

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 559 456**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)
C07C 233/18 (2006.01)
C07C 233/20 (2006.01)
C07C 233/47 (2006.01)
C07C 233/49 (2006.01)
C07C 303/22 (2006.01)
C07C 309/15 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2012 E 12740365 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.11.2015 EP 2736879**

54 Título: **Procedimiento general de preparación de tensioactivos basados en acilamido graso**

30 Prioridad:

28.07.2011 US 201113192490
05.01.2012 US 201213343727

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

12.02.2016

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

HARICHIAN, BIJAN;
AU, VAN;
AHTCHI-ALI, BADREDDINE;
WINTERS, JOHN ROBERT y
DIVONE, PETER ANTHONY

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 559 456 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 general de preparación de tensioactivos basados en acilamido graso

Antecedentes de la invención**Campo de la invención**

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para producir tensioactivos basados en acilamido graso.

Técnica relacionada

Las sales de acilamido graso son tensioactivos deseables. Tienen buena solubilidad en agua, buena detergencia y propiedades de formación de espuma. Lo más especialmente son suaves para la piel. Desafortunadamente la cantidad y grado de su uso se encuentran limitados debido a que su producción es costosa.

- 10 La vía comercial más tradicional y actual para las sales carboxílicas de acilamido graso se encuentra en la patente US 6.703.517 (Hattori y colaboradores). La síntesis se alcanza haciendo reaccionar el aminoácido con derivados de ácidos grasos activados; especialmente cloruros de acilo graso. El procedimiento requiere un equivalente molar de base para extraer el subproducto de cloruro de hidrógeno de la reacción. Existen problemas respecto del desecho de residuos evidentes con los subproductos y el costo agregado del cloruro no es completamente recuperable.

- 15 La patente de los Estados Unidos US 7.439.388 B2 (Harichian y colaboradores) describe un procedimiento en el que se oxida amido alcohol primario a un correspondiente amido ácido carboxílico en alto rendimiento. Se ilustra la conversión de cocomonooletanolamida en N-cocoilglicina, mediada por el uso de un catalizador de nitróxido obstruido.

- 20 El documento WO 2008/019807 A1 (Clariant International Ltd.) describe un procedimiento para preparar glicinatos de acilo por oxidación de monoetanolamidas de ácidos grasos usando un catalizador de metal del grupo de transición; particularmente un catalizador de tamaño nanométrico de oro sobre dióxido de titanio.

- 25 La esterificación directa y la interesterificación son vías que también se investigaron previamente. La publicación de solicitud de patente de los Estados Unidos N.º: 2006/0239952 A1 (Hattori), describe una reacción entre un aminoácido neutro y un ácido graso de cadena larga catalizada por una sustancia alcalina tal como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio. Por ejemplo, la reacción entre glicina y ácido láurico brinda los productos acilados lauroilglicina y lauroilglicilglicina. Subproductos significativos incluyen las formas no aciladas, tales como glicilglicina y glicildicetopiperazina, así como también, glicina sin reaccionar. Se dice que la reacción es altamente eficiente (rendimiento de las formas aciladas), pero esto se produce porque la relación del ácido láurico como material de inicio respecto de la glicina es extremadamente alta.

- 30 El documento GB 1 337 782 (Rohm GmbH) describe un procedimiento de interesterificación para la preparación de sales de ácidos N-acilaminocarboxílicos. Un ácido carboxílico o una amida del mismo se hace reaccionar con un ácido aminocarboxílico que contiene al menos tres átomos de carbono, realizándose la reacción en presencia de al menos una cantidad estequiométrica (basada en el ácido aminocarboxílico) de cationes formadores de sales. Entre los ácidos aminocarboxílicos, solo se dijo que era inutilizable la glicina porque el procedimiento dio como resultado resinificación considerable. No obstante, se dijo que homólogos superiores de glicina reaccionaron bien; estos incluían alanina, beta-alanina, sarcosina, valina, leucina, fenil glicina y fenil alanina. Se dijo que los disolventes tales como agua o disolventes orgánicos tales como dimetilformamida se necesitaron.

- 40 El documento DE 44 08 957 A1 (BASF AG), comunica la preparación de ácidos N-acil aminocarboxílicos mediante la reacción de una suspensión de sales de metales alcalinos anhídros sólidos de ácidos aminocarboxílicos y un éster o ácido carboxílico adecuado. Se agregan cantidades catalíticas de base fuerte a la suspensión a fin de promover la reacción. Es ilustrativa la reacción de cantidades equimolares de ácido láurico y sarcosina de sodio anhidra calentadas de forma conjunta fundidas a 200 °C en presencia de un equivalente molar de hidróxido de sodio. Si bien los rendimientos son altos, el producto resultante está altamente coloreado.

- 45 La solicitud de patente japonesa 57/058.653 (Ota) informa acerca de un procedimiento para producir un ácido N-acilamino haciendo reaccionar el correspondiente aminoácido con un éster. Los ésteres ilustrativos incluyen laurato de metilo, estearato de metilo y ésteres glicéridos de ácidos grasos tales como triacetina, trilaurina y triestearina. Si bien se dijo que no siempre era necesario un disolvente, todos los ejemplos utilizan disolventes polares tales como acetonitrilo, sulfóxido de dimetilo o N,N-dimetilformamida.

- 50 El documento US-B-5646318 describe un procedimiento para producir una hidroxialquilamida que comprende hacer reaccionar alquil éster y alcanolamina en presencia de un catalizador para proporcionar una mezcla de reacción conteniendo un producto de hidroxialquilamida y un sub-producto de alcohol de bajo punto de ebullición.

