con microondas en un tubo de reacción, cuyo eje longitudinal se encuentra situado en la dirección de propagación de las microondas de un sistema aplicador monomodal de microondas.

La irradiación de la sal con microondas se efectúa en un tubo de reacción ampliamente transparente para las microondas, que está situado dentro de un conductor hueco unido con un generador de microondas. De manera preferida, el tubo de reacción se alinea axialmente con el eje central de simetría del conductor hueco.

60 El conductor hueco que actúa como un sistema aplicador de microondas está estructurado de manera preferida como un resonador de cavidad. De manera adicionalmente preferida, las microondas que no han sido absorbidas en el conductor hueco, son reflejadas en su extremo. Mediante una conformación del sistema aplicador de microondas como un resonador del tipo de reflexión, se consiguen un aumento local de la intensidad de campo eléctrico con la misma potencia aportada por el generador y un aprovechamiento aumentado de la energía.

El resonador de cavidad se hace funcionar de manera preferida en la modalidad E_{01n} , representando n un número entero e indicando el número de los puntos máximos del campo de la microonda a lo largo del eje central de simetría del resonador. En el caso de este funcionamiento, el campo eléctrico está orientado en la dirección del eje central de simetría del resonador de cavidad. Éste tiene en la región del eje central de simetría un valor máximo y disminuye hacia la superficie de la envoltura hasta el valor cero. Esta configuración del campo se presenta con simetría de rotación alrededor del eje central de simetría. Según sean la deseada velocidad de circulación del material de reacción a través del tubo de reacción, la requerida temperatura y el requerido período de tiempo de permanencia en el resonador, la longitud del resonador se escogerá en relación con la longitud de onda de la radiación de microondas empleada. De manera preferida, n es un número entero de 1 a 200, de manera especialmente preferida de 2 a 100, en particular de 4 a 50, especialmente de 3 a 20, tal como por ejemplo 3, 4, 5, 6, 7 u 8.

La irradiación de la energía de microondas en el conductor hueco que funciona como un sistema aplicador de microondas se puede efectuar a través de unos agujeros o de unas rendijas dimensionados/as de una manera adecuada. En una forma de realización especialmente preferida conforme al invento, la irradiación con microondas de la sal de amonio se efectúa en un tubo de reacción, que se encuentra situado dentro de un conductor hueco con una transición coaxial de las microondas. Unas disposiciones de microondas especialmente preferidas para este procedimiento están constituidas por un resonador de cavidad, por una disposición de acoplamiento para la incorporación y el acoplamiento de un campo de microondas en el resonador de cavidad, y por dos paredes frontales situadas enfrentadas entre sí, cada una con un orificio, para guiar al tubo de reacción a través del resonador. La incorporación y el acoplamiento de las microondas en el resonador de cavidad se efectúan de manera preferida a través de una barra de acoplamiento, que penetra dentro del resonador de cavidad. De manera preferida, la barra de acoplamiento está estructurada como un tubo conductor interno, de manera preferida metálico, que actúa como una antena de acoplamiento. En una forma especialmente preferida de realización, esta barra de acoplamiento penetra dentro del resonador de cavidad a través de uno de los orificios situados en la parte frontal. De manera especialmente preferida, el tubo de reacción sigue al tubo conductor interno de la transición coaxial y especialmente es conducido a través de su cavidad dentro del resonador de cavidad. De manera preferida, el tubo de reacción se alinea axialmente con un eje central de simetría del resonador de cavidad, para lo cual el resonador de cavidad tiene de manera preferida en cada caso un orificio céntrico junto a dos paredes frontales opuestas para hacer pasar a su través el tubo de reacción.

La alimentación de las microondas en la barra de acoplamiento o respectivamente en el tubo conductor interno que actúa como una antena de acoplamiento, se puede efectuar por ejemplo mediante una conducción de conexión coaxial. En una forma preferida de realización, el campo de microondas se aporta al resonador a través de un conductor hueco, siendo introducido dentro del conductor hueco el extremo de la barra de acoplamiento que sobresale desde el resonador de cavidad, en un orificio, que se encuentra situado en la pared del conductor hueco, y retirándose energía de microondas desde el conductor hueco y acoplándose en el resonador.

En una forma especial de realización, la irradiación con microondas de la sal se efectúa en un tubo de reacción transparente para las microondas, que se encuentra situado de manera axialmente simétrica dentro de un conductor hueco redondo E_{01n} con una transición coaxial de las microondas. En este caso, el tubo de reacción es conducido en el resonador de cavidad a través de la cavidad de un tubo conductor interno que actúa como una antena de acoplamiento. En otra forma preferida de realización, la irradiación con microondas de la sal se efectúa en un tubo de reacción transparente para las microondas, que es conducido a través de un resonador de cavidad E_{01n} con una alimentación axial de las microondas, habiéndose de dimensionar la longitud del resonador de cavidad de tal manera que se formen $n = 2$ o más puntos máximos de campo de la microonda. En otra forma preferida de realización, la irradiación con microondas de la sal se efectúa en un tubo de reacción transparente para las microondas, que es guiado de un modo axialmente simétrico a través de un resonador de cavidad E_{01n} cilíndrico circular con una transición coaxial de las microondas, habiéndose de dimensionar la longitud del resonador de cavidad de tal manera que se formen $n = 2$ o más puntos máximos de campo de la microonda.

Los generadores de microondas, tales como por ejemplo el magnetrón, el clistrón y el girotrón son conocidos para un experto en la especialidad.

