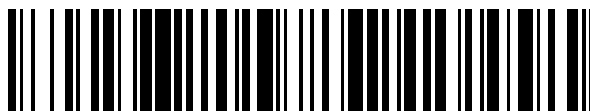


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 597 033**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)
C07C 303/22 (2006.01)
C07C 303/26 (2006.01)
C07C 51/60 (2006.01)
C07C 233/47 (2006.01)
C07C 309/15 (2006.01)
C07C 53/42 (2006.01)
C07C 309/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.09.2012** **PCT/IB2012/055197**
87 Fecha y número de publicación internacional: **27.02.2014** **WO14030038**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.09.2012** **E 12780547 (1)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.07.2016** **EP 2888226**

54 Título: **Método para producir tensioactivos de N-acilaminoácidos usando tensioactivos de N-acilaminoácidos o los anhídridos correspondientes como catalizadores**

30 Prioridad:

23.08.2012 IN MM24532012

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.01.2017

73 Titular/es:

GALAXY SURFACTANTS LTD. (100.0%)
C-49/2TTC Industrial Area, Pawne
Navi Mumbai 400 703 Maharashtra, IN

72 Inventor/es:

KOSHTI, NIRMAL;
PARAB, BHARAT BHIKAJI;
POWALE, RAJENDRA SUBHASH;
DESAI, ARCHANA KISHOR;
BARAI, KAMLESH KESHWAR;
KATDARE, PRADNYA MANDAR;
SAWANT, BHAGYESH JAGANNATH;
KADAM, SANTOSH VISHNU y
PILLI, SRINIVAS UPPALASWAMY

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 597 033 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

Método para producir tensioactivos de *N*-acilaminoácidos usando tensioactivos de *N*-acilaminoácidos o los anhídridos correspondientes como catalizadores

CAMPO DE LA INVENCION

- 5 La presente invención se refiere a un proceso rentable de dos etapas para la fabricación de tensioactivos basados en aminoácidos usando los mismos tensioactivos como catalizadores para sintetizar el producto intermedio de alta calidad y con rendimiento cuantitativo. Más particularmente, la presente invención se refiere a un proceso para la preparación de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos catalizando la síntesis de cloruro de ácido graso por los mismos tensioactivos de *N*-acilaminoácidos que están siendo fabricados.

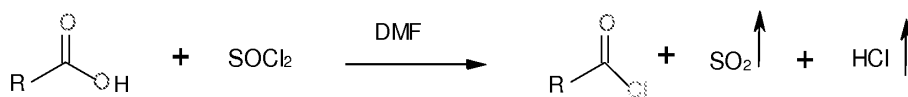
10 ANTECEDENTES Y ESTADO DE LA TÉCNICA DE LA INVENCION

- Los tensioactivos de *N*-acilaminoácidos se usan ampliamente en aplicaciones de cuidado personal, además de otras aplicaciones industriales. Se encuentran en la categoría de los tensioactivos aniónicos y son significativamente más suaves que el resto de los tensioactivos aniónicos. Por ejemplo, tensioactivos como lauroilsarcosinato de sodio, miristoilsarcosinato de sodio, cocoilglicinato de sodio, cocoil-*N*-metiltaurato de sodio se usan comercialmente en productos de limpieza de la cara, productos de limpieza del cuerpo, ya que presentan buena potencia limpiadora y son más suaves para la piel y el pelo en comparación con otros tensioactivos aniónicos. Los sarcosinatos de alcanoilo encuentran aplicaciones en enjuagues bucales y en dentífricos, en general, debido a su actividad bacteriostática. Son un anfitrión de otras áreas en las que los aminoácidos *N*-acilados se usan comercialmente, tales como en productos de petróleo, como lubricantes, en el procesamiento de metales y la flotación de minerales. (Aminoácido *N*-acilado como tensioactivos, J.D. Spivack, Capítulo 16, en 'Anionic surfactants, Vol 7, Surfactant Science Series, Editado por W. M. Linfield). Comercialmente, se fabrican a partir de una síntesis de dos etapas que implica ácido graso y diversos aminoácidos tales como glicina, sarcosina, *N*-metiltaurina, alanina, ácido aspártico, ácido glutámico, glutamina y arginina. Éstos son algunos de los aminoácidos más comúnmente usados que se usan para fabricar tensioactivos de *N*-acilaminoácidos. Sin embargo, pueden usarse prácticamente todos los aminoácidos, quirales o racémicos, naturales o sintéticos, en la fabricación de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos. Por tanto, los aminoácidos usados en la fabricación de tensioactivos no tienen que ser α -aminoácidos. Por tanto, el grupo ácido en estos aminoácidos puede ser cualquier otro grupo ácido distinto del grupo carboxílico. Se han condensado ácidos aminosulfónicos (por ejemplo, *N*-metiltaurina) con cloruros de ácido graso y para crear tensioactivos comerciales tales como *N*-metil-*N*-cocoiltaurato de sodio. En la fabricación de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos, el ácido graso o una mezcla de ácidos grasos se hace reaccionar con la funcionalidad amino de los aminoácidos mediante la mediación de cloruro de ácido graso en condiciones de Schotten-Baumann típicas como se muestra en el esquema 1 (patente de EE.UU. 2.790.7799 (1953), patente de EE.UU. 2.790.779 (1957), patente de EE.UU. 3.945.931 (1974)).