El documento US-B-5723673 describe la reacción de N-alquil polihidroxi aminas teniendo un Color de Gardner de menos de 1 con fuentes de grupos acilo graso tales como metil ésteres y anhídridos teniendo más del 98 % de transmitancia a 460 nm en disolventes de hidroxil orgánicos, tal como metanol, para producir N-alquil polihidroxi amina amidas con buen color.

El documento US-B-5194639 describe la producción de materiales de amida de ácidos polihidroxi grasos a partir de reactivos tales como N-metilglucomina y ésteres de ácidos grasos en presencia de disolventes de hidroxi.

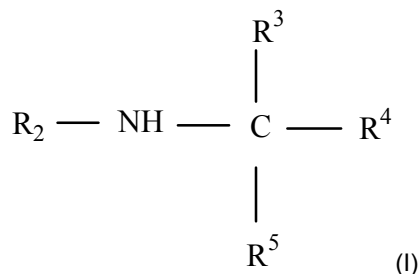
5 "The Preparation and Properties of Surface-Active N-acylamino-Methansulfonates", Falk et al, Journal of the American Oil Chemists' Society, vol. 35, n.º: 4, abril 1958, describe la investigación y optimización de condiciones para la preparación de ácido aminometano-sulfónico y varios de sus derivados de N-alquilo inferiores y superiores.

10 Ninguno de los procedimientos de esterificación o interesterificación conocidos, se desarrollan sin desventajas. Muchos requieren temperaturas relativamente altas y/o base fuerte para llevar a cabo la reacción. Estas condiciones promueven reacciones secundarias de los aminoácidos consigo mismos en lugar de con el reactivo acilante graso. Estas reacciones de competencia malgastan el costoso reactivo de inicio aminoácido y requieren pasos de limpieza para su extracción. Los rendimientos también se ven afectados de manera adversa. Asimismo, las condiciones necesarias para la reacción en el estado de la técnica, son demasiado estrictas para los aminoácidos más simples.

Sumario de la invención

Se proporciona un procedimiento para la preparación de compuestos acilamido C₈-C₂₂, que incluye lo siguiente:

15 (i) hacer reaccionar un compuesto amino o sal del mismo que tiene una estructura (I) con un éster de ácido graso en un medio que es un poliol de peso molecular que varía desde 76 hasta 300,

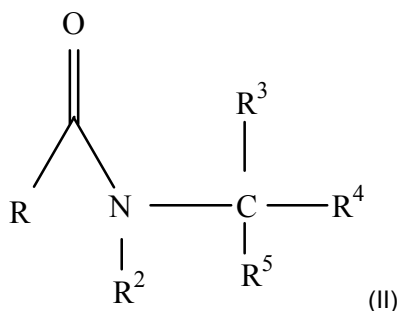


20 en el que R² es hidrógeno, CH₂COOX o un radical alquilo C₁-C₅; R³ es hidrógeno; R⁴ se selecciona entre el grupo que consiste en (CH₂)_mCO₂X, (CH₂)_mSO₃X, CH₂NR²(CH₂)_mOH y radicales glucosilo; R⁵ se selecciona entre el grupo que consiste en hidrógeno, hidroxifenilo, hidroxialquilo C₁-C₆, alquilo C₁-C₁₀, bencilo, hidroxibencilo, alquilcarbamido, tioalquilo y radicales carboxílicos; X se selecciona entre hidrógeno, iones metálicos, sales de amina y radicales alquilo C₁-C₄; y m oscila desde 0 hasta 6;

y

25 (ii) calentar los reactivos del paso (i) en presencia de una sal de metal básico que contiene catalizador seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos, fosfatos, sulfatos y óxidos que contienen metales alcalinos y metales alcalinotérreos para formar los compuestos acilamido C₈-C₂₂,

que tienen una estructura (II) y recuperar una masa resultante del procedimiento.



30 en la que R es un radical alquilo C₇-C₂₁ saturado o insaturado proporcionado por el éster de ácido graso; y la masa resultante tiene un valor L de acuerdo con la Escala de Colores de Hunter Lab que oscila desde 70 hasta 100.

Descripción detallada de la invención

Actualmente, una reacción de interesterificación relativamente suave ha alcanzado buenos rendimientos de acilamido ácidos carboxílicos o sulfónicos C₈-C₂₂ libres o sales de los mismos. Un elemento importante a la hora de obtener el producto es el uso de polioles de bajo peso molecular como un medio de reacción.

35 De manera ventajosa, el medio de reacción puede estar sustancialmente libre de agua. Por sustancialmente libre de

agua se hace referencia a cantidades que oscilan entre el 0 y el 10 %; preferentemente entre el 0 y el 5 %; más preferentemente entre el 0 y el 3 %, incluso más preferentemente entre el 0 y el 1 % y especialmente entre el 0,05 y el 1 % en peso de agua. No se considera el agua de hidratación (tal como la encontrada en relación con el monohidrato de ácido aminocarboxílico o sulfónico) como parte del agua presente en el medio de reacción.

- 5 La mezcla de reacción debería tener deseablemente un valor pKa a 25 °C comprendido desde 9,5 hasta 13 y preferentemente desde 10,5 hasta 11,5.

Un “primer reactivo” hace referencia a aquel de un compuesto amino o aminoácido o sal del mismo. Las sales adecuadas incluyen sales de sodio y potasio; especialmente de los aminoácidos. El reactivo puede encontrarse en forma anhidra o hidratada.

- 10 Los compuestos amino adecuados o sales de los mismos son los seleccionados entre el grupo que consiste en alanina, valina, leucina, isoleucina, fenilalanina, triptófano, metionina, prolina, ácido aspártico, ácido glutámico, glicina, serina, treonina, cisteína, tirosina, asparagina, glutamina, lisina, arginina, histidina, sarcosina, n-metilglucamina, glucamina y taurina. Se prefieren particularmente glicina, sarcosina, taurina, N-metilglucamina y glucamina.