Los tubos de reacción, que se emplean para la realización del procedimiento conforme al invento, son fabricados de manera preferida a base de un material que se funde a altas temperaturas, ampliamente transparente para las microondas. De manera especialmente preferida, se emplean unos tubos de reacción no metálicos. Por el concepto de "ampliamente transparente para las microondas" se entienden en este contexto unos materiales, que absorben y transforman en calor la menor cantidad posible de la energía de microondas. Como medida de la capacidad de un material para absorber la energía de microondas y transformarla en calor, se utiliza frecuentemente el factor de pérdida dieléctrica $\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon'$. El factor de pérdida dieléctrica $\tan \delta$ se define como la relación entre la pérdida dieléctrica ϵ'' y la constante dieléctrica ϵ' . Unos ejemplos de los valores de $\tan \delta$ de diversos materiales se reproducen por ejemplo en la obra de D. Bogdal, Microwave-assisted Organic Synthesis (Síntesis orgánica ayudada por microondas), Elsevier 2005. Para unos tubos de reacción adecuados conforme al invento se prefieren unos materiales con unos valores de $\tan \delta$, medidos a 2,45 GHz y 25 °C, de por debajo de 0,01, en particular de por debajo de 0,005 y especialmente de por debajo de 0,001. Como unos preferidos materiales transparentes para las

microondas y térmicamente estables entran en consideración en primer lugar unos materiales constituidos sobre una base mineral tales como por ejemplo cuarzo, óxido de aluminio, óxido de zirconio y compuestos similares. También unos materiales sintéticos térmicamente estables, tales como en particular unos polímeros fluorados, tales como, por ejemplo, teflón, y unos materiales sintéticos técnicos, tales como un polipropileno, o unas poli(aril-éter-cetonas) tales como, por ejemplo, una poli(éter-éter-cetona) (PEEK) reforzada con fibras de vidrio, son adecuados como materiales para los tubos. Con el fin de resistir a las condiciones de temperatura durante la reacción, como materiales para los reactores se han acreditado en particular unos minerales tales como cuarzo u óxido de aluminio, revestidos con estos materiales sintéticos.

Unos tubos de reacción especialmente adecuados para el procedimiento conforme al invento tienen un diámetro interno de desde un milímetro hasta 50 cm, especialmente situado entre 2 mm y 35 cm, tal como por ejemplo entre 5 mm y 15 cm. Por el concepto de "tubos de reacción" se entienden en el presente contexto unos recipientes, cuya relación de la longitud al diámetro es mayor que 5, que de manera preferida está situada entre 10 y 100.000, de manera especialmente preferida entre 20 y 10.000, tal como por ejemplo entre 30 y 1.000. Por el concepto de "la longitud del tubo de reacción" se entiende en este contexto el tramo del tubo de reacción, en el que se efectúa la irradiación con microondas. En el tubo de reacción pueden ser incorporados unos elementos perturbadores de la circulación y/u otros elementos mezcladores.

Unos resonadores de cavidad E_{01} especialmente adecuados para el procedimiento conforme al invento tienen de manera preferida un diámetro, que corresponde por lo menos a la mitad de la longitud de onda de la radiación de microondas que se utiliza. De manera preferida, el diámetro del resonador de cavidad es desde 1,0 hasta 10 veces mayor, de manera especialmente preferida desde 1,1 hasta 5 veces mayor, y en particular desde 2,1 hasta 2,6 veces mayor que la mitad de la longitud de onda de la radiación de microondas que se utiliza. De manera preferida, el resonador de cavidad E_{01} tiene una sección transversal redonda, lo que se designa también como conductor hueco redondo E_{01} . De manera especialmente preferida, éste tiene una forma cilíndrica y especialmente una forma cilíndrica circular.

El tubo de reacción está provisto usualmente, por la entrada, de una bomba dosificadora así como de un manómetro y, por la salida, de un dispositivo de mantenimiento de la presión y de un intercambiador de calor. De esta manera, son posibles unas reacciones en un intervalo muy amplio de presiones y temperaturas.

La reacción de una amina y de un ácido graso para dar la sal de amonio se puede llevar a cabo de manera continua, discontinua o también en procesos semi-discontinuos. Así, la preparación de la sal de amonio se puede llevar a cabo en un proceso (semi)-discontinuo antepuesto, tal como por ejemplo en un recipiente con sistema de agitación. La sal de amonio se genera de manera preferida in situ y no se aísla. En una forma preferida de realización, los eductos (productos de partida) de amina y ácido graso, ambos eventualmente diluidos con disolventes, independientemente unos de otros, son mezclados tan sólo poco antes de la entrada en el tubo de reacción. Así, se ha acreditado especialmente, llevar a cabo la reacción de una amina y de un ácido graso para dar la sal de amonio en un tramo de mezcla, desde el cual la sal de amonio, eventualmente después de una refrigeración intermedia, es transportada hasta dentro del tubo de reacción. De manera adicionalmente preferida, los eductos son aportados al procedimiento conforme al invento en una forma líquida. Para esto, se pueden emplear unos eductos de más alto punto de fusión y/o más altamente viscosos, por ejemplo, en el estado fundido y/o mezclados con disolventes, por ejemplo como una solución, una dispersión o una emulsión. Un catalizador, siempre y cuando que se emplee, se puede añadir a uno de los eductos o también a la mezcla de eductos antes de la entrada en el tubo de reacción. También se pueden hacer reaccionar unos sistemas sólidos, pulverulentos y heterogéneos según el procedimiento conforme al invento, siendo necesarios solamente unos correspondientes dispositivos técnicos para el transporte del material de reacción.

La sal de amonio se puede alimentar dentro del tubo de reacción o bien junto al extremo conducido a través del tubo conductor interno así como también junto al extremo opuesto.