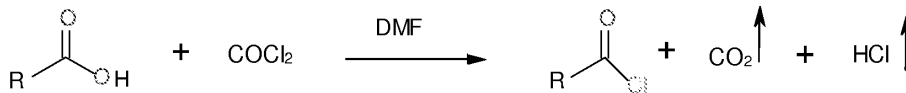


esquema 1

- 35 La condensación de Schotten-Baumann entre cloruro de ácido graso y un aminoácido normalmente se hace en medio acuoso, sin embargo, también se informa del uso de sistemas de disolventes mixtos (disolvente y agua) (patente de EE.UU. 6.703.517 (2002), patente de EE.UU. 6.569.829 (1999), publicación de solicitud de EE.UU. N.º 2005/0085651 (2004) y documento WO2009/065590 (2009)). Algunas otras patentes enseñan sobre la preparación y la purificación de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos que se preparan esencialmente siguiendo la misma vía de condensación de cloruro de ácido graso con aminoácidos (patente japonesa N.º 2923101 (1991), publicación de solicitud japonesa N.º 04-149163 (1990), patente japonesa N.º 3362468 (1993)).

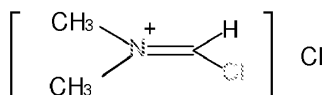


esquema 2



esquema 3

Los precursores de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos, los cloruros de ácido graso, se fabrican, industrialmente, haciendo reaccionar ácidos grasos y un agente de halogenación, tanto fosgeno como cloruro de tionilo, como se representan en los esquemas 2 y 3. La cloración se cataliza normalmente por *N,N*-dimetil formamida (DMF). La DMF o formamidas sustituidas similares forman un complejo (complejo de Vilsmeier) con COCl_2 o SOCl_2 que es la especie catalítica propiamente dicha (documentos US 5.430.186; US 5.623.082; US 5.200.560; US 5.278.328 y US 5.166.427) en la cloración de ácidos.



Complejo de Vilsmeier

Al final de la reacción, el aislamiento del cloruro de ácido graso (producto) del complejo de catalizador ha sido siempre un problema difícil de vencer. Se han hecho varios intentos, pero la separación limpia del complejo de catalizador del producto cloruro de ácido generalmente no es posible (patentes de EE.UU. 5.166.427(1992), 5.200.560 (1993), 6.770.783 (2004) 6.727.384 (2004) y 5.247.105 (1993).

Las graves desventajas y complicaciones que surgen de la presencia de este complejo de catalizador de color oscuro (complejo de Vilsmeier) en el producto están bien documentadas y la mayoría de los intentos se han hecho hacia mejorar la 'separación de fases', que es separar la fase de complejo de catalizador de la fase de producto.

Así, la eliminación de DMF o sustancias catalíticas similares, por tanto separación de fases como fraccionamiento/destilación, implica procesamiento adicional y pérdida de rendimiento de producto valioso. Una porción importante de los compuestos de Vilsmeier así formados se separa tras completarse la reacción, dejando que se separen las fases. El complejo de carboxamida-agente de cloración tiende a depositarse como un alquitrán negro/marrón en el fondo del recipiente del reactor. La separación de fases es el método más intentado para purificar cloruros de ácido como se desvela en las patentes de EE.UU. 5.166.427 (1992), 5.200.560 (1993), 6.770.783 (2004) y 6.727.384 (2004) y 5.247.105 (1993).

La destilación (fraccionamiento) es otra forma de aislar el producto, pero no todos los cloruros de ácido son susceptibles a destilación. El complejo de catalizador (complejo de Vilsmeier) existe en forma iónica y de ahí que no se fácil librarse del mismo mediante destilación/fraccionamiento del cloruro de ácido. El complejo sigue descomponiéndose mientras que se destila. En segundo lugar, las pérdidas de destilación/fraccionamiento (fracciones con catalizador de formamida y residuo que queda después de la destilación) son inevitables.

Otra preocupación grave es la toxicidad de estas formamidas o cualquier otra molécula orgánica similar a DMF. La DMF está registrada en las sustancias peligrosas y se informa que tiene un efecto tóxico crónico y clasificación de riesgo para la salud de 2. Por tanto, no están disponibles datos de toxicidad para las otras formamidas, los análogos de DMF que son capaces de ser catalizadores, pero se espera que presenten toxicidad similar o más alta. Además de la preocupación del riesgo para la salud asociado a las formamidas, los análogos de DMF padecen la misma dificultad de aislar cloruro de ácido graso (producto) de la masa de reacción cuando se usan como catalizadores, ya que forman complejos de Vilsmeier con agentes de halogenación. Por tanto, los cloruros de ácido graso preparados halogenando ácidos grasos tanto con fosgeno como con cloruro de tionilo usando formamidas, acetamidas, o cualquier otro análogo como catalizadores, necesitan etapas de purificación adicionales tales como destilación, separación de fases o cristalización, etc. (documento DE 2656126-(1977)). Estas etapas adicionales producen pérdida significativa de rendimiento, mayor consumo de energía y tiempo de ciclos para lotes más largos que producen productividad más baja.