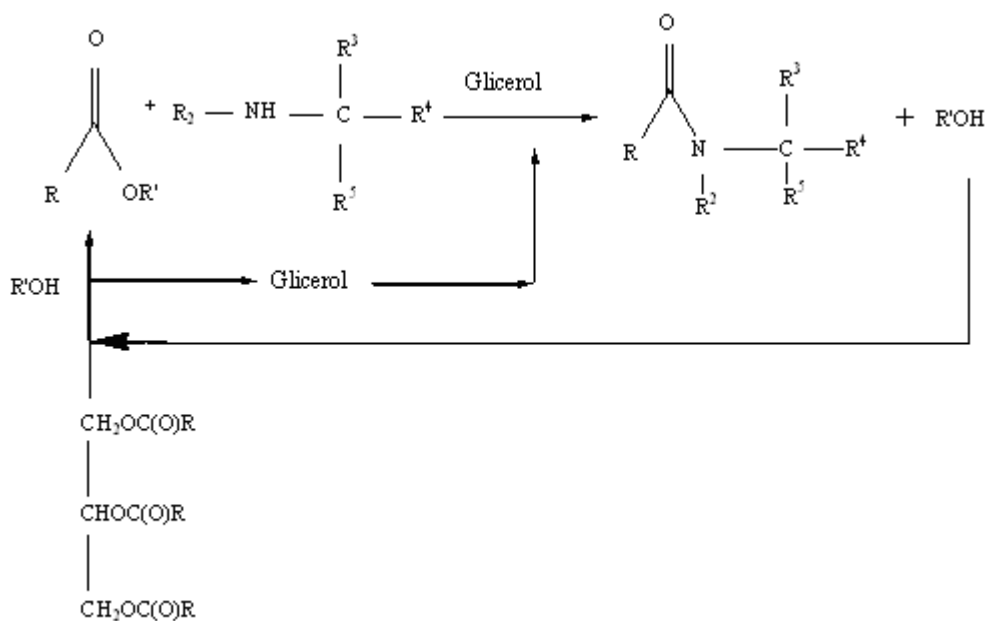
- 15 Un segundo reactivo es un éster de ácido graso. La expresión “ácido graso” se define en el presente documento como un radical carboxílico que tiene entre 8 y 22 átomos de carbono que contiene material que puede ser saturado, insaturado, ramificado, no ramificado o una combinación de los mismos.

- 20 Una diversidad de ésteres de ácidos grasos puede resultar adecuada como correactivos. Más preferentemente son los ésteres de alquilo C₁-C₃ de un ácido graso C₈-C₂₂. Ilustrativos son laurato de metilo, oleato de metilo, linoleato de metilo, miristato de metilo, estearato de metilo, palmitato de metilo, laurato de etilo, oleato de etilo, linoleato de etilo, miristato de etilo, estearato de etilo, palmitato de etilo, laurato de n-propilo, oleato de n-propilo, linoleato de n-propilo, laurato de isopropilo, oleato de isopropilo, linoleato de isopropilo, miristato de isopropilo, estearato de isopropilo, palmitato de isopropilo y mezclas de los mismos. Resulta particularmente adecuado el cocoato de metilo.

- 25 Los ésteres de alquilo C₁-C₃ de ácidos grasos C₈-C₂₂ se pueden generar a partir de triglicéridos, mediante hidrólisis con un respectivo alcohol C₁-C₃. El más adecuado como alcohol es metanol. Entre los triglicéridos útiles pero no exclusivos se encuentran el aceite de coco, aceite de maíz, aceite de palmiste, aceite de palma, aceite de soja, aceite de semilla de girasol, aceite de semilla de algodón, aceite de colza, aceite de canola, aceite de ricino y sus mezclas. El más preferido es el aceite de coco.

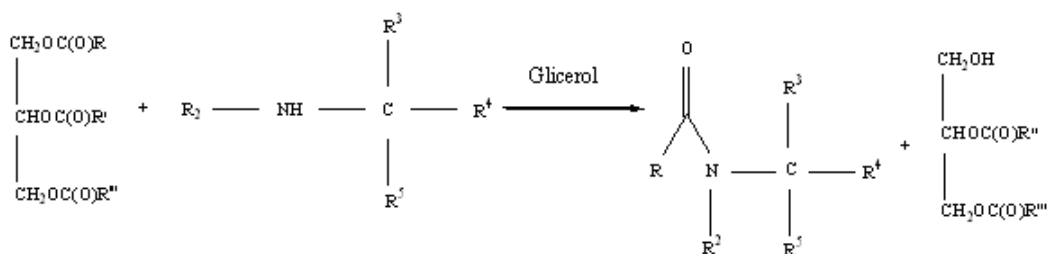
- 30 Un éster de ácido graso alternativo adecuado como un correactivo en el procedimiento de esta invención son los ésteres glicéridos. Estos glicéridos se pueden seleccionar entre monoglicéridos, diglicéridos, triglicéridos y mezclas de los mismos. Los monoglicéridos ilustrativos son monolaurato de glicerilo, monooleato de glicerilo, monolinoleato de glicerilo, monomiristato de glicerilo, monoestearato de glicerilo, monopalmitato de glicerilo, monococoato de glicerilo y mezclas de los mismos. Los diglicéridos ilustrativos incluyen dilaurato de glicerilo, dioleato de glicerilo, dilinoleato de glicerilo, dimiristato de glicerilo, diestearato de glicerilo, diisostearato de glicerilo, dipalmitato de glicerilo, cocoato de glicerilo, monomiristato monolaurato de glicerilo, monopalmitato monolaurato de glicerilo y mezclas de los mismos. Los triglicéridos ilustrativos mas no restrictivos incluyen aceites y grasas tales como aceite de coco, aceite de maíz, aceite de palmiste, aceite de palma, aceite de soja, aceite de semilla de algodón, aceite de colza, aceite de canola, aceite de semilla de girasol, aceite de ajonjolí, aceite de arroz, aceite de oliva, sebo, aceite de ricino y mezclas de los mismos. El más preferido es el aceite de coco. El uso de mono, di y triglicéridos como el correactivo tiene una ventaja por sobre los ésteres de alquilo C₁-C₃ de los ácidos grasos C₈-C₂₂. Los últimos por lo general se elaboran de la descomposición de los triglicéridos. La conversión a partir de los triglicéridos añade una etapa extra al procedimiento. Una desventaja de usar los mono, di y triglicéridos como correactivo de inicio, son los rendimientos ligeramente inferiores no obstante buenos del producto de glicinato de acilo resultante.