Mediante variación de la sección transversal del tubo, de la longitud de la zona de irradiación (por este concepto se entiende el tramo del tubo de reacción, en el que el material de reacción es sometido a una irradiación con microondas), de la velocidad de circulación, de la geometría del resonador de cavidad, de la potencia irradiada de microondas, así como de la temperatura alcanzada en este caso, se ajustan las condiciones de reacción de tal manera que la temperatura máxima de reacción se alcance del modo más rápido que sea posible y que el período de tiempo de permanencia a la temperatura máxima siga siendo tan breve que aparezcan tan pocas reacciones secundarias o consecutivas como sea posible. Para la compleción de la reacción, eventualmente después de un enfriamiento intermedio, el material de reacción puede pasar varias veces a través del tubo de reacción. En muchos casos se ha acreditado que el producto de reacción sea enfriado inmediatamente después de haber abandonado el tubo de reacción p.ej. mediante una refrigeración por la camisa envolvente o mediante una descompresión. En los casos de unas reacciones que transcurren más lentamente, se ha acreditado frecuentemente que el producto de reacción, después de que éste haya abandonado el tubo de reacción, sea mantenido todavía durante un cierto tiempo a la temperatura de reacción.

Las ventajas del procedimiento conforme al invento se encuentran en una irradiación muy uniforme del material de reacción en el centro de un campo simétrico de microondas dentro de un tubo de reacción, cuyo eje longitudinal está situado en la dirección de propagación de las microondas de un sistema aplicador monomodal de microondas, y en particular dentro de un resonador de cavidad E_{01} , por ejemplo con una transición coaxial. En este caso, el diseño del reactor conforme al invento permite la realización de unas reacciones también en el caso de unas presiones y/o unas temperaturas muy altas. Mediante un aumento de la temperatura y/o de la presión se observa un manifiesto aumento del grado de conversión y del rendimiento también en comparación con los conocidos reactores de microondas, sin que se llegue en este caso a unas indeseadas reacciones secundarias y/o descoloraciones. Sorprendentemente, en este caso se consigue un muy alto grado de efecto en el caso del aprovechamiento de la energía de microondas irradiada dentro del resonador de cavidad, que está situada usualmente por encima de 50 %, frecuentemente por encima de 80 %, parcialmente por encima de 90 % y en casos especiales por encima de 95 %, tal como por ejemplo por encima de 98 % de la potencia irradiada de microondas y, por consiguiente, ofrece unas ventajas económicas así como también ecológicas en comparación con los procedimientos de preparación convencionales así como también en comparación con los procedimientos de microondas del estado de la técnica.

El procedimiento conforme al invento permite, además de ello, una realización controlada, segura y reproducible de la reacción. Puesto que el material de reacción se mueve en el tubo de reacción paralelamente a la dirección de propagación de las microondas, unos conocidos fenómenos de sobrecalentamiento debidos a unas distribuciones incontrolables del campo, que conducen a unos sobrecalentamientos locales por unas intensidades alternantes del campo de microondas, por ejemplo, en las cúspides de ondas y en los puntos de nudo, son compensados por el movimiento de fluidez del material de reacción. Las mencionadas ventajas permiten también trabajar con unas altas potencias de microondas de por ejemplo más que 10 kW o de más que 100 kW y, por consiguiente, en combinación con un período de tiempo de permanencia solamente breve en el resonador de cavidad, realizar unas grandes cantidades de producción de 100 y más toneladas por año en una instalación.

En este contexto fue especialmente sorprendente el hecho de que, a pesar del solamente muy breve período de tiempo de permanencia de la sal de amonio en el campo de microondas en el tubo de circulación atravesado de manera continua por la corriente, tenga lugar una amidación muy amplia con unos grados de conversión que por lo general son de más que 80 %, frecuentemente también de más que 90 %, tal como por ejemplo de más que 95 %, referidos al componente que se emplea en un déficit, sin la formación de unas cantidades dignas de mención de productos secundarios. En el caso de una correspondiente conversión química de estas sales de amonio en un tubo de circulación con el mismo dimensionamiento, mediando un calentamiento térmico por la camisa de envoltura, para la consecución de unas adecuadas temperaturas de reacción se requieren unas extremadamente altas temperaturas de las paredes, que conducían a la formación de unas especies coloreadas, pero que en el mismo intervalo de tiempo dan lugar a una formación solamente pequeña de la amida.

De manera preferida, el aumento de la temperatura condicionado por la irradiación con microondas se puede limitar a como máximo 500 °C, por ejemplo mediante regulación de la intensidad de las microondas, y de la velocidad de circulación de paso y/o mediante refrigeración del tubo de reacción, por ejemplo mediante una corriente de nitrógeno. Se ha acreditado especialmente la realización de la reacción a unas temperaturas comprendidas entre 150 °C y como máximo 400 °C, y especialmente entre 180 °C y como máximo 300 °C, tal como, por ejemplo, a unas temperaturas comprendidas entre 200 °C y 270 °C.

La duración de la irradiación con microondas depende de diversos factores tales como, por ejemplo, la geometría del tubo de reacción, la energía irradiada de microondas, la reacción especial y el deseado grado de conversión. Usualmente, la irradiación con microondas se lleva a cabo en el transcurso de un período de tiempo de menos que 30 minutos, de manera preferida de entre 0,01 segundos y 15 minutos, de manera especialmente preferida de entre 0,1 segundos y 10 minutos, y en particular de entre un segundo y 5 minutos, tal como, por ejemplo, de entre 5 segundos y 2 minutos. La intensidad (potencia) de la radiación de microondas se ajusta en este caso de tal manera que el material de reacción tenga la temperatura máxima deseada al abandonar el resonador de cavidad. En una forma preferida de realización, el producto de reacción, directamente después de haberse terminado la irradiación con microondas, es enfriado del modo más rápido que sea posible a unas temperaturas situadas por debajo de 120 °C, de manera especialmente preferida por debajo de 100 °C y especialmente por debajo de 60°C.