Como la preparación de los productos intermedios clave, los cloruros de ácido graso, por los actuales procesos de la técnica existente es engorrosa e ineficiente, afecta la calidad y el coste de todos los productos aguas abajo, tales como los tensioactivos de *N*-acilaminoácidos, estando estimado el consumo mundial en 250.000 toneladas métricas.

5 Por lo tanto, hay una necesidad de mejorar significativamente el proceso de fabricación que pueda reducir las pérdidas debido a destilación y evitar cualquier otra etapa de purificación del producto intermedio, y reducir el tiempo de ciclos para lotes dando productividad más alta.

La presente invención se refiere a la fabricación de tensioactivos basados en aminoácidos usando los mismos tensioactivos como catalizadores para sintetizar el producto intermedio de alta calidad y con rendimiento cuantitativo. El proceso global es 'verde' (tiempo de lotes significativamente reducido, bajo consumo de energía, sin ninguna generación de desperdicios y de efluentes (ningún residuo después de la destilación/fraccionamiento), y extremadamente rentable (bajo consumo de energía), eficiente (velocidad de catálisis más rápida). Además, este proceso descrito en la presente solicitud evita el uso de catalizadores tóxicos y es aplicable a toda la clase de la familia de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos.

OBJETIVOS DE LA INVENCION

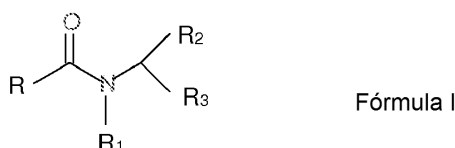
15 Es un objetivo de la presente invención vencer los inconvenientes del estado de la técnica.

Es otro objetivo de la presente invención proporcionar un proceso para la fabricación de tensioactivos basados en aminoácidos usando los mismos tensioactivos como catalizadores para sintetizar el producto intermedio de alta calidad y con rendimiento cuantitativo.

20 Es otro objetivo más de la presente invención proporcionar un proceso de dos etapas rentable para la fabricación industrial de toda la clase de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos.

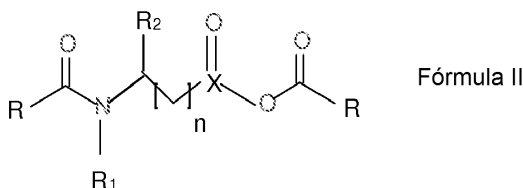
SUMARIO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso de producción de tensioactivos basados en *N*-acilaminoácidos de Fórmula I



25 en la que R está seleccionado de grupo alquilo C6 a C22, R₁ está seleccionado de H, alquilo C1 a C4, R₂ está seleccionado de todos los grupos en el carbono α de aminoácidos naturales, R₃ está seleccionado de COOX, CH₂-SO₃X, X está seleccionado de Li⁺, Na⁺ o K⁺; comprendiendo dicho procesos las etapas de

30 A) preparar cloruros de ácido graso halogenando ácidos grasos con cloruro de tionilo en presencia de cantidad catalítica de los mismos u otro tensioactivo de *N*-acilaminoácido de Fórmula I o anhídridos del mismo tensioactivo, Fórmula II,



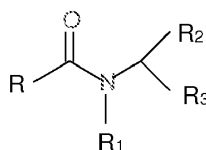
en la que, R = grupo alquilo C6 a C22, R₁ = H, alquilo C1 a C4, R₂ = todos los grupos en el carbono α de aminoácidos naturales, n = 0 a 4, X = C, SO y

35 B) hacer reaccionar el cloruro de ácido graso de la etapa (A) con un aminoácido en presencia de una base en condiciones de Schotten-Baumann acuosas típicas.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION:

La presente invención se refiere a un proceso rentable para la fabricación de tensioactivos basados en aminoácidos usando los mismos tensioactivos como catalizadores para sintetizar el producto intermedio de alta calidad y con rendimiento cuantitativo.

40 El método de la presente invención enseña la fabricación de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos de Fórmula I



Fórmula I

en la que R representa cadena de alquilo con átomos de carbono que oscilan de 6 a 22, R₁ representa H, o cadenas de alquilo pequeñas que oscilan de C1 a C4, R₂ representa todos los grupos en el carbono α de aminoácidos naturales, R₃ representa un grupo ácido tal como carboxilo o sulfonilo con un contracción de metales alcalinos como en COOX, CH₂-SO₃X, en la que X=Li⁺, Na⁺ o K⁺.

El proceso de la presente solicitud implica dos etapas. La primera etapa es la fabricación de cloruro de ácido graso y en la segunda etapa el cloruro de ácido graso fabricado en la primera etapa se hace reaccionar con un aminoácido en medio acuoso o de agua-disolvente mixto en presencia de base para obtener los tensioactivos de *N*-acilaminoácidos.