- 45 A nivel esquemático el procedimiento para preparar sales de los mismos acilamido ácidos carboxílicos o sulfónicos C₈-C₂₂ con un éster de alquilo C₁-C₃ de un ácido graso C₈-C₂₂ (en lo sucesivo, la “vía del monoéster”) corresponde al siguiente esquema de reacción (que opcionalmente incluye un precursor de triglicérido, con fines ilustrativos).



- 5 en el que R es un radical alquilo C₇-C₂₁ saturado o insaturado; R¹ es un alquilo C₁-C₄; R² es hidrógeno, CH₂COOX o un radical alquilo C₁-C₅; R³ es hidrógeno; R⁴ se selecciona entre el grupo que consiste en (CH₂)_mCO₂X, (CH₂)_mSO₃X, CH₂NR²(CH₂)_mOH y radicales glucosilo; R⁵ se selecciona entre el grupo que consiste en hidrógeno, hidroxifenilo, hidroxialquilo C₁-C₆, alquilo C₁-C₁₀, bencilo, hidroxibencilo, alquilcarbamido, tioalquilo y radicales carboxílicos; X se selecciona entre hidrógeno, iones metálicos, sales de amina y radicales alquilo C₁-C₄; y m oscila desde 0 hasta 6.

A nivel esquemático el procedimiento para preparar acilamido ácidos carboxílicos o sulfónicos C₈-C₂₂ o sales de los mismos directamente con un triglicérido como correactivo, corresponde al siguiente esquema de reacción



- 10 en el que R es un radical alquilo C₇-C₂₁ saturado o insaturado; R'' y R''' se seleccionan independientemente entre radicales C₇-C₂₁, que pueden ser iguales o diferentes, hidrógeno y mezclas de los mismos; R² es hidrógeno, CH₂COOX o un radical alquilo C₁-C₅; R³ es hidrógeno; R⁴ se selecciona entre el grupo que consiste en (CH₂)_mCO₂X, (CH₂)_mSO₃X, CH₂NR²(CH₂)_mOH y radicales glucosilo; R⁵ se selecciona entre el grupo que consiste en hidrógeno, hidroxifenilo, hidroxialquilo C₁-C₆, alquilo C₁-C₁₀, bencilo, hidroxibencilo, alquilcarbamido, tioalquilo y radicales carboxílicos; X se selecciona entre hidrógeno, iones metálicos, sales de amina y radicales alquilo C₁-C₄; y el valor de m oscila desde 0 hasta 6.

Las sales de los productos de amido ácido sulfónico o carboxílico del procedimiento pueden tener cualquier tipo de contraión catiónico, pero preferentemente se seleccionan entre cationes de sodio, potasio o mixtos. Un radical metilo es particularmente adecuado como grupo R¹.

- 20 Una ventaja del presente procedimiento por sobre la vía del haluro de acilo tradicional de Schotten-Bauman es que los ésteres grasos insaturados tales como ésteres de oleilo y linoleilo pueden ser tolerados. Estos ácidos insaturados no sufrirán descomposición ni generan cuerpos de color como sucede en aquellas reacciones de la técnica conocida. En el procedimiento existe una mínima producción de subproductos. A modo de ejemplo, cuando la glicina es el reactivo, los autores de la invención no han encontrado evidencia de una glicilglicina o glicildicetopiperazina. Tampoco existen corrientes residuales. Tal como se evidencia a partir del esquema de reacción anterior, cuando el glicerol es el poliol, el glicerol liberado del triglicérido se puede utilizar como un medio de reacción. El alcohol (por ejemplo, metanol) que se destila a partir de la reacción principal se puede retroalimentar en la reacción de hidrólisis del triglicérido para formar éster metílico de ácido graso nuevo.

Las cantidades molares relativas de compuesto amino o sal del mismo respecto del éster de ácido graso pueden

variar desde aproximadamente 3:1 hasta aproximadamente 1:3, preferentemente desde aproximadamente 2:1 hasta aproximadamente 1:1; más preferentemente desde 1,3:1 hasta 1,05:1.

5 Los polioles con un peso molecular comprendido desde 76 hasta 300, preferentemente desde 90 hasta 200, serán el medio de reacción. La relación molar relativa del polirol respecto del compuesto amino o sal del mismo puede variar desde aproximadamente 8:1 hasta aproximadamente 1:1; preferentemente desde aproximadamente 6:1 hasta aproximadamente 1:1 y más preferentemente desde aproximadamente 2:1 hasta 1:1.

Los más preferidos como el polirol son glicerol, propilenglicol y mezclas de los mismos. Por lo general, la cantidad total de polirol comprenderá entre el 50 y el 100 %; preferentemente, entre el 80 y el 100 %; y óptimamente, entre el 98 y el 100 % en peso del medio.