De manera preferida, la reacción se lleva a cabo a unas presiones comprendidas entre 0,01 y 500 bares, de manera especialmente preferida entre 1 bar (la presión atmosférica) y 150 bares y especialmente entre 1,5 bares y 100 bares, tal como, por ejemplo, entre 3 bares y 50 bares. Se ha acreditado especialmente el hecho de trabajar bajo una presión elevada, trabajándose por encima del punto de ebullición (a la presión normal) de los eductos o respectivamente de los productos, del disolvente que está eventualmente presente, y/o del agua de reacción que se ha formado durante la reacción. De manera especialmente preferida, la presión se ajusta a un valor tan alto que la mezcla de reacción permanezca en el estado líquido durante la irradiación con microondas y no hierva.

Para la evitación de unas reacciones secundarias y para la preparación de unos productos lo más puros que sean posibles, se ha acreditado el hecho de manipular los eductos y los productos en presencia de un gas protector inerte tal como, por ejemplo, nitrógeno, argón o helio.

En una forma preferida de realización, para la aceleración o respectivamente para la compleción de la reacción se trabaja en presencia de unos catalizadores deshidratantes. De manera preferida, en este caso se trabaja en presencia de un catalizador inorgánico de carácter ácido, de un catalizador orgánico metálico o de un catalizador orgánico, o de unas mezclas de varios de estos catalizadores.

Como catalizadores inorgánicos de carácter ácido, dentro del sentido del presente invento se han de mencionar, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, un ácido fosfónico, ácido hipofosforoso, sulfato de aluminio hidrato, un alumbre, un gel de sílice de carácter ácido y un hidróxido de aluminio de carácter ácido. Además, por ejemplo, unos compuestos de aluminio de la fórmula general $Al(OR^{15})_3$ y unos titanatos de la fórmula general $Ti(OR^{15})_4$ se pueden emplear como catalizadores inorgánicos de carácter ácido, pudiendo los radicales R^{15} ser en cada caso iguales o diferentes, y estando escogidos independientemente unos de otros entre el conjunto formado por unos radicales alquilo de C_1 - C_{10} , por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, sec.-butilo, terc.-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, sec.-pentilo, neo-pentilo, 1,2-dimetil-propilo, iso-amilo, n-hexilo, sec.-hexilo, n-heptilo, n-octilo, 2-etil-hexilo, n-nonilo o n-decilo, unos radicales cicloalquilo de C_3 - C_{12} , por ejemplo ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, cicloheptilo, ciclooctilo, ciclonoilo, ciclodecilo, cicloundecilo y ciclododecilo; se prefieren los radicales ciclopentilo, ciclohexilo y cicloheptilo. De manera preferida, los radicales R^{15} en $Al(OR^{15})_3$ o respectivamente $Ti(OR^{15})_4$ son en cada caso iguales y se escogen entre el conjunto formado por isopropilo, butilo y 2-etil-hexilo.

Unos preferidos catalizadores orgánicos metálicos de carácter ácido se escogen, por ejemplo, entre el conjunto formado por los óxidos de dialquil-estaño $(R^{15})_2SnO$, estando definido R^{15} tal como se ha señalado anteriormente. Un representante especialmente preferido de los catalizadores orgánicos metálicos de carácter ácido es el óxido de di-n-butil-estaño, que es obtenible comercialmente como el denominado oxo-estaño o como las marcas Fascat[®].

Unos preferidos catalizadores orgánicos de carácter ácido son unos compuestos orgánicos de carácter ácido con, por ejemplo, grupos de fosfatos, grupos de ácidos sulfónicos, grupos de sulfatos o grupos de ácidos fosfónicos. Unos ácidos sulfónicos especialmente preferidos contienen por lo menos un grupo de ácido sulfónico y por lo menos un radical hidrocarbilo saturado o insaturado, lineal, ramificado y/o cíclico con 1 hasta 40 átomos de C, y de manera preferida con 3 hasta 24 átomos de C. En particular, se prefieren unos ácidos sulfónicos aromáticos y especialmente unos ácidos monosulfónicos alquil-aromáticos con uno o varios radicales alquilo de C_1 - C_{28} y en particular los que tienen unos radicales alquilo de C_3 - C_{22} . Unos ejemplos adecuados son ácido metanosulfónico, ácido butanosulfónico, ácido bencenosulfónico, ácido p-toluenosulfónico, ácido xilenosulfónico, ácido 2-mesitilenosulfónico, ácido 4-etil-bencenosulfónico, ácido isopropilbencenosulfónico, ácido 4-butil-bencenosulfónico, ácido 4-octil-bencenosulfónico; ácido dodecibencenosulfónico, ácido di-dodecil-bencenosulfónico y ácido naftalenosulfónico. También unos intercambiadores de iones de carácter ácido se pueden emplear como catalizadores orgánicos de carácter ácido, por ejemplo unas resinas de poli(estireno) que llevan grupos de ácidos sulfónicos, las cuales están reticuladas con aproximadamente 2 % en moles de divinilbenceno.

Para la realización del procedimiento conforme al invento se prefieren especialmente ácido bórico, ácido fosfórico, un ácido polifosfórico y unos ácidos poli(estirenosulfónicos). Se prefieren especialmente unos titanatos de la fórmula general $Ti(OR^{15})_4$ y especialmente tetrabutylato de titanio y tetraisopropilato de titanio.

Si se desea emplear unos catalizadores inorgánicos, orgánicos metálicos u orgánicos de carácter ácido, entonces se empleará conforme al invento de 0,01 a 10 % en peso, de manera preferida de 0,02 a 2 % en peso de un catalizador. En una forma especialmente preferida de realización se trabajará sin ningún catalizador.

En otra forma preferida de realización, la irradiación con microondas se lleva a cabo en presencia de unos catalizadores sólidos de carácter ácido. En este caso, el catalizador sólido se suspende en la sal de amonio reunida eventualmente con un disolvente, o ventajosamente la sal de amonio, reunida eventualmente con un disolvente, se conduce a través de un catalizador de lecho sólido y se somete a una irradiación con microondas. Unos catalizadores sólidos adecuados son, por ejemplo, zeolitas, gel de sílice, una montmorillonita, y un ácido poli(estirenosulfónico) (parcialmente) reticulado, los cuales pueden ser impregnados eventualmente con unas sales metálicas catalíticamente activas. Unos adecuados intercambiadores de iones de carácter ácido, constituidos a base de ácidos poli(estirenosulfónicos), que se pueden emplear como catalizadores de fase sólida, son obtenibles, por ejemplo, de la entidad Rohm & Haas bajo la denominación de marca Amberlyst[®].