La cadena de alquilo representada por R puede ser cadena lineal o ramificada de número par o número impar. Puede ser una única cadena o una mezcla de varias cadenas de alquilo que oscilan de C6 a C22. La cadena de alquilo puede estar completamente saturada o puede estar insaturada con uno o más dobles enlaces. Como esta cadena de alquilo se deriva de ácidos grasos que se producen en la naturaleza, principalmente, en forma de grasas animales o aceite vegetal. Las cadenas de alquilo insaturadas pueden derivarse de ácido oleico, ácido ricinoleico, ácido linólico, ácido linolénico, ácido eleostearico, ácido eicosenoico, ácido eurístico, ácido docosodienoico y ácido undecilénico. Los ácidos grasos saturados se derivan normalmente de aceite de palma/de semilla de palma o aceite de coco y son todos de números pares que oscilan de ácido octanoico (C8) a ácido esteárico (C18). Los ácidos grasos con mayor número de carbonos (C18 a C22) se derivan de aceite de mostaza, aceite de tung y aceite de colza. Los ácidos grasos saturados/ insaturados se convierten en los cloruros de ácido correspondientes tratándolos con cloruro de tionilo.

Ambos reactantes se hacen reaccionar entre sí en cantidad equivalente estequiométrica o hasta el 3 % de exceso de agente de cloración (relación molar, ácido graso : agente de cloración: 1 :1,03). Las halogenaciones de ácidos grasos con tanto fosgeno como cloruro de tionilo se hacen a 20 a 45 °C bajo atmósfera de nitrógeno con un sistema de lavado químico para la absorción de los subproductos HCl y SO₂. A escala de planta, puede seguirse la técnica de 'bucle cerrado' bien establecida en la que el SO₂ y HCl se separan y se usan convenientemente, para lo que el SO₂ se convierte de nuevo en SOCl₂.

Según la presente invención, los tipos de aminoácidos que se usan en la síntesis de compuestos de Fórmula I son α-aminoácidos que existen de forma natural (glicina, alanina, valina, leucina, isoleucina, metionina, prolina, cisteína, fenilalanina, tirosina, triptófano, arginina, lisina, histidina, ácido aspártico, ácido glutámico, serina, treonina, asparagina, glutamina), aminoácidos no naturales (estereoquímica 'D' opuesta), mezclas de estereoisómeros, aminoácidos no naturales (ácido aminopropiónico, *N*-metiltaurina, sarcosina). En resumen, los aminoácidos requeridos para la síntesis de los compuestos de Fórmula I necesitan tener un grupo amino primario o secundario en un extremo y un grupo ácido, tanto carboxílico como sulfónico, en el otro extremo.

Mientras que se sintetizan los tensioactivos de *N*-acilaminoácidos, se añade cloruro de ácido graso a una disolución acuosa enfriada (10 a 15 °C) y agitada de aminoácido en su forma de sal con metales alcalinos. Los cationes de forma de sal de los aminoácidos son iones de metal alcalino como potasio, sodio o litio. Para esta condensación (reacción de Schotten-Baumann), la relación de cloruro de ácido graso con respecto a aminoácido varía de 1:1 a 1:1,03. A una disolución agitada y enfriada de aminoácido, una equivalencia de base (en forma de disolución) y una equivalencia de cloruro de ácido graso se añaden simultáneamente manteniendo la relación estequiométrica y el pH de la masa de reacción entre 10 y 11, preferentemente entre 10,3 y 10,6. La reacción de Schotten-Baumann es una reacción rápida y produce producto muy limpio con generación estequiométrica de subproducto, la sal, cloruro de metal alcalino, dependiendo de la base empleada. El pequeño grado de hidrólisis del cloruro de ácido graso produce la generación de sales de metales alcalinos correspondientes de ácidos grasos. Los productos de *N*-acilo que se obtienen son prácticamente incoloros e inodoros. Los productos obtenidos están libres de cualquier contaminación debida al catalizador residual, ya que el catalizador usado es el mismo tensioactivo que está siendo fabricado.

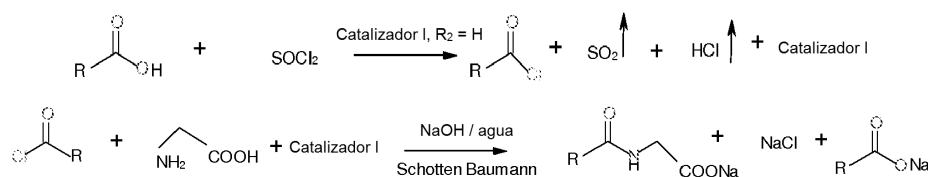
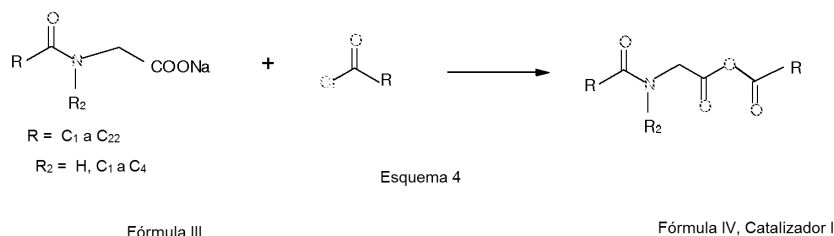
La presente solicitud enseña el uso de catalizadores de *N*-acilaminoácido para la fabricación de cloruro de ácido graso que daría el mismo tensioactivo después de realizar la segunda etapa de la reacción de Schotten-Baumann. La etapa de cloruro de ácido graso emplea 0,05 a 2 % en moles de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos como catalizadores. Por ejemplo, en el Ejemplo N.º 4 de la sección experimental, la síntesis de cocoilglicinato de sodio se lleva a cabo usando cloruro de cocoilo que se preparó a partir de la reacción de ácido graso de coco y cloruro de tionilo catalizada por el propio cocoilglicinato de sodio. Similarmente, el Ejemplo N.º 6 describe la síntesis de lauroilglicinato de sodio a partir de cloruro de lauroilo y glicina en presencia de base. El cloruro de lauroilo para esta conversión se sintetizó a partir de ácido láurico y cloruro de tionilo bajo la influencia catalítica de lauroilglicinato de sodio.

