(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 530 217**

(51) Int. CI.:

C07C 231/02 (2006.01)
C07C 233/47 (2006.01)
A61K 8/44 (2006.01)
A61Q 19/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.11.2008 E 08852108 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.01.2015 EP 2212278**

(54) Título: **Procedimiento para la preparación de acil-glicinatos**

(30) Prioridad:

20.11.2007 DE 102007055265

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.02.2015

(73) Titular/es:

CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED (100.0%)
CITCO BUILDING WICKHAMS CAY P.O. BOX 662
ROAD TOWN, TORTOLA, VG

(72) Inventor/es:

KLUG, PETER y
SCHERL, FRANZ-XAVER

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

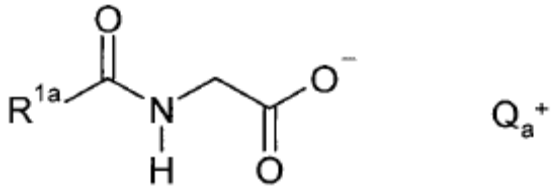
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de acil-glicinatos

El invento se refiere a un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos.

Los acil-glicinatos de la Fórmula (Ia)



Fórmula (Ia)

en la que

R^{1a}-C(O) representa un grupo alcanoílo saturado, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, de manera preferida 8 hasta 22, de manera especialmente preferida 8 hasta 18 átomos de carbono, o representa un grupo alquenoílo insaturado una vez o múltiples veces, lineal o ramificado, con 6 hasta 30, de manera preferida 8 hasta 22, y de manera especialmente preferida 12 hasta 18 átomos de carbono, y

Q_a^+ representa un catión, escogido entre los de los metales alcalinos Li^+, Na^+, K^+, los de los metales alcalino-térreos Mg^{++}, Ca^{++}, pero también representa los Al^{+++} y/o NH_4^+, un ion de monoalquilamonio, dialquilamonio, trialquilamonio y/o tetraalquilamonio, pudiéndose tratar en el caso de los sustituyentes alquilo de las aminas, independientemente unos de otros, de unos radicales alquilo de C_1-C_{22} o hidroxialquilo de C_2-C_{10},

son unos agentes tensioactivos, que en Asia son estimados especialmente en la cosmética para unas recetas para la limpieza de la cara en productos para la limpieza de la piel. Esto es válido en particular para el cocoíl-glicinato de sodio y potasio.

Los agentes tensioactivos, en particular el cocoíl-glicinato de sodio y potasio, forman espuma excelentemente en una solución ligeramente alcalina y producen una sensación agradable, no aceitosa, sobre la piel.

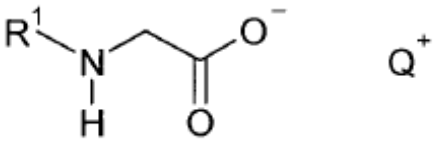
Al contrario que los correspondientes derivados de N-metil-glicina, los denominados sarcosinatos, los glicinatos presentan en el caso de su preparación, sin embargo, unas propiedades problemáticas. Tal como se describe en el documento de patente japonesa JP 8053693, unos acil-glicinatos se pueden obtener en agua, sin disolventes adicionales, solamente en unas purezas escasamente superiores a un 90 %, y en el caso de la reacción de Schotten-Baumann, ellos forman unas soluciones de reacción muy viscosas. Por medio de esta alta viscosidad se favorece la hidrólisis del cloruro de ácido graso utilizado para la preparación, que conduce a una pureza disminuida del acil-glicinato. El documento JP 8053693 propone, por lo tanto, en el caso de la preparación de los acil-glicinatos, la adición de unos alcoholes tales como isopropanol, isobutanol o terc.-butanol.

Sin embargo, este modo de proceder no es ventajoso, debido al olor de los alcoholes, por lo cual los alcoholes son eliminados de nuevo a partir de la mezcla de reacción, después de haber acidificado y separado las fases y, después de haber neutralizado, el deseado alcanoíl-glicinato se obtiene en la mayoría de los casos en una calidad pobre en sales. Este procedimiento es costoso y da lugar a unas aguas residuales que contienen cloruro sódico, que tienen que ser evacuadas.