10 Las condiciones de temperatura para la reacción pueden oscilar desde aproximadamente 50 °C hasta aproximadamente 150 °C; preferentemente desde aproximadamente 80 °C hasta aproximadamente 140 °C y óptimamente desde aproximadamente 110 °C hasta aproximadamente 130 °C.

15 Los catalizadores que contienen sales de metales básicos usualmente están presentes para mejorar las velocidades de reacción y los niveles de conversión. Son particularmente útiles hidróxidos, fosfatos, sulfatos y óxidos que contienen metales alcalinos y alcalino-térreos, incluyendo óxido de calcio, óxido de magnesio, óxido de bario, óxido de sodio, óxido de potasio, hidróxido de calcio, hidróxido de magnesio, fosfato de calcio, fosfato de magnesio y mezclas de los mismos. Los más son óxido de calcio y óxido de magnesio, con el primero siendo el preferido. Las cantidades de catalizador de sal de metal básico pueden oscilar desde aproximadamente el 1 hasta aproximadamente el 20 %, preferentemente desde aproximadamente el 1 % hasta aproximadamente el 10 %, más preferentemente desde aproximadamente el 1,5 hasta aproximadamente el 5 % en peso del compuesto amino de inicio presente en la reacción.

25 Los compuestos tampón pueden también en algunas realizaciones tener utilidad para mejorar las conversiones y los tiempos de reacción de la presente invención. Los tampones adecuados incluyen fosfato trisódico, hidrogenofosfato disódico, citrato de sodio, carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, borato de sodio y mezclas de los mismos. El fosfato trisódico es particularmente útil. Las cantidades del tampón pueden oscilar desde aproximadamente el 1 hasta aproximadamente el 30 % en peso del compuesto amino o sal del mismo presente en la reacción. Preferentemente la cantidad es desde aproximadamente el 5 % hasta aproximadamente el 15 % en peso del compuesto amino de inicio o sal del mismo presente en la reacción.

30 De manera ventajosa, la destilación del alcohol (por ejemplo metanol) en la vía del monoéster se puede realizar a presión atmosférica así como en condiciones de presión reducida.

35 No es necesario que se aislen los productos de reacción para diversos fines. Por ejemplo, es posible que no sea necesario separar el polirol donde los compuestos acilamido están destinados a los productos para el cuidado personal, tales como jabones corporales, barras de tocador, champúes o incluso lociones. Algunos polioles, en particular glicerol y propilenglicol son útiles en estos productos tal como un humectante. En las circunstancias donde el glicerol o propilenglicol, los materiales de inicio sin reaccionar o los subproductos menores son indeseables, la mezcla de reacción resultante puede procesarse en forma adicional. Por ejemplo, la mezcla se puede tratar con etanol que precipita aparte la sal de acilamido carboxílica o sulfónica o con acidificación la forma de ácido libre pero retiene el polirol y los materiales de inicio sin reaccionar solubilizados dentro del etanol. Ante la separación del producto de acilamido ácido carboxílico o sulfónico o del mismo, los materiales de inicio sin reaccionar y el polirol se pueden reciclar para la reacción adicional mediante evaporación (por ejemplo destilación) del etanol.

45 A través del presente procedimiento se evitan los subproductos de color comúnmente generados en las vías anteriormente conocidas para formar sales de acilamido carboxílicas o sulfónicas. La confirmación de la ausencia de especies coloreadas, por ejemplo donde la glicina es un reactivo, cualquier glicilglicina y glicildicetopiperazina se ha establecido como no presente por procedimientos analíticos de cromatografía y/o espectroscopía de masas. No obstante, quizás el mejor indicador de la naturaleza limpia de los productos formados en el procedimiento es la falta visual de coloración oscura (por ejemplo, la ausencia de color canela, marrón o incluso verde/azul que hasta el momento son evidentes en otras vías formadoras de glicinato). Después del paso de calentamiento (ii), la masa líquida caliente del producto de reacción que porta el producto de acilamido ácido carboxílico o sulfónico/sal del mismo y el polirol se extrae del reactor y forma un semisólido. El color de esta masa se evalúa mediante la Escala de Colores de Hunter Lab. La masa resultante de la reacción puede variar en el color de blanco a ligeramente blancuzco. De acuerdo con la escala de Hunter, el parámetro clave será el valor L que es una medida de reflectancia de blancura. L debería oscilar entre 70 y 100, preferentemente desde 75 hasta 100; y óptimamente desde 90 hasta 100. De forma deseable, también se puede considerar el valor b. El "b" puede oscilar desde 0 hasta 20; preferentemente desde 0 hasta 15 y óptimamente desde 0 hasta 3. Es de menor impacto el valor "a", que puede oscilar desde -2 hasta 8; preferentemente desde -1 hasta 5 y óptimamente desde 0 hasta 4. Los valores para la presente invención se establecieron al comparar el color de la masa resultante de la reacción (al término del procedimiento) con un Conversor Métrico de Color disponible en línea en el sitio <http://www.colorpro.com/info/tools/convert.htm>.

El término “comprendiendo” está queriendo decir no limitarse a elemento establecido mencionado con posterioridad alguno sino más bien a abarcar elementos no especificados de mayor o menor importancia funcional. En otras palabras no es necesario que los pasos, los elementos o las opciones enumerados sean exhaustivos. Siempre que se empleen los términos “incluir” o “tener”, estos términos serán equivalentes a “comprender” según se definió con anterioridad.

A excepción de los ejemplos operativos y comparativos, o donde se indique explícitamente lo contrario, todos los números en esta descripción que indiquen cantidades de material deberían entenderse como modificados por la palabra “aproximadamente”.

Debería destacarse que al especificar cualquier intervalo de concentración o cantidad, es posible asociar cualquier concentración superior particular con cualquier concentración o cantidad inferior particular.