Los tensioactivos de *N*-acilaminoácidos de hecho catalizan las reacciones de halogenación de ácidos grasos y generalmente funcionan muy eficientemente al nivel de concentración del 0,02 al 2,00 % en moles. Es bastante posible que el tensioactivo de *N*-acilaminoácido en su forma de sal, por ejemplo, lauroilglicinato de sodio (Fórmula III, R= C11 y R₂= H) reaccione con el agente de halogenación dando el complejo de Vilsmeier que cataliza la formación de cloruro de ácido graso y una vez se forma el cloruro de ácido graso (cloruro de lauroilo), entonces puede reaccionar con la sal de sodio de lauroilglicinato para formar el anhídrido, anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula IV, R = C11, R₂ = H como se muestra en el esquema 4. Así, el catalizador I, fórmula IV, R = C11, R₂ = H) se produce *in situ*, que puede complejarse con el agente de halogenación y formar la especie catalítica activa tipo Vilsmeier reactiva que tiene una solubilidad espectacular en reactantes grasos debido a la presencia de dos cadenas de alquilo largas en ambos lados del resto de anhídrido. Este alto grado de liposolubilidad ayuda a lograr las perfectas condiciones para la catálisis homogénea. Esta hipótesis se probó rápidamente sintetizando el anhídrido, catalizador I (Fórmula IV, R = C11, R₂ = H) y usándolo como catalizador en la halogenación del ácido láurico.

Se agitaron cantidades estequiométricas de lauroilglicinato de sodio (Fórmula III, $R = C_{11}$, $R_2 = H$) y cloruro de lauroilo en diclorometano a temperatura ambiente durante 12 h. La filtración de la sal dio el anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico deseado como un sólido ceroso (esquema 4, Fórmula IV, $R = C_{11}$, $R_2 = H$). El espectro de infrarrojos del anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico mostró la frecuencia de estiramiento característica para el enlace de anhídrido a 1750 y 1817 cm^{-1} . El estiramiento de NH y el estiramiento de carbonilo aparecieron a 3294 cm^{-1} y a 1643 cm^{-1} , respectivamente.

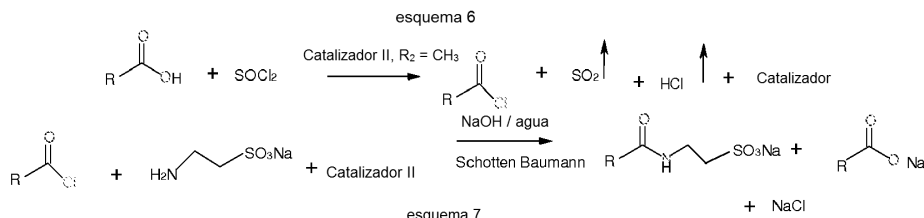
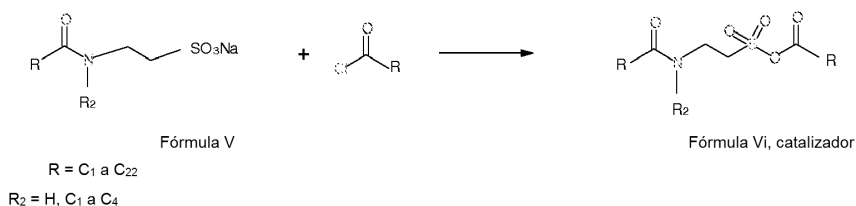
El espectro de resonancia magnética de protones de la misma molécula en cloroformo deuterado mostró la señal para protones de metileno del resto de glicina a δ 2.46.

Este anhídrido, catalizador I (Fórmula IV, $R = C_{11}$, $R_2 = H$) así obtenido, se empleó entonces como catalizador para la síntesis de cloruro de lauroilo al nivel del 0,13 % en moles (esquema N.º 5, Ejemplo 1). El cloruro de lauroilo obtenido fue prácticamente incoloro con muy buena conversión (Tabla 1 en el Experimento 1). Este cloruro de lauroilo se usó entonces sin ninguna purificación y se hizo reaccionar con cantidad estequiométrica de glicina en agua a 10 a 15 °C en presencia de cantidad equivalente de base (Experimento 1). El catalizador residual I (Fórmula IV, $R = C_{11}$, $R_2 = H$) presente en el cloruro de lauroilo puede experimentar ataque nucleófilo por glicina en la siguiente etapa de la reacción de Schotten-Baumann proporcionando dos moléculas de lauroilglicinatos de sodio. El agua del nucleófilo que compite (pH alcalino) puede hidrolizar el anhídrido dando lauroilglicinato de sodio y laurato de sodio. El producto final que es disolución acuosa de lauroilglicinato de sodio con 30 % de contenido de sólidos tendrá 0,0002 % en moles de laurato de sodio generado mediante hidrólisis del catalizador de anhídrido is. En presencia de un mejor nucleófilo en forma de glicina, parece altamente poco probable que el catalizador residual (Fórmula IV, $R = C_{11}$, $R_2 = H$) en cloruro de lauroilo experimente hidrólisis alcalina exclusivamente.