Por lo tanto, subsistía la misión de poner a disposición un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos, que no tenga las desventajas arriba mencionadas, o que por lo menos disminuya estas desventajas, y que tenga en particular la ventaja de que se pueda efectuar sin el empleo de disolventes orgánicos, y que proporcione unos acil-glicinatos en una alta pureza. El procedimiento debería hacer posible también la preparación directa de unas composiciones con un alto contenido activo de un acil-glicinato y con unas bajas viscosidades.

Sorprendentemente, se encontró que el problema planteado por esta misión es resuelto cuando los acil-glicinatos se preparan mediante la reacción de glicina con un cloruro de ácido graso en agua y en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico, pero en ausencia de disolventes orgánicos, y cuando la preparación de los acil-glicinatos se lleva a cabo a una temperatura de 30 - 35 °C, y la proporción del cloruro de ácido graso, que contiene grupos acilo con 18 o más átomos de carbono, referida a la cantidad total del cloruro de ácido graso empleado, es más pequeña que 2,0 % en peso.

Por lo tanto, es objeto del invento un procedimiento para la preparación de acil-glicinatos de la Fórmula (I)



Fórmula (I)

en la que

R^1 posee el significado del R^1 procedente del cloruro de cocoílo de C_{8-18} R^1Cl empleado,
Y

Q^+ representa un catión escogido entre los cationes de metales alcalinos Li^+, Na^+ y K^+,

caracterizado por que se hace reaccionar glicina a 30 - 35 °C con un cloruro de cocoílo de C_{8-18} R^1Cl, que contiene una proporción del cloruro de ácido graso con grupos acilo de C_{18}, referida a la cantidad total del cloruro de cocoílo de C_{8-18} empleado, más pequeña que 2,0 % en peso, en agua y en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico, que proporciona unos cationes Q^+ escogidos entre Li^+, Na^+ y K^+, pero en ausencia de disolventes orgánicos.

En el documento de solicitud de patente internacional WO 02/57217 A2 se divulga un procedimiento para la preparación de acil-aminoácidos, en cuyo caso en un reactor se dispone previamente una mezcla de por lo menos un aminoácido o de una de sus sales y una fuente de metales alcalinos, y éstos se reúnen en un elemento mezclador con unos halogenuros de ácidos grasos de la Fórmula R^1COX, en la que R^1 representa un radical alquilo o alquenilo con 6 hasta 22 átomos de carbono, y X representa cloro, bromo o yodo. La conversión química, que se ha descrito en el documento WO 02/57217 A2, con el halogenuro de ácido graso tiene lugar usualmente a 20 - 25 °C. Los productos resultantes a partir del procedimiento se pueden utilizar en productos cosméticos así como en agentes de lavado, detergentes y agentes de limpieza.

El documento WO 96/39375 describe un procedimiento para la preparación de sales de metales alcalinos de N-acil-aminoácidos, haciéndose reaccionar un ácido graso con un aminoácido o con una sal de un metal alcalino de un aminoácido.

El documento de solicitud de patente europea EP 1672055 A1 divulga un procedimiento para la preparación de sales de unos aminoácidos neutros, que están sustituidos junto al nitrógeno con unos grupos acilo de cadena larga. En el procedimiento se mezclan los 3 componentes (a) un ácido graso de cadena larga, (b) un aminoácido neutro y (c) por lo menos una sustancia escogida entre hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, y la mezcla se calienta a una temperatura de 150 - 190 °C, eliminándose de una manera continua el agua resultante en la reacción de condensación.

En el documento EP 1314717 A1 se describe un procedimiento para la preparación de aminoácidos neutros, que están sustituidos junto al nitrógeno con un grupo acilo de cadena larga. En el procedimiento se hacen reaccionar un aminoácido neutro y un cloruro de ácido graso saturado o insaturado con 8 hasta 22 átomos de carbono, llevándose a cabo la reacción en el seno de una mezcla de agua y de uno o varios disolventes orgánicos hidrófilos, escogidos entre el conjunto que se compone de acetona, acetonitrilo, un alcohol secundario con 3 ó 4 átomos de carbono y un alcohol terciario con 4 átomos de carbono, en presencia de una base.