Se ha acreditado especialmente el hecho de trabajar en presencia de disolventes a fin de, por ejemplo, disminuir la viscosidad del medio de reacción y/o fluidizar la mezcla de reacción, en particular si ésta es heterogénea. Para esto, en principio se pueden emplear todos los disolventes, que son inertes en las condiciones de reacción usadas y que no reaccionan con los eductos ni respectivamente con los productos formados. Un factor importante en el caso de la elección de los disolventes adecuados es la polaridad de éstos que, por una parte, determina las propiedades de disolución y, por otra parte, determina la magnitud de la interacción con una radiación de microondas. Un factor especialmente importante en el caso de la elección de unos disolventes adecuados es la pérdida dieléctrica ϵ'' de éstos. La pérdida dieléctrica ϵ'' describe la proporción de la radiación de microondas, que es transformada en calor en el caso de la interacción de una sustancia con una radiación de microondas. El valor citado en último lugar se ha acreditado como un criterio especialmente importante para la idoneidad de un disolvente para la realización del procedimiento conforme al invento. Se ha acreditado especialmente el hecho de trabajar en el seno de unos

disolventes, que muestran una absorción de las microondas lo más pequeña que sea posible y que, por consiguiente, sólo proporcionan una pequeña aportación al calentamiento del sistema de reacción. Unos disolventes preferidos para el procedimiento conforme al invento poseen una pérdida dieléctrica ϵ'' medida a la temperatura ambiente y a 2.450 MHz, de menos que 10, y de manera preferida de menos que 1, tal como, por ejemplo, de menos que 0,5. Una recopilación acerca de la pérdida dieléctrica de diversos disolventes se encuentra por ejemplo en la cita bibliográfica "Microwave Synthesis" (Síntesis con microondas) de B. L. Hayes, CEM Publishing 2002. Para el procedimiento conforme al invento son adecuados en particular unos disolventes con unos valores de ϵ'' situados por debajo de 10, tales como N-metil-pirrolidona, N,N-dimetil-formamida o acetona, y en particular unos disolventes con unos valores de ϵ'' situados por debajo de 1. Unos ejemplos de unos disolventes especialmente preferidos con unos valores de ϵ'' situados por debajo de 1 son ciertos hidrocarburos aromáticos y/o alifáticos, tales como por ejemplo tolueno, xileno, etilbenceno, tetralina, hexano, ciclohexano, decano, pentadecano, decalina así como unas mezclas comerciales de hidrocarburos tales como fracciones de bencina, queroseno, Solvent Naptha, y los tipos Shellsol[®] AB, Solvesso[®] 150, Solvesso[®] 200, Exxsol[®], Isopar[®] y Shellsol[®]. Unas mezclas de disolventes, que tienen unos valores de ϵ'' situados de manera preferida por debajo de 10 y especialmente por debajo de 1, son igualmente preferidas para la realización del procedimiento conforme al invento.

En principio, el procedimiento conforme al invento se puede llevar a cabo también en el seno de unos disolventes con unos más altos valores de ϵ'' , de por ejemplo 5 y más altos, tal como en particular con unos valores de ϵ'' de 10 y más altos. El calentamiento acelerado de la mezcla de reacción, que se observa en este caso, requiere sin embargo unas medidas técnicas especiales para el mantenimiento de la temperatura máxima.

Siempre y cuando que se trabaje en presencia de disolventes, la proporción de éstos en la mezcla de reacción está situada de manera preferida entre 2 y 95 % en peso, de manera especialmente preferida entre 5 y 90 % en peso, y en particular entre 10 y 75 % en peso, tal como, por ejemplo, entre 30 y 60 % en peso. De manera especialmente preferida, la reacción se lleva a cabo en ausencia de disolventes.

Por el concepto de "microondas" se designan unos rayos electromagnéticos con una longitud de onda situada entre aproximadamente 1 cm y 1 m, y con unas frecuencias situadas entre aproximadamente 300 MHz y 30 GHz. Este intervalo de frecuencias es adecuado en principio para el procedimiento conforme al invento. De manera preferida, para el procedimiento conforme al invento se utiliza una radiación de microondas con las frecuencias permitidas para unos usos industriales, científicos y médicos, tal como, por ejemplo, con unas frecuencias de 915 MHz, 2,45 GHz, 5,8 GHz o 27,12 GHz.

La potencia de microondas que debe de ser irradiada dentro del resonador de cavidad para la realización del procedimiento conforme al invento es dependiente en particular de la geometría del tubo de reacción y, por consiguiente, del volumen de reacción así como de la duración de la necesaria irradiación. Ella se sitúa usualmente entre 200 W y varios cientos (100) de kW, y en particular entre 500 W y 100 kW, tal como por ejemplo entre 1 kW y 70 kW. Ella puede ser producida por medio de uno o varios generadores de microondas.

En una forma preferida de realización, la reacción se lleva a cabo en un tubo químicamente inerte, resistente a la presión, conduciendo el agua de reacción que se forma así como eventualmente los eductos y, si es que esté presente, un disolvente, a una acumulación de la presión. Después de haberse terminado la reacción, la sobrepresión se puede utilizar mediante una descompresión para la volatilización y la separación del agua de reacción, de los eductos en exceso así como eventualmente del disolvente y/o para el enfriamiento del producto de reacción. En otra forma de realización, el agua de reacción que se ha formado es separada después del enfriamiento y/o de la descompresión mediante unos procedimientos usuales tales como, por ejemplo, una separación de fases, una destilación, una separación por arrastre, una evaporación súbita y/o una absorción.