Se encontró que la tasa de catálisis de la formación de cloruro de lauroilo a partir de ácido láurico y cloruro de tionilo tanto por lauroilglicinato de sodio (Fórmula III, $R = C_{11}$, $R_2 = H$) como anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula IV, $R = C_{11}$, $R_2 = H$) era la misma cualitativamente al mismo % en moles.

Por tanto, el lauroilglicinato de sodio, el tensioactivo de *N*-acilaminoácido, preparado a partir del cloruro de lauroílo anterior obtenido usando tanto lauroilglicinato de sodio (Fórmula III, $R = C_{11}$, $R_2 = H$) como catalizador o anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula III, $R = C_{12}$, $R_2 = H$) como catalizador, ofreció el tensioactivo de la misma calidad.



La catálisis de la cloración de ácido graso se confirmó con otros tensioactivos de *N*-acilaminoácidos como lauroil-*N*-metiltaurato de sodio (Experimento N.º 7) (Fórmula IV, R= C12, R₂= CH₃ esquema 6) y usando anhídrido taurínico-láurico (Experimento N.º 2, Fórmula VI, R= C11, R₂= CH₃ esquema 7). El cloruro de lauroilo con catalizador residual (anhídrido mixto de fórmula V) así obtenido se convirtió en lauroil-*N*-metiltaurato de sodio haciéndolo reaccionar con *N*-metiltaurato de sodio en condiciones acuosas de Schotten-Baumann.

Según la presente invención, cualquier tensioactivo de *N*-acilaminoácido puede catalizar esencialmente la cloración de cualquier ácido graso o mezcla de ácidos grasos para dar cloruros de ácido graso correspondientes al nivel de concentración del 0,02 al 2,0 % en moles. El Ejemplo 8 muestra una síntesis fácil de cocoilglicinato de sodio en la que la síntesis de cloruro de cocoilo se lleva a cabo catalizando la reacción entre ácido graso de coco y cloruro de tionilo por *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio.

Es evidente para aquellos con conocimiento común de la materia que los cloruros de ácido graso así producidos no solo son adecuados para un proceso discontinuo de reacción de Schotten-Baumann, sino también para un proceso continuo para la fabricación de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos haciendo reaccionar cloruros de ácido graso, sales de aminoácido y las bases.

Según la invención, el proceso descrito es muy rentable, ya que evita etapas de purificación que producen una reducción significativa en el consumo de energía. El proceso de la presente invención también evita las laboriosas etapas de purificaciones y pérdida de producto que implican las etapas de purificación.

Según otra realización de la invención, el proceso evita todos los catalizadores tóxicos usados en el estado de la técnica. El proceso de dos etapas es absolutamente 'verde', ya que no genera ningún efluente (ninguna eliminación de residuos), consume menos energía, implica menos operaciones de las unidades, proporciona rendimientos cuantitativos, y sobre todo usa un catalizador biodegradable respetuoso con el medioambiente. En resumen, la presente solicitud de patente desvela una síntesis de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos auto-catalizada.

Las características, beneficios y ventajas anteriormente descritos de la presente divulgación se apreciarán y entenderán por aquellos expertos en la materia a partir de la siguiente descripción detallada y las reivindicaciones.

Ventajas de la invención.

1) Uso de los mismos tensioactivos de *N*-acilaminoácidos para catalizar la etapa clave (el precursor) en la fabricación de tensioactivos de *N*-acilaminoácidos.

2) El catalizador para el producto intermedio cloruro de ácido es el mismo tensioactivo que está siendo fabricado y de ahí que el producto intermedio cloruro de ácido graso no tenga que purificarse mediante etapas adicionales (destilación/cristalización) que frecuentemente conducen a la pérdida sustancial de rendimiento y elevado tiempo de ciclos para lotes y elevado consumo de energía.

3) A diferencia de los procesos del estado de la técnica, el actual proceso de la presente invención usa catalizador completamente degradable para la fabricación del producto intermedio cloruros de ácido

4) Los catalizadores de tensioactivo de *N*-acilo funcionan igualmente de bien con ambos agentes de halogenación industriales. Estos catalizadores funcionan muy bien con fosgeno y cloruro de tionilo, mientras que crean cloruro de ácido graso. Con cloruro de tionilo, el subproducto es SO₂ que puede convertirse en cloruro de sulfuro y posteriormente en cloruro de tionilo por una química de 'bucle cerrado' bien establecida (documento US 5.489.400).