Dentro del marco del presente invento, los grupos R^1 de la Fórmula (I) son designados también como "grupos acilo".

Los cloruros de ácidos grasos con una baja proporción de grupos acilo de cadena larga, que se utilizan en el procedimiento conforme al invento, se pueden obtener según unos métodos conocidos para un experto en la especialidad, p.ej. mediante una destilación a partir de unos usuales cloruros de ácidos grasos.

Como compuestos de metales alcalinos de carácter básico se emplean de manera preferida unos carbonatos o hidróxidos, de manera especialmente preferida unos hidróxidos, de los cationes de metales alcalinos Li^+, Na^+ o K^+, o unas mezclas de éstos. Se prefieren especialmente el NaOH y/o el KOH, y en particular se prefiere el NaOH.

El procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de manera preferida a un valor del pH de 9 a 13, de manera especialmente preferida de 12 a 13.

De manera aún más preferida, el procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de tal manera que la glicina y un cloruro de ácido graso se emplean en unas cantidades equimolares. De manera especialmente preferida, el cloruro de ácido graso se emplea en un ligero déficit, referido a la glicina. La relación molar de la glicina al cloruro de ácido

graso R^1Cl es de manera especialmente preferida de 1,1 : 1,0 hasta 1,0 : 1,0, y de manera extraordinariamente preferida de 1,05 : 1,0 hasta 1,0 : 1,0.

En el procedimiento conforme al invento se obtienen unos cloruros de cocoílo de C_{8-18}, que contienen una proporción de un cloruro de ácido graso con grupos acilo de C_{18} más pequeña que 2,0 % en peso, referida a la cantidad total del cloruro de acido graso empleado, en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico, que proporciona unos cationes Q^+ escogidos entre los de Li^+, Na^+ y K^+, de manera preferida escogidos entre los de Na^+ y K^+, y de manera especialmente preferida el de Na^+. En el caso de los compuestos de metales alcalinos de carácter básico se trata de manera preferida de unos carbonatos o hidróxidos, de manera preferida de unos hidróxidos de los cationes de metales alcalinos Li^+, Na^+ o K^+ o de unas mezclas de éstos, de manera especialmente preferida del NaOH o KOH, y de manera especialmente preferida del NaOH.

En una forma de realización especialmente preferida del procedimiento conforme al invento se hacen reaccionar unos cloruros de cocoílo con grupos acilo de C_{8-18}, y siendo la proporción de los cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18}, referida a la cantidad total del cloruro de cocoílo empleado, más pequeña que 2,0, y de manera preferida más pequeña que 1,0 % en peso, en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico, que proporciona cationes de Na^+. En el caso de los compuestos de metales alcalinos de carácter básico se trata de manera especialmente preferida del Na_2CO_3 o del NaOH, y de manera especialmente preferida del NaOH.

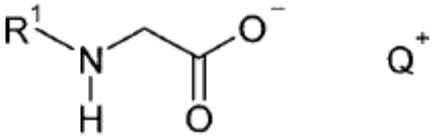
En una forma especialmente preferida de realización del procedimiento conforme al invento se hacen reaccionar unos cloruros de cocoílo con grupos acilo de C_{8-18}, y siendo la proporción de los cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_8 y C_{10} en común más grande que 5,0 % en peso, de manera preferida de 10,0 a 14,0 % en peso, la proporción de los cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{12} es de 50,0 a 72,0 % en peso, y siendo la proporción de los cloruros de ácidos grasos con grupos acilo de C_{18} más pequeña que 2,0 y de manera especialmente preferida más pequeña que 1,0 % en peso, en cada caso referida a la cantidad total del cloruro de cocoílo empleado, en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico, que proporciona los cationes de Na^+. En el caso de los compuestos de metales alcalinos de carácter básico se trata de manera preferida del Na_2CO_3 o NaOH, y de manera especialmente preferida del NaOH.