Para la compleción de la reacción, en muchos casos se ha acreditado el hecho de someter al producto en bruto obtenido, después de haber eliminado el agua de reacción así como eventualmente después de haber descargado el producto y/o el producto secundario, de nuevo a una irradiación con microondas, debiéndose de complementar eventualmente la relación de los reaccionantes empleados en cuanto a los eductos consumidos o deficitarios.

Usualmente unas alcanolamidas preparadas por la ruta conforme al invento resultan en una pureza suficiente para la utilización ulterior. Para unos usos especiales, ellas pueden ser purificadas ulteriormente, no obstante, según unos usuales procedimientos de purificación tales como, por ejemplo, una destilación, una recristalización, una filtración o respectivamente unos procedimientos cromatográficos.

El procedimiento conforme al invento permite una preparación muy rápida, ahorrativa de energía y barata, de unas alcanolamidas de ácidos grasos, en unos altos rendimientos y con una alta pureza, en unas cantidades de gran escala técnica. Mediante la irradiación muy uniforme de la sal de amonio en el centro del campo de microondas que tiene una simetría de rotación, se permite una conducción segura, controlable y reproducible de la reacción. En este caso, mediante un muy alto grado de efecto en el caso del aprovechamiento de la energía irradiada de microondas se consigue una rentabilidad manifiestamente superior a la de los procedimientos conocidos de preparación. En el caso de este procedimiento no resultan ningunas cantidades esenciales de productos secundarios.

En particular, las alcanolamidas preparadas según el procedimiento conforme al invento tienen un contenido solamente pequeño de ésteres de alcanolaminas así como también de éster-amidas. Sus soluciones acuosas son, por lo tanto, transparentes y, al contrario que las correspondientes alcanolamidas de ácidos grasos preparadas mediante una condensación térmica, no tienen ningún enturbiamiento provocado por éster-amidas. La coloración propia de las amidas preparadas conforme al invento corresponde a unos índices cromáticos según Hazen (de acuerdo con la norma DIN/ISO 6271) situados por debajo de 200 y parcialmente por debajo de 150, tal como por debajo de 100, mientras que según unos métodos clásicos, unos índices cromáticos según Hazen situados por debajo de 250 no son accesibles sin unas etapas adicionales de procedimiento. Puesto que las alcanolamidas preparadas de acuerdo con el procedimiento conforme al invento no contienen, además, de un modo condicionado por el procedimiento, ningunos restos de unos reactivos de acoplamiento o respectivamente de sus productos derivados consiguientes, ellas pueden ser empleadas sin problemas también en unos sectores toxicológicamente sensibles tales como, por ejemplo, unas composiciones cosméticas y farmacéuticas.

Las alcanolamidas preparadas de acuerdo con el procedimiento conforme al invento contienen, referido a la totalidad de los ácidos grasos y de los derivados de ácidos grasos que están presentes, de manera preferida menos que 5 % en moles, especialmente menos que 2 % en moles y en particular prácticamente ningún éster ni ninguna éster-amida resultante de la acilación del grupo hidroxilo de la alcanolamina. Por el concepto de "no contiene prácticamente ningún éster ni ningún éster de alcanolamina" se entienden unas alcanolamidas, cuyo contenido total de ésteres y éster-amidas se sitúa por debajo de 1 % en moles y no se puede detectar con los usuales procedimientos de análisis tales como, por ejemplo, la espectroscopía de $^1\text{H-RMN}$.

Unas conversiones tan rápidas y selectivas no se pueden conseguir según unos métodos clásicos y no eran de esperar tan sólo mediante un calentamiento a altas temperaturas. Los productos preparados según el procedimiento conforme al invento son frecuentemente tan puros, que no es necesaria ninguna etapa adicional de elaboración o de tratamiento posterior.

Ejemplos

Las conversiones químicas de las sales de amonio mediando una irradiación con microondas se efectuaron en un tubo de material cerámico (de 60 x 1 cm), que se encontraba de manera axialmente simétrica dentro de un resonador de cavidad cilíndrico (de 60 x 10 cm). Junto a uno de los lados frontales del resonador de cavidad, el tubo de material cerámico discurría a través de la cavidad de un tubo conductor interno que actuaba como una antena de acoplamiento. El campo de microondas producido por un magnetrón, con una frecuencia de 2,45 GHz, se incorporó y acopló mediante la antena de acoplamiento en el resonador de cavidad (sistema aplicador de cavidad E_{01} ; monomodal).

La potencia de microondas se ajustó a lo largo de la duración del ensayo en cada caso de tal manera que la temperatura deseada del material de reacción junto al extremo de la zona de irradiación fuese mantenida constante. Las potencias de microondas mencionadas en las descripciones de los ensayos representan, por lo tanto, el valor medio cronológico de la potencia irradiada de microondas. La medición de la temperatura de la mezcla de reacción se llevó a cabo directamente después de haber abandonado la zona de reacción (un tramo de aproximadamente 15 cm en un capilar aislado de acero inoxidable, con un diámetro \varnothing de 1 cm) mediante un sensor de la temperatura Pt100. La energía de microondas no absorbida directamente por la mezcla de reacción fue reflejada en el lado frontal del resonador de cavidad situado opuestamente a la antena de acoplamiento; la energía de microondas, tampoco absorbida por la mezcla de reacción en el caso del reflujó y que era reflejada de retorno en dirección hacia el magnetrón, se condujo con ayuda de un sistema de prismas (dispositivo circulador) a un recipiente que contenía agua. A partir de la diferencia entre la potencia irradiada y el calentamiento de esta carga de agua se calculó la energía de microondas introducida en el material de reacción.