Los siguientes ejemplos ilustrarán las realizaciones de esta invención de manera más completa. Todas las partes, los porcentajes y las proporciones mencionados en el presente documento y en las reivindicaciones adjuntas se expresan en peso a menos que se establezca lo contrario.

Ejemplo 1

Glicinato de cocoílo mediante la vía del monoéster

Se usó un recipiente de reactor de vidrio de 3 cuellos de 250 ml para realizar una serie de experimentos comparativos. Un cuello central se equipó con una varilla de agitación con paleta de Teflon® en un extremo y un motor para girar la varilla en un segundo extremo. Un segundo cuello del reactor se equipó con un condensador enfriado por agua que conducía a una trampa de Dean-Stark para recoger el metanol generado en la reacción de interesterificación. El tercer cuello se equipó con un termómetro unido a un dispositivo de control de temperatura. El reactor se calentó en forma externa en una manta de calentamiento Glas-Col. En el experimento 1, el reactor se cargó con 25 g de glicerol, 0,41 g de óxido de calcio, 17,5 g de glicina sódica y 39 g de éster metílico de cocoílo. Al inicio dos fases estuvieron presentes en el reactor. Los reactivos luego se calentaron a 120 °C durante 2 horas en condiciones de agitación constante y nitrógeno seco. Luego los contenidos del reactor se enfriaron hasta un punto justo por encima del de la solidificación y se retiraron del reactor. La masa resultante fue una pasta de color blanco. El análisis mediante cromatografía líquida reveló un rendimiento de aproximadamente 87 % (basado en la glicina de inicio) de glicinato de cocoílo sódico.

La masa resultante contenía el 50,3 % de glicinato de cocoílo sódico, el 7,2 % de ácidos grasos C₈-C₁₈, el 34,1 % de glicerol, el 1,6 % de glicina, menos del 1,0 % de cocoato de metilo y el resto óxido de calcio y otros materiales menores.

Por medio del análisis de cromatografía líquida/espectroscopía de masas, se mostró que el glicinato de cocoílo sódico contenía la siguiente distribución de longitud de cadena de ácidos grasos basada en las cantidades porcentuales en la masa resultante total siguiente: el 5,0 % de C₈; el 3,8 % de C₁₀; el 27,4 % de C₁₂; el 9,7 % de C₁₄; el 4,5 % de C₁₆ y el 6,9 % de C₁₈. El glicinato C₁₈ fue una mezcla de isómeros esteáricos, oleicos y linoleicos. Los compuestos C₁₈ insaturados sobrevivieron a las condiciones de reacción en contraste con su ausencia según las condiciones de la ruta alternativa del cloruro de acilo.

Se realizó una serie de experimentos adicionales para evaluar la importancia del catalizador, el tampón, los tiempos de reacción y las temperaturas. Estos experimentos se registran en la Tabla I. Los reactivos y las condiciones son idénticos a los del experimento 1, salvo donde se indique lo contrario por notas al pie para la Tabla I.

TABLA I

Número de experimento	Glicerol	Óxido de calcio	Amortiguador	pKa de mezcla de reacción	Tiempo de reacción (Horas)	Rendimiento (%)	Temperatura (°C)	Escala de color de Hunter Lab		
								L	a	b
1	Sí	Sí	No	9,6	2	87	120	96,28	0,56	12,98
2	Sí	Sí	Sí ¹	9,6	2	95+	120	93,12	-0,52	2,41
3	Sí	Sí ²	No	9,6	2	95+	120	93,12	-0,52	2,41
4	Sí	No	No	9,6	4-5	40-50	120-140	96,28	0,56	12,98
5	No	No	No	9,6	5	<10	110-150	46,2	9,21	33,05
6	No	Sí	No	9,6	2	<5	120	46,2	9,21	33,05
7	No	Sí	Sí	9,6	2	<5	120	46,2	9,21	33,05
8	Sí	Sí ³	Sí	9,6	2	75	120	93,12	-0,52	2,41
9	Sí	Sí ⁴	Sí	9,6	2	30-50	110-120	93,53	-0,12	6,07
10	Sí	Sí	No	10,2	5	84	120	93,12	-0,52	2,41
11	Sí	Sí	Sí ⁶	8,9	5	94	120	93,12	-0,52	2,41
12	Sí	Sí	Sí	9,74	2	89	120	93,12	-0,52	2,41
13	Sí	Sí	Sí	7,6	2	0	120	68,93	12,44	36,72
14	Sí	Sí	Sí	7,7	2	0	120	69,00	12,50	37,00
15	Sí	Sí	Sí	8,9	2	0	120	69,10	12,60	37,01

¹ Trifosfato sódico a 1,5 g; ² CaO duplicado a 0,82 g; ³ Sustituto de óxido de magnesio para óxido de calcio a 0,41 g.

⁴ Reemplazo de óxido de cinc para óxido de calcio a 0,41 g; ⁵ Propilenglicol como reemplazo de glicerol a 25 g; ⁶ Trifosfato sódico duplicado a 3,0 g.

5 El experimento 4 en la Tabla I demuestra que en ausencia de óxido de calcio, los rendimientos se redujeron a un intervalo de 40-50 %. El experimento 5 demuestra que en ausencia de glicerol, apenas se forma glicinato de cocoílo sódico alguno. Se observan resultados similares en los experimentos 6 y 7 donde solamente el catalizador está presente para influenciar la reacción. A partir de estos experimentos queda claro que el medio es el aspecto crucial para impulsar buenas conversiones. El glicerol es el mejor y el propilenglicol es el segundo mejor pero también útil.

Los experimentos 13-15 demuestran que las reacciones que se realizan a una pKa sustancialmente menor a 9,5 no dan como resultado ningún producto de glicinato. Se observaron rendimientos de valor cero a pKa de 7,6, 7,7 y 8,9.