El procedimiento conforme al invento se realiza de manera preferida de tal manera que la glicina se dispone previamente en agua en presencia del compuesto de metal alcalino de carácter básico tal como por ejemplo NaOH, y el cloruro de ácido graso se añade a 30 hasta 35 °C. La adición del cloruro de ácido graso se efectúa en este caso de manera preferida lentamente mediando agitación.

Mediante el procedimiento conforme al invento se pueden preparar unas soluciones de glicinatos que contienen sales, concentradas en más alto grado, con un bajo contenido de productos secundarios (tales como, por ejemplo, una sal de ácido graso), las cuales tienen una baja viscosidad y por consiguiente son sencillas de manipular, y que además de esto son más baratas, puesto que no se tiene que llevar a cabo ninguna etapa de separación. Por lo demás, no se requiere ningún disolvente orgánico de reacción, que tenga que ser separado de nuevo y eventualmente evacuado.

Mediante el procedimiento conforme al invento se pueden preparar unas composiciones que contienen

a) unos acil-glicinatos de la Fórmula (I)



(Fórmula I)

en la que

R^1 posee el significado del R^1 procedente del cloruro de cocoílo de C_{8-18} R^1Cl empleado en el procedimiento conforme al invento y

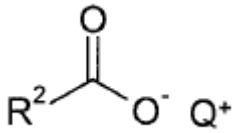
Q^+ representa un catión escogido entre los cationes de metales alcalinos Li^+, Na^+ y K^+, de manera preferida escogido entre Na^+ y K^+ y de manera especialmente preferida representa Na^+,

en unas proporciones de 21,0 - 28,0 % en peso, referidas a la composición total,

y siendo la proporción de los acil-glicinatos de la Fórmula (I), que contienen grupos acilo R^1 con 18 átomos de carbono, referida a la cantidad total de los acil-glicinatos de la Fórmula (I), más pequeña que 2,0, de manera especialmente preferida más pequeña que 1,8 % en peso,

b) una o varias otras sustancias Q^+Cl^-, en la(s) que Q^+ tiene(n) el significado de Q^+ de la Fórmula (I), en unas proporciones más grandes que o iguales a 1,0 % en peso, referidas a la composición total,

c) una o varias sales de ácidos grasos de la Fórmula (II)



Fórmula (II)

en la que

R^2CO tiene el significado del R^1 de la Fórmula (I) y

Q^+ tiene el significado del Q^+ de la Fórmula (I),

en unas proporciones más pequeñas que 2,0 % en peso, de manera preferida en unas proporciones más grandes que 0,01 % en peso y más pequeñas que 2,0 % en peso, y de manera especialmente preferida en unas proporciones más grandes que 0,1 % en peso y más pequeñas que 2,0 % en peso, referidas a la composición total, y

d) agua,

e) pero ningún disolvente orgánico.

Q^+Cl^- se designa también como QCl, p.ej. Na^+Cl^- como NaCl.

En los compuestos de las Fórmulas (I) y (II) así como en Q^+Cl^-, Q^+ se escoge entre Li^+, Na^+ y K^+, de manera preferida se escoge entre Na^+ y K^+ y de manera especialmente preferida Q^+ representa Na^+.

Se prefieren especialmente unas composiciones que contienen un cocoíl-glicinato de sodio, teniendo la fracción de corte de cocoílo solamente unas pequeñas proporciones de grupos acilo de C_{18}.

De manera especialmente preferida, las composiciones contienen como componente a) un cocoíl-glicinato de sodio con grupos acilo de C_{8-18} en unas proporciones de 21,0 - 28,0 % en peso, y de manera preferida en unas proporciones de 23,0 - 27,0 % en peso, referidas a la composición total, y siendo la proporción de los acil-glicinatos de la Fórmula (I) con grupos acilo de C_{18} más pequeña que 2,0, de manera preferida más pequeña que 1,8 y de manera especialmente preferida más pequeña que 1,0 % en peso, referida a la cantidad total del cocoíl-glicinato de sodio. En esta forma de realización, Q^+ en Q^+Cl^- y en la sal de ácido graso de la Fórmula (II) es Na^+.