5) Como las etapas de destilación / cristalización / separación de fases se obvian durante la fabricación del cloruro de ácido graso, no hay generación de efluente y, por lo tanto, además de la ventaja de menor consumo de energía, se lleva a cabo un ahorro significativo en la eliminación de residuos. Así, el proceso

de preparación de tensioactivos de *N*-acilo de la presente solicitud de patente es completamente '**verde**' y no se deja salir nada al entorno.

6) A diferencia de los procesos del estado de la técnica, el proceso de la presente solicitud de patente no usa ningún catalizador tóxico y de ahí que no surja la cuestión del aislamiento de productos del catalizador tóxico.

7) El proceso de la presente solicitud de patente usa catalizadores biodegradables y no tóxicos. Implica menos operaciones de las unidades de ingeniería química y ofrece alto rendimiento con conversiones y rendimiento cuantitativos. Esto hace que el proceso sea rentable, además de respetuoso con el medioambiente y sostenible.

EJEMPLOS

La presente invención se describe ahora trabajando en ejemplos ilustrativos limitantes. Los siguientes ejemplos se dan en la ilustración en más detalle, pero la invención no se limita a los ejemplos.

Los ácidos grasos se obtuvieron de Natural Oleo-chemicals, Malasia, mientras que el cloruro de tionilo de Transpek Industries, Vadodara, India. El trimero de fosgeno, la glicina y el *N*-metiltaurato de sodio se obtuvieron de Aldrich.

El valor de color se usa como una indicación de la pureza del producto de cloruro de ácido. El valor de color de los productos intermedios y tensioactivos de *N*-acilaminoácidos se determinó en la escala APHA por Lovibond PFX995/950. Los cloruros de ácido graso se analizaron según el método analítico descrito en "Quantitative Organic Analysis Via Functional Groups", Editores: Sidney Siggia and J. Gordon Hanna, 4th Edition (Pg. 223 - 230), John Wiley & Sons (1979).

Ejemplo 1

Preparación de lauroilglicinato de sodio:

Comprende tres etapas a) Preparación del catalizador I: anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula IV, RCO = lauroílo, R = C11), b) Preparación de cloruro de lauroílo usando el catalizador I y c) Preparación de lauroilglicinato de sodio: reacción de Schotten-Baumann de cloruro de lauroílo con glicina en presencia de una base.

Preparación del catalizador I: anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula IV, RCO = lauroílo, R = C11):

A una masa con agitación de cloruro de lauroílo (6,0 g, 0,027 gmol) en diclorometano (25 ml) bajo atmósfera de nitrógeno a 25 °C se añadió lentamente lauroilglicinato de sodio recién secado en la estufa (7,50 g, 0,027 gmol) y la masa de reacción se agitó durante 12 h. La masa de reacción se filtró y el disolvente se eliminó a vacío usando un evaporador rotatorio dando un residuo sólido blanco (9,4 g). Tiene un intervalo de fusión de 125 a 130 °C.

IR: 1643 cm⁻¹ de CO de amida, 3294 cm⁻¹ de NH de amida, 1750 y 1817 cm⁻¹ de CO de anhídrido, 2849, 2917, 2954 cm⁻¹ de estiramiento de CH de la cadena de alquilo

RMN: (CDCl₃): δ 0,86 a 0,89 (6H de dos grupos metilo de cadenas de laurilo), 1,25 a 1,29 (34 H, metilenos de las cadenas de alquilo), 1,63 a 1,67 (4 H), 2,46 (2H). El intervalo de fusión es 75 - 78 °C.

Preparación de cloruro de lauroílo usando el catalizador I, anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula IV, RCO = lauroílo, R = C11)

A una masa con agitación de ácido láurico (200 g, 0,999 gmol) y anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula IV, RCO = lauroílo, R = C11) de la etapa I (0,6 g, 0,0013 gmol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,03 gmol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron intermitentemente en un lavador químico de gases que contenía sosa cáustica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de reacción. El progreso de la reacción se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcanóilo y el ácido graso libre residual (Sidney Siggia and J. Gordon Hanna, "Quantitative Organic Analysis Via Functional Groups", 4th Edition (Pg. 223 - 230), John Wiley & Sons (1979)). Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de lauroílo (214 g, 98,0 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 1**.

Tabla 1

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	105
% de pureza	97,40
% de ácido graso libre	2,27

Preparación de lauroilglicinato de sodio:

A una disolución con agitación de glicina (35 g, 0,47 g/mol) en agua (300 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de lauroilo (100 g, 0,45 g/mol) e hidróxido sódico (36,5 g en 60 ml de agua ~ 40 % de disolución, 0,91 g/mol) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 2 h. La reacción continuó durante 3 h adicionales a 25 a 30 °C y manteniendo el mismo intervalo de pH y finalmente el peso total se ajustó a 510 g añadiendo agua para conseguir la disolución acuosa de lauroilglicinato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 2**

Tabla 2

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	75
% de sólidos	30,1
% de laurato de sodio	1,5
Viscosidad	1650 Cps
% de cloruro sódico	5,03

Ejemplo 2

Preparación de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio:

Comprende tres etapas a) Preparación del catalizador II: anhídrido mixto de *N*-lauroil-*N*-metiltaurínico-láurico (Fórmula VI, RCO = lauroilo, R = C12), b) Preparación de cloruro de lauroilo usando el catalizador II y c) Preparación de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio: reacción de Schotten-Baumann de cloruro de lauroilo con *N*-metiltaurato de sodio en presencia de una base.