Mediante una bomba de alta presión y una adecuada válvula de descompresión, la mezcla de reacción fue sometida en el tubo de reacción a una presión de trabajo tal que era suficiente como para mantener siempre en el estado líquido a todos los eductos y productos o respectivamente a todos los productos de la condensación. Las sales de amonio preparadas a partir de un ácido graso y de una amina se bombearon con un caudal de circulación constante a través del tubo de reacción y el período de tiempo de permanencia en la zona de irradiación se ajustó mediante una modificación de la velocidad de circulación.

La analítica del producto se efectuó mediante una espectroscopía de $^1\text{H-RMN}$ a 500 MHz en CDCl_3 . La determinación de los contenidos de hierro se efectuó mediante una espectroscopía de absorción atómica.

Ejemplo 1: Preparación de la monoetanolamida de un ácido graso de coco

En un autoclave con sistema de agitación de la entidad Büchi, que tenía una capacidad de 10 l, se dispusieron previamente 5,1 kg de un ácido graso de coco (25 moles) fundido y se mezclaron lentamente mediando una ligera refrigeración con 1,5 kg de etanolamina (25 moles). En una reacción exotérmica se formó la sal de etanolamonio de un ácido graso de coco.

La sal de amonio así obtenida se bombeó de manera continua en el estado fundido a 120 °C y con una presión de trabajo de 25 bares con un caudal de 5 l/h a través del tubo de reacción, y se sometió a una potencia de microondas de 2,2 kW, de los que un 90 % era absorbido por el material de reacción. El período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en la zona de irradiación fue de aproximadamente 34 segundos. Junto al extremo del tubo de reacción, la mezcla de reacción tenía una temperatura de 265 °C.

Se consiguió un grado de conversión de 94 % del valor teórico. El producto de reacción era prácticamente incoloro. Después de una separación por destilación del agua de reacción y de la etanolamina en exceso, se obtuvieron 6,0 kg de la monoetanolamida de un ácido graso de coco con una pureza de 93,5 %. La monoetanolamida de un ácido graso de coco contenía en total menos que 1 % en moles del aminoéster y de la éster-amida.

Ejemplo 2: Preparación de la N-(2-hidroxiethyl)-amida de ácido láurico

En un autoclave con sistema de agitación de la entidad Büchi, que tenía una capacidad de 10 l, se dispusieron previamente 4,00 kg de ácido láurico (20 moles) fundido y se mezclaron lentamente mediando una refrigeración con 1,34 kg de etanolamina (22 moles). En una reacción exotérmica se formó la sal de monoetanolamónio de ácido láurico.

La sal de amonio así obtenida se bombeó de manera continua en el estado fundido a 120 °C y con una presión de trabajo de 25 bares con un caudal de 5 l/h a través del tubo de reacción, y se sometió a una potencia de microondas de 2,2 kW, de los que un 92 % era absorbido por el material de reacción. El período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en la zona de irradiación fue de aproximadamente 34 segundos. Junto al extremo del tubo de reacción, la mezcla de reacción tenía una temperatura de 270 °C.

Se consiguió un grado de conversión de 96 % del valor teórico. El producto de reacción estaba teñido de un color ligeramente amarillento. Después de una separación por destilación del agua de reacción y de la etanolamina en exceso, se obtuvieron 4,7 kg de la N-(2-hidroxiethyl)-amida de ácido láurico con una pureza de 95 %. La N-monoetanolamida de ácido láurico así obtenida contenía en total menos que 1,5 % en moles del aminoéster y de la éster-amida.

Ejemplo 3: Reacción del ácido láurico con 2-(2-amino-etoxi)etanol

En un autoclave con sistema de agitación de la entidad Büchi, que tenía una capacidad de 10 l, se dispusieron previamente 4,00 kg de ácido láurico (20 moles) fundido y se mezclaron lentamente mediando una ligera refrigeración con 2,1 kg de 2-(2-amino-etoxi)etanol (20 moles). En una reacción exotérmica se formó la sal de amonio.

La sal de amonio así obtenida se bombeó de manera continua en el estado fundido a 90 °C y con una presión de trabajo de 20 bares con un caudal de 4 l/h a través del tubo de reacción, y se sometió a una potencia de microondas de 2,9 kW, de los que un 95 % era absorbido por el material de reacción. El período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en la zona de irradiación fue de aproximadamente 42 segundos. Junto al extremo del tubo de reacción, la mezcla de reacción tenía una temperatura de 265 °C.

Se consiguió un grado de conversión de 95 % del valor teórico. El producto de reacción estaba teñido de un color ligeramente amarillento. Después de una separación por destilación del agua de reacción, se obtuvieron 5,6 kg de la N-lauroil-2-(2-amino-etoxi)etanolamida con una pureza de 94 %. La N-lauroil-2-(2-amino-etoxi)etanolamida así obtenida contenía en total menos que 1 % en moles del aminoéster y de la éster-amida.

Ejemplo 4: Preparación de la bis-(2-hidroxiethyl)-amida de ácido oleico

En un autoclave con sistema de agitación de la entidad Büchi, que tenía una capacidad de 10 l, se dispusieron previamente 5,65 kg de ácido oleico (20 moles) de calidad técnica y se mezclaron lentamente mediando una ligera refrigeración con 2,1 kg de dietanolamina (20 moles). En una reacción exotérmica se formó la sal de dietanolamónio del ácido oleico.

La sal de amonio así obtenida se bombeó de manera continua en el estado fundido a 100 °C y con una presión de trabajo de 25 bares con un caudal de 9,3 l/h a través del tubo de reacción, y se sometió a una potencia de microondas de 3,5 kW, de los que un 93 % era absorbido por el material de reacción. El período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en la zona de irradiación fue de aproximadamente 18 segundos. Junto al extremo del tubo de reacción, la mezcla de reacción tenía una temperatura de 275 °C.