De manera particularmente preferida, las composiciones contienen como componente a) un cocoíl-glicinato de sodio con grupos acilo de C_{8-18} en unas proporciones de 21,0 - 28,0 % en peso y de manera preferida en unas proporciones de 23,0 - 27,0 % en peso, referidas a la composición total, y siendo la proporción de los acil-glicinatos de la Fórmula (I) con grupos acilo de C_8 y C_{10} en común más grande que 5,0 % en peso, de manera preferida ella es de 10,0 a 14,0 % en peso, y siendo la proporción de los acil-glicinatos de la Fórmula (I) con grupos acilo de C_{12} de 50,0 a 72,0 % en peso, y siendo la proporción de los acil-glicinatos de la Fórmula (I) con grupos acilo de C_{18} más pequeña que 2,0, de manera preferida es más pequeña que 1,8, y de manera especialmente preferida es más pequeña que 1,0 % en peso, referida a la cantidad total del cocoíl-glicinato de sodio. En esta forma de realización, Q^+ en Q^+Cl^- y en la sal de ácido graso de la Fórmula (II) es Na^+.

De manera extraordinariamente preferida, la pureza de los cocoíl-glicinatos de sodio contenidos en las composiciones es de 97 % más grande. Esta pureza se refiere a la suma de la sal de ácido graso de la Fórmula (II) y del acil-glicinato de la Fórmula (I). Ella se calcula de acuerdo con la Fórmula "pureza de los cocoíl-glicinatos de sodio = [Cantidad del cocoíl-glicinato de sodio : (cantidad del cocoíl-glicinato de sodio + cantidad de la sal de ácido graso)]".

Las composiciones se pueden utilizar por ejemplo ventajosamente para usos cosméticos.

Para los usos cosméticos es muy ventajoso que las composiciones Q^+Cl^- estén contenidas en unas proporciones de 1,0 a 8,0 % en peso, de tal manera que en las formulaciones finales se pueda suprimir una adición por separado del Q^+C^- como agente regulador de la viscosidad.

De manera preferida, las composiciones contienen por lo tanto de 1,0 a 8,0, de manera preferida de 2,0 a 7,0, y de manera especialmente preferida de 4,0 a 6,0 % en peso de Q^+Cl^-, referido a la composición total.

Otra ventaja de las composiciones consiste en que éstas contienen solamente unas pequeñas cantidades de sales de ácidos grasos.

De manera aún más preferida, las composiciones contienen, por lo tanto, menos que 1,8, de manera especialmente preferida menos que 1,5 y de manera muy especialmente preferida menos que 1,0 % en peso de la sal de ácido graso de la Fórmula (II), referido a la composición total. En este caso, el límite inferior es de manera preferida en cada caso más grande que 0,01 % en peso y de manera especialmente preferida en cada caso más grande que 0,1 % en peso, referido a la composición total.

Las composiciones son líquidas.

También es muy ventajosa la relativamente pequeña viscosidad y por lo tanto una manipulación sencilla de las composiciones.

De manera aún más preferida, las composiciones tienen unas viscosidades a 35 °C más pequeña que 5.000 mPa·s, de manera preferida de 400 a 2.000 mPa·s, y de manera especialmente preferida de 500 a 1.000 mPa·s.

En el caso del equipo utilizado para la determinación de la viscosidad se trata de un rotámetro de la entidad Thermo Haake (Viskotester 550). Como husillo se utilizó un MV-DIN (con 45,3 revoluciones / minuto).

Las composiciones no contienen disolventes orgánicos, tales como, por ejemplo, unos alcoholes inferiores, unos dioles u otros disolventes.

De manera especialmente preferida, las composiciones se componen de los componentes a), b), c) y d).