Ejemplo 2

10 Se evaluó una serie de diferentes medios de reacción. Los experimentos se realizaron con reactivos y condiciones idénticos a los del experimento 1, salvo donde se indique lo contrario como notas al pie para la Tabla II.

TABLA II

Número de experimento	Medio ⁷	Óxido de calcio	A-mor-ti-gua-dor	pKa de mezcla de reacción	Tiempo de reacción (Horas)	Temperatura (°C)	Rendimiento (%)	Escala de color de Hunter Lab L a b		
16	Metanol	Si ⁸	No	9,6	2	120	<5	93,39	2,01	24,30
17	Etanol	Si	Si	9,6	4-5	80	<5	93,39	2,01	24,30
18	Alcohol iso-propílico	Si	Si	9,6	5	90	<5	93,39	2,01	24,30
19	Tolueno	No	No	9,6	5	110	<5	93,39	2,01	24,30
20	Alcohol isoamilico	No	Si ⁹	9,6	5	120	<5	93,39	2,01	24,30
21	Agua	Si	No	9,6	3	100	<5	68,93	12,44	36,72

⁷ La cantidad del medio fue de 100 g.

⁸ CaO duplicado a 0,82 g.

⁹ Trifosfato sódico duplicado a 3,0 g.

En base a los resultados comunicados en la Tabla II, es evidente que el metanol, etanol, alcohol isopropílico, tolueno y alcohol isoamílico fueron ineficaces para proporcionar cualquier conversión razonable de reactivos en glicinato de cocoílo sódico. Solamente el glicerol y en un grado ligeramente inferior, el propilenglicol fueron efectivos para impulsar las reacciones a altas conversiones.

5 **Ejemplo 3**

Se realizó un conjunto de experimentos para evaluar si los aminoácidos diferentes a glicina, ácidos aminosulfónicos y glucosil aminas también serían reactivos en el procedimiento. Los experimentos se realizaron con reactivos y condiciones idénticos a los del experimento 1, salvo que la glicina se reemplazó por sarcosina, taurina o N-metilglucamina. Cualesquiera cambios adicionales se indican como comentarios al pie de la Tabla III.

10

TABLA III

Número de experimento	Reactivo amino	Glicerol	Óxido de calcio	A-mortiguador	pKa de mezcla de reacción	Tiempo de reacción (Horas)	Rendimiento (%)	Temperatura (°C)	Escala de color de Hunter Lab		
									L	a	b
22	Sarcosina	Sí	Sí	Sí	9,6	2	55-65	120	76,75	5,24	53,64
23	Taurina	Sí	Sí	Sí ¹	9,7	2	95+	120	93,3	-0,12	6,07
24	N-metil glucamina	Sí	Sí	Sí	9,6	2	92	120	92,14	4,4	32,75
¹ Trifosfato sódico a 1,5 g											

Los experimentos 22 y 23 produjeron respectivamente buenos rendimientos de sarcosinato de cocoilo sódico y taurato de cocoilo sódico. Las amidas de N-metil glucamina también se proporcionaron en buenos rendimientos como se detalla en el experimento 24.

Ejemplo 4

5 Glicinato de cocoilo mediante triglicéridos

Se usó un recipiente de reactor de vidrio de 3 cuellos de 250 ml para realizar una serie de experimentos comparativos. Un cuello central se equipó con una vara de agitación con paleta de Teflon® en un extremo y un motor para girar la vara en un segundo extremo. Un segundo cuello del reactor se equipó con un condensador enfriado por agua que conducía a una trampa de Dean-Stark para recolectar destilados generados en la reacción de interesterificación. El tercer cuello se equipó con un termómetro unido a un dispositivo de control de temperatura. El reactor se calentó en forma externa en una manta de calentamiento Glas-Col. En el experimento 1, el reactor se cargó con 25 g de glicerol, 17,5 g de glicina sódica, 0,41 g de óxido de calcio, 3 g de fosfato de sodio (tampón) y 41,2 g de aceite de coco. Al inicio dos fases estuvieron presentes en el reactor. Los reactivos luego se calentaron a 130 °C durante 2 horas sometidos a agitación constante. Los contenidos del reactor luego se enfriaron hasta un punto justo por encima de la solidificación y se retiraron del reactor. La masa resultante fue una pasta de color blanco.

El análisis mediante cromatografía líquida reveló un rendimiento de aproximadamente el 92,7 % (basado en la glicina de inicio) de glicinato de cocoilo sódico. Este experimento se identifica como el número 25 en la Tabla IV. Los experimentos 26 a 28 se realizaron con reactivos y en condiciones idénticas al experimento 25, salvo cuando se indica lo contrario en la Tabla.

TABLA IV

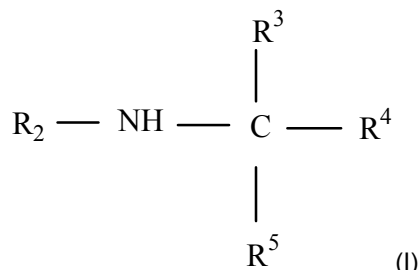
Número de experimento	Glicerol	Óxido de calcio	Amortiguador	Triglicérido	pKa de mezcla de reacción	Tiempo de reacción (horas)	Rendimiento (%)	Temperatura (°C)	Escala de color de Hunter Lab L a b		
25	Sí	Sí	Sí	Aceite de coco	9,6	2	92,7	130	95,20	0,56	12,98
26	Sí	Sí	Sí	Aceite de coco	9,6	5	72	120	95,06	-0,27	11,98
27	Sí	Sí	No	Aceite de coco	9,6	5	91,8	120-130	93,53	-0,12	6,07
28	Sí	Sí	Sí	Aceite de coco	9,6	5	60	120	90,10	1,34	39,74

Aunque la invención ha sido descrita en detalle con referencia a realizaciones específicas de la misma, será evidente para los expertos en la técnica que se pueden realizar diversos cambios y modificaciones en la misma.