Se consiguió un grado de conversión de 96 % del valor teórico. El producto de reacción estaba teñido de un color amarillento. Después de una separación por destilación del agua de reacción, se obtuvieron 7,1 kg de la bis-(2-hidroxiethyl)-amida de ácido oleico con una pureza de 95 %. La bis-(2-hidroxiethyl)-amida de ácido oleico así obtenida contenía en total menos que 1 % en moles del aminoéster y de la éster-amida.

Ejemplo 5: Preparación de la dietanolamida de un ácido graso de coco

5 En un autoclave con sistema de agitación de la entidad Büchi, que tenía una capacidad de 10 l, se dispusieron previamente 5,1 kg de un ácido graso de coco (25 moles) fundido y se mezclaron lentamente mediando una ligera refrigeración con 2,6 kg de dietanolamina (25 moles). En una reacción exotérmica se formó la sal de dietanolamonio de un ácido graso de coco.

10 La sal de amonio así obtenida se bombeó de manera continua en el estado fundido a 110 °C y con una presión de trabajo de 25 bares con un caudal de 5 l/h a través del tubo de reacción, y se sometió a una potencia de microondas de 2,0 kW, de los que un 92 % era absorbido por el material de reacción. El período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en la zona de irradiación fue de aproximadamente 34 segundos. Junto al extremo del tubo de reacción, la mezcla de reacción tenía una temperatura de 270 °C.

15 Se consiguió un grado de conversión de 92 % del valor teórico. El producto de reacción era prácticamente incoloro. Después de una separación por destilación del agua de reacción, se obtuvieron 7,1 kg de la monoetanolamida de un ácido graso de coco con una pureza de 91 %. La monoetanolamida de un ácido graso de coco así obtenida contenía en total menos que 1 % en moles del aminoéster y de la éster-amida.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo para la preparación de alcanolamidas de ácidos grasos, en el que se hace reaccionar por lo menos un ácido graso de la fórmula (I)

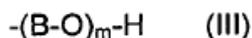


en la que R^3 representa un radical hidrocarbilo alifático con 5 hasta 50 átomos de C, eventualmente sustituido, con por lo menos una alcanolamina de la fórmula II



en la que

R^1 representa un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de C, que lleva por lo menos un grupo hidroxilo, o representa un radical alquilo lineal o ramificado, que puede estar interrumpido por heteroátomos, y que lleva uno o varios grupos hidroxilo, o en donde R^1 representa un grupo de la fórmula III



en la que

B representa un radical alquileo con 2 hasta 10 átomos de C y

m representa un número de 1 a 500, y

R^2 representa hidrógeno, R^1 , un radical hidrocarbilo con 1 hasta 50 átomos de C, un grupo heteroaromático con 5 hasta 12 miembros del anillo, pudiendo los radicales hidrocarbilo llevar unos heteroátomos así como eventualmente unos sustituyentes, o representa un grupo de la fórmula IV



en la que

B representa un radical alquileo con 2 hasta 10 átomos de C, y

m representa un número de 1 a 500, y

R^5 representa un radical hidrocarbilo con 1 hasta 24 átomos de C,

para dar una sal de amonio, y esta sal de amonio se convierte químicamente a continuación en la alcanolamida de ácido graso mediando una irradiación con microondas en un tubo de reacción, cuyo eje longitudinal se encuentra situado en la dirección de propagación de las microondas de un sistema aplicador monomodal de microondas, efectuándose la irradiación con microondas de la sal en un tubo de reacción ampliamente transparente para las microondas, que está situado dentro de un conductor hueco unido con un generador de microondas a través de unos conductores de ondas.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el sistema aplicador de microondas está estructurado como un resonador de cavidad.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el sistema aplicador de microondas está estructurado como un resonador de cavidad del tipo de reflexión.

4. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 3, en el que el tubo de reacción se alinea axialmente con un eje central de simetría del conductor hueco.

5. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, en el que la irradiación de la mezcla de reacción se efectúa en un resonador de cavidad con una transición coaxial de las microondas.

6. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 5, en el que el resonador de cavidad se hace funcionar en la modalidad E_{01n} , siendo n un número entero de 1 a 200.

7. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 6, en el que R^3 es un radical alquilo sin sustituir con 5 hasta 50 átomos de C.

8. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 6, en el que R^3 es un radical hidrocarbilo con 5 hasta 50 átomos de C, que lleva uno o varios sustituyentes escogidos entre el conjunto formado por átomos de halógeno, radicales alquilo halogenados, grupos alcoxi de $C_1\text{-}C_5$, poli(alcoxi de $C_1\text{-}C_5$), poli(alcoxi de $C_1\text{-}C_5$)-alquilo, carboxilo, de éster, de amida, ciano, nitrilo, nitro, de ácido sulfónico y arilo, con 5 hasta 20 átomos de carbono, pudiendo llevar los grupos arilo de $C_5\text{-}C_{20}$ unos sustituyentes escogidos entre el conjunto formado por átomos de halógeno, radicales alquilo halogenados, grupos alquilo de $C_1\text{-}C_{20}$, alqueno de $C_2\text{-}C_{20}$, alcoxi de $C_1\text{-}C_5$, de éster, de amida, ciano, nitrilo y nitro.

9. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 8, en el que R^3 abarca de 5 a 30 átomos de carbono.
- 5 10. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 9, en el que R^3 abarca uno o varios enlaces dobles.
11. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 10, en el que R^1 lleva de 2 a 20 átomos de carbono.
- 10 12. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 11, en el que R^2 representa hidrógeno.
13. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 11, en el que R^2 representa unos radicales alquilo con 1 hasta 20 átomos de C o representa unos radicales alqueno con 2 hasta 20 átomos de C.
- 15 14. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 13, en el que la irradiación con microondas se lleva a cabo a unas temperaturas comprendidas entre 150 y 500 °C.
- 20 15. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 14, en el que la irradiación con microondas se efectúa a unas presiones situadas por encima de la presión atmosférica.