De manera aún más preferida, las composiciones se componen de los componentes a), b), c), d) y $H_2NCH_2COO^- Q^+$, representando Q^+ un catión escogido entre Li^+, Na^+ y K^+, de manera preferida entre Na^+ y K^+, y de manera especialmente preferida Q^+ representa Na^+. En estas composiciones, el compuesto $H_2NCH_2COO^- Q^+$, referido a la composición total, está contenido de manera preferida en un 0,1 hasta 1,0, y de manera especialmente preferida en un 0,05 hasta 0,5 % en peso.

Las composiciones se adecuan de manera preferida para la producción de unas formulaciones cosméticas.

En este caso, es especialmente ventajoso el hecho de que las composiciones se pueden utilizar tal como se han obtenido a partir del procedimiento conforme al invento, es decir sin ningún tratamiento ni ninguna purificación ulteriores.

Las composiciones se adecuan además de manera preferida como agentes tensioactivos en unas formulaciones cosméticas.

Las composiciones se pueden utilizar en este contexto también directamente, tal como ha resultado a partir del procedimiento conforme al invento.

Los siguientes Ejemplos y usos deben de ilustrar el invento más detalladamente.

En el caso de todos los datos en tantos por ciento se trata de unos tantos por ciento en peso (% en peso).

Cloruro de cocoílo (A): Fracción de corte de coco con una proporción reducida de C_{16} y C_{18}
Especificación del cloruro de cocoílo utilizado:

C_8/C_{10}:	10,0 - 14,0 %
C_{12}:	60,0 - 62,0 %
C_{14}:	19,0 - 24,0 %
C_{16}:	3,0 - 10,0 %
C_{18}:	< 2,0 %

Ejemplo 1

37,8 g (0,504 moles) de glicina se disuelven en 276 g de agua VE (agua totalmente desalinizada) mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a 12-13. A continuación, se calienta mediando agitación a 30 - 35 °C y se añaden dosificadamente 106,4 g (0,478 moles) de cloruro de cocoílo (A) en el transcurso de 6 horas a 30 - 35 °C mediando un enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 - 13 mediante una simultánea adición dosificada de una lejía de sosa (al 33 %). Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoílo se deja disminuir el valor del pH a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades: es líquido, opalino, un residuo seco (1 h, 140 °C): 31,0 %, sal de glicina (por HPLC): 0,6 %, sal de ácido graso (por HPLC): 0,6 %, viscosidad (35 °C): 756 mPa·s, NaCl (por valoración): 5,3 %, contenido activo: 24,5 %

El cálculo de la cantidad ponderal del acil-glicinato en las composiciones se efectúa mediante la Fórmula "cantidad ponderal del acil-glicinato = residuo seco - sal de ácido graso - sal de glicina - Q^+Cl^-". El valor se designa como "contenido activo" dentro del marco del presente invento.

Ejemplo comparativo 2: Temperatura de reacción más alta

37,8 g (0,504 moles) de glicina se disuelven en 276 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a 12-13. A continuación, se calienta mediando agitación a 45 - 50 °C y se añaden dosificadamente 106,4 g (0,478 moles) de cloruro de cocoílo (A) en el transcurso de 6 horas a 45 - 50 °C. El valor del pH se mantiene en 12 - 13 mediante una simultánea adición dosificada de una lejía de sosa (al 33 %). Después de aproximadamente 1/6 de la adición dosificada del cloruro de cocoílo se interrumpe la tanda, puesto que ya se ha consumido la cantidad calculada de la lejía de sosa (al 33 %) de la tanda total.

La tanda es de dos fases (sal de ácido graso). La temperatura aumentada conduce predominantemente a la hidrólisis del cloruro de cocoílo.

Ejemplo comparativo 3: Temperatura de reacción más baja

37,8 g (0,504 moles) de glicina se disuelven en 276 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a 12-13. A continuación, se calienta mediando agitación a 25 - 30 °C y se añaden dosificadamente 106,4 g (0,478 moles) de cloruro de cocoílo (A) en el transcurso de 6 horas a 25 - 30 °C mediando un enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 - 13 mediante una simultánea adición dosificada de una lejía de sosa (al 33 %). Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoílo se deja disminuir el valor del pH a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades: es líquido, turbio, un residuo seco (1 h, 140 °C): 30,9 %, sal de glicina (por HPLC): 1,3 %, sal de ácido graso (por HPLC): 2,4 %, viscosidad no determinada, NaCl (por valoración): 5,3 %, contenido activo: 21,9 %