REIVINDICACIONES

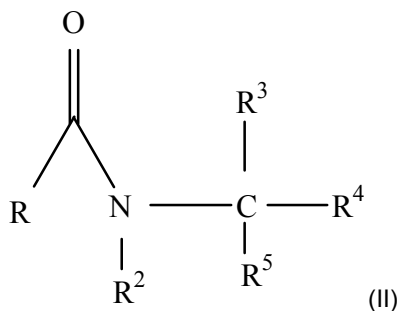
1. Un procedimiento de preparación de compuestos acilamido C₈-C₂₂, que comprende:

(i) hacer reaccionar un compuesto amino —o su sal— que tiene una estructura (I) con un éster de ácido graso en un medio que es un poliol de peso molecular que oscila desde 76 hasta 300:



caracterizado porque R² es hidrógeno, CH₂COOX o un radical alquilo C₁-C₅; R³ es hidrógeno; R⁴ se selecciona entre el grupo que consiste en (CH₂)_mCO₂X, (CH₂)_mSO₃X, CH₂NR²(CH₂)_mOH y radicales glucosilo; R⁵ se selecciona entre el grupo que consiste en hidrógeno, hidroxifenilo, hidroxialquilo C₁-C₆, alquilo C₁-C₁₀, bencilo, hidroxibencilo, alquilcarbamido, tioalquilo y radicales carboxílicos; X se selecciona entre hidrógeno, iones metálicos, sales de amina y radicales alquilo C₁-C₄; y m oscila desde 0 hasta 6; y

(ii) calentar los reactivos del paso (i) en presencia de un catalizador conteniendo sal de metal básico seleccionada del grupo que consiste en hidróxidos, fosfatos, sulfatos y óxidos de metales alcalinos y alcalino-térreos, para formar los compuestos acilamido C₈-C₂₂ que tienen una estructura (II) y recuperar una masa resultante del procedimiento:



en la que R es un radical alquilo C₇-C₂₁ saturado o insaturado, proporcionado por el éster de ácido graso; y la masa resultante tiene un valor L de acuerdo con la Escala de Colores de Hunter Lab que oscila desde 70 hasta 100.

2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el éster de ácido graso es un éster de alquilo C₁-C₃ de un ácido graso C₈-C₂₂ o un éster glicérico seleccionado entre mono, di o triglicérido.

3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el éster de ácido graso es un éster de alquilo C₁-C₃ de un ácido graso C₈-C₂₂ seleccionado entre el grupo que consiste en laurato de metilo, oleato de metilo, linoleato de metilo, miristato de metilo, estearato de metilo, palmitato de metilo, laurato de etilo, oleato de etilo, linoleato de etilo, miristato de etilo, estearato de etilo, palmitato de etilo, laurato de n-propilo, oleato de n-propilo, linoleato de n-propilo, laurato de isopropilo, oleato de isopropilo, linoleato de isopropilo, miristato de isopropilo, estearato de isopropilo, palmitato de isopropilo y sus mezclas.

4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el éster de ácido graso es un triglicérido seleccionado entre el grupo que consiste en aceite de coco, aceite de maíz, aceite de palmiste, aceite de palma, aceite de soja, aceite de semilla de algodón, aceite de colza, aceite de canola, aceite de semilla de girasol, aceite de ajonjolí, aceite de arroz, aceite de oliva, sebo, aceite de ricino y sus mezclas.

5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el medio es glicerol.

6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el catalizador que contiene sal de metal básico se selecciona entre el grupo que consiste en hidróxidos, fosfatos, sulfatos y óxidos que contienen metales alcalino-térreos.

7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el catalizador que contiene sal de metal básico se selecciona entre el grupo que consiste en óxido de calcio, óxido de magnesio, óxido de bario, óxido de sodio, óxido de potasio, hidróxido de calcio, hidróxido de magnesio, fosfato de calcio, fosfato de magnesio y mezclas

de los mismos.

8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el catalizador que contiene sal de metal básico es óxido de calcio.
- 5 9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el medio y el compuesto amino o sal del mismo están presentes en una relación molar relativa que oscila desde 8:1 hasta 1:1.
10. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el medio y el compuesto amino o sal del mismo están presentes en una relación molar relativa que oscila desde 6:1 hasta 1:1.
11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la relación molar de compuesto amino o sal del mismo respecto del éster oscila desde 3:1 hasta 1:3.
- 10 12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la relación molar del compuesto amino o sal del mismo respecto del éster oscila desde 1,3:1 hasta 1,05:1.
13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 dirigido a una temperatura que oscila desde 50 °C hasta 150 °C.
- 15 14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 dirigido a una temperatura que oscila desde 80 °C hasta 140 °C.
15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el catalizador que contiene sal de metal básico está presente en una cantidad del 1 al 20 % en peso del compuesto amino o sal del mismo.
16. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el compuesto amino o sal del mismo se selecciona entre el grupo que consiste en alanina, valina, leucina, isoleucina, fenilalanina, triptófano, metionina, ácido aspártico, ácido glutámico, glicina, serina, treonina, cisteína, tirosina, asparagina, glutamina, lisina, arginina, histidina, sarcosina, N-metilglucamina, glucamina y taurina.
- 20 17. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el compuesto amino o sal del mismo se selecciona entre el grupo que consiste en glicina, sarcosina y taurina.
18. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende además desde el 0 hasta el 10 % de agua.
- 25 19. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende además desde el 0 hasta el 1 % de agua.