Ejemplo 4: Exceso más alto de glicina

37,8 g (0,504 moles) de glicina se disuelven en 250 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a 12-13. A continuación, se calienta mediando agitación a 30 - 35 °C y se añaden dosificadamente 95,2 g (0,428 moles) de cloruro de cocoílo (A) en el transcurso de 6 horas a 30 - 35 °C mediando un enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 - 13 mediante una simultánea adición dosificada de una lejía de sosa (al 33 %). Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoílo se deja disminuir el valor del pH a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades: es líquido, opalino, un residuo seco (1 h, 140 °C): 31,3 %, sal de glicina (por HPLC): 1,3 %, sal de ácido graso (por HPLC): 0,2 %, viscosidad (35 °C): 980 mPa·s, NaCl (por valoración): 5,1 %, contenido activo: 24,7 %

Ejemplo 5: Concentración más alta

37,8 g (0,504 moles) de glicina se disuelven en 246 g de agua VE mediando agitación y el valor del pH (tal cual) se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a 12-13. A continuación, se calienta mediando agitación a 30 - 35 °C y se añaden dosificadamente 106,4 g (0,478 moles) de cloruro de cocoílo (A) en el transcurso de 6 horas a 30 - 35 °C mediando un enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 - 13 mediante una simultánea adición dosificada de una lejía de sosa (al 33 %). Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoílo se deja disminuir el valor del pH a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto obtenido tiene las siguientes propiedades: es líquido, opalino, un residuo seco (1 h, 140 °C): 32,7 %, sal de glicina (por HPLC): 0,8 %, sal de ácido graso (por HPLC): 1,3 %, viscosidad (35 °C): 4.500 mPa·s, NaCl (por valoración): 5,6 %, contenido activo: 25,0 %

Ejemplo comparativo 6: preparación exenta de sales en una mezcla de propanol-2 y agua

94,5 g (1,26 moles) de glicina se disuelven mediando agitación en 400 g de agua VE y en 276 g de propanol-2, y el valor del pH (tal cual) se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a 12-13. A continuación, se añaden dosificadamente mediando agitación a 25 - 27 °C 283,9 g (1,24 moles) de cloruro de cocoílo (A) en el transcurso de 6 horas mediando un enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 - 13 mediante una simultánea adición dosificada de una lejía de sosa (al 33 %). Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas

a un pH de 12 - 13. El producto obtenido se ajusta con ácido clorhídrico concentrado a un pH de 1. Después de haber desconectado el agitador comienza inmediatamente la separación de fases. La fase acuosa se separa y la fase orgánica se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a un pH de 4,6. Después de haber añadido 740 g de agua, se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a un pH de 7,0. A continuación, a una presión reducida (aproximadamente 140 - 160 mbar) y 55 °C se separa por destilación la mezcla de propanol-2 y agua hasta que el contenido de propanol-2 en el producto haya disminuido por debajo de 1 %. Con ayuda de agua y una lejía de sosa se ajustan un contenido de materiales sólidos de 30 % y un valor del pH de 10,0.

El producto tiene las siguientes propiedades: es líquido, transparente, un residuo seco (1 h, 140 °C): 30,3 %, sal de glicina (por HPLC): < 0,1 %, sal de ácido graso (por HPLC): 1,0 %, propanol-2 (por CG): < 0,1 %, cloruro (por valoración): 0,35 %, viscosidad: no determinada, NaCl (por valoración): 0,6 %, contenido activo: 28,7 %

Ejemplo comparativo 7: Fracción de corte de coco con una proporción aumentada de $C_{16/18}$, hidrogenada

Distribución del cloruro de cocoílo (B) utilizado:

C_{12}:	55,6 %
C_{14}:	23,0 %
C_{16}:	11,1 %
C_{18} saturado:	10,3 %

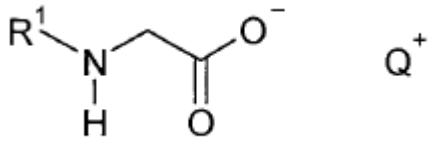
36,0 g (0,480 moles) de glicina se disuelven mediando agitación en 280 g de agua VE y el valor del pH (tal cual) se ajusta con una lejía de sosa (al 33 %) a 12-13. A continuación, se calienta mediando agitación a 30 - 35 °C y se añaden dosificadamente 109,6 g (0,456 moles) de cloruro de cocoílo (B) en el transcurso de 6 horas mediando un enfriamiento de la mezcla de reacción. El valor del pH se mantiene en 12 - 13 mediante una simultánea adición dosificada de una lejía de sosa (al 33 %). En el transcurso de la adición dosificada del cloruro de cocoílo, la tanda se vuelve cada vez más viscosa hasta que ya no pueda ser agitada. Mediante la adición de 110 g de agua y un subsiguiente aumento de la temperatura de reacción a 40 °C, la tanda permanece hasta cierto punto agitable. Hacia el final de la adición dosificada del cloruro de cocoílo se deja disminuir el valor del pH a 9,5 - 10,5. Para la compleción de la reacción se agita todavía durante 2 horas a un pH de 9,5 - 10,5.

El producto tiene las siguientes propiedades: es líquido, turbio, un residuo seco (1 h, 140 °C): 25,8 %, sal de glicina (por HPLC): 0,8 %, sal de ácido graso (por HPLC): 1,2 %, viscosidad: no determinada, NaCl (por valoración): 4,1 %, contenido activo: 19,7 %

Los ejemplos descritos demuestran que se pueden obtener unas soluciones altamente concentradas de sales de glicinatos de metales alcalinos con > 22,0 %, de manera preferida > 23,0 %, y de manera especialmente preferida > 24,0 % de contenido activo, mediante la utilización de una fracción de corte de ácidos grasos de coco pobre en C_{18}, y mediante reacción en agua sin ningún disolvente adicional a 30 - 35 °C (Ejemplo 1, Ejemplo 4, Ejemplo 5). En el Ejemplo 1 se pudo alcanzar una pureza de la solución de glicinato de 97,6 % del acil-glicinato, referida a la suma de la sal de ácido graso y del acil-glicinato. Al contrario que esto, unas temperaturas de reacción más altas (Ejemplo comparativo 2) dan lugar a unos contenidos fuertemente aumentados de la sal de ácido graso. Unas temperaturas de reacción más bajas (Ejemplo comparativo 3) dan lugar asimismo a unas proporciones indeseadamente altas de las sales de ácidos grasos. En el caso de la utilización de los cloruros de ácidos grasos ricos en $C_{16/18}$ (Ejemplo comparativo 7) se obtienen unos contenidos activos indeseadamente bajos.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de acil-glicinatos de la Fórmula (I)



Fórmula (I)

en la que

R^1 posee el significado del R^1 procedente del cloruro de cocoílo de C_{8-18} R^1Cl empleado, y

Q^+ representa un catión escogido entre los cationes de metales alcalinos Li^+, Na^+ y K^+,

caracterizado por que se hace reaccionar glicina a 30 - 35 °C con un cloruro de cocoílo de C_{8-18} R^1Cl, que contiene una proporción de un cloruro de ácido graso con grupos acilo de C_{18}, referida a la cantidad total del cloruro de cocoílo de C_{8-18} empleado, más pequeña que 2,0 % en peso, en agua y en presencia de un compuesto de metal alcalino de carácter básico, que proporciona unos cationes Q^+ escogidos entre Li^+, Na^+ y K^+, pero en ausencia de disolventes orgánicos.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que como compuestos de metales alcalinos de carácter básico se emplean unos carbonatos o hidróxidos de los cationes de metales alcalinos Li^+, Na^+ o K^+, o unas mezclas de éstos.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que se lleva a cabo a un valor del pH de 9 a 13.

4. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado por que la relación molar de la glicina al cloruro de ácido graso R^1Cl es de 1,1 : 1,0 hasta 1,0 : 1,0.