Preparación del catalizador II: anhídrido mixto de *N*-lauroil-*N*-metiltaurínico-láurico (Fórmula VI, RCO = lauroilo, R = C11):

A una masa con agitación de cloruro de lauroilo (6,0 g, 0,027 g/mol) en diclorometano (25 ml) bajo atmósfera de nitrógeno a 25 °C se añadió lentamente *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio recién secado en la estufa (9,28 g, 0,027 g/mol) y la masa de reacción se agitó durante 12 h. La masa de reacción se filtró y el disolvente se eliminó a vacío usando un evaporador rotatorio dando un residuo sólido blanco (14 g).

IR: 1636 cm⁻¹ de CO de amida, 1723 y 1801 cm⁻¹ de CO de anhídrido, 2850, 2920, 2956 cm⁻¹ de estiramiento de CH de la cadena de alquilo, 1173 y 1207 cm⁻¹ de SO₂-O-

Preparación de cloruro de lauroilo usando el catalizador II: anhídrido mixto de *N*-lauroil-*N*-metiltaurínico-láurico (Fórmula VI, RCO = lauroilo, R = C12):

A una masa con agitación de ácido láurico (200 g, 0,999 g/mol) y anhídrido mixto de *N*-lauroil-*N*-metiltaurínico-láurico (Fórmula V, RCO = lauroilo, C12) de la etapa I (0,6 g, 0,0012 g/mol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,03 g/mol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron continuamente en un lavador químico de gases que contenía sosa caústica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de reacción. El progreso de la reacción en la última

fase se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcanóilo. Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de lauroilo (212 g, 97 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 3**.

5

Tabla 3

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	85
% de pureza	98,00
% de ácido graso libre	1,57

Preparación de *N*-lauroil-*N*-metil taurato de sodio:

10

A una disolución con agitación de *N*-metiltaurato de sodio (74 g, 0,46 mmoles) en agua (450 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de lauroilo (100 g, 0,45 g/mol) e hidróxido sódico (18 g en 30 ml agua, ~40 % de disolución, 0,45 g/mol) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 4 h. La reacción continuó durante 3 h adicionales a 25 a 30 °C y manteniendo el mismo pH. Finalmente, el peso total se ajustó a 640 g dando disolución acuosa de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 4**

Tabla 4

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	125
% de sólidos	30,11
% de cocoato de sodio	1,5
Viscosidad	150 Cps
% de cloruro sódico	4,1

15

Ejemplo 3

Preparación de cocoilglicinato de sodio:

20

Comprende tres etapas a) Preparación del catalizador I: anhídrido de *N*-cocoilglicénico-cocoico (Fórmula IV, RCO = cocoilo, R = C6 a C18) b) Preparación de cloruro de cocoilo usando el catalizador I y c) Preparación de cocoilglicinato de sodio: reacción de Schotten-Baumann de cloruro de cocoilo con glicina en presencia de una base.

El ácido graso de coco que se usó para preparar el catalizador I (anhídrido *N*-cocoilglicénico-cocoico (Fórmula IV, RCO = cocoilo, R = C6 a C18), además de para preparar el cloruro de cocoilo, tuvo la siguiente composición:

25

C₈ (Ácido caprílico) - 5,38 %

C₁₀ (Ácido cáprico) - 5,78 %

C₁₂ (Ácido láurico) - 61,37 %

C₁₄ (Ácido mirístico) - 20,77 %

C₁₆ (Ácido palmítico) - 4,7 % y

C₁₈ (Ácido esteárico) - 2,0%

Preparación del catalizador I: anhídrido *N*-cocoilglicénico-cocoico (Fórmula IV, RCO = cocoílo, C8 a C18):

A una masa con agitación de cloruro de cocoílo (10 g, 0,045 g/mol) en diclorometano (50 ml) bajo atmósfera de nitrógeno a 25 °C se añadió lentamente cocoilglicinato de sodio recién secado en la estufa (12,5 g, 0,045 g/mol) y la masa de reacción se agitó durante 12 h. La masa de reacción se filtró y el disolvente se eliminó a vacío usando un evaporador rotatorio dando el anhídrido como un residuo sólido blanco (20 g).

IR: 1645 cm⁻¹ de CO de amida, 3206 cm⁻¹ de NH de amida, 1750 y 1816 cm⁻¹ de CO de anhídrido, 2849, 2917, 2954 cm⁻¹ de estiramiento de CH de la cadena de alquilo

Preparación de cloruro de cocoílo usando el catalizador I, anhídrido *N*-cocoilglicénico-cocoico (Fórmula IV, RCO = cocoílo, R = C6 a C18)

A una masa con agitación de ácido graso de coco (200 g, 0,99 g/mol) y anhídrido *N*-cocoilglicénico-cocoico (Fórmula IV, RCO = cocoílo, R = C6 a C18) de la etapa I (0,6 g, 0,0013 g/mol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,03 g/mol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron continuamente en un lavador químico de gases que contenía sosa caústica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de reacción. El progreso de la reacción se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcanoílo. Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de cocoílo (212 g, 97 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 5**.

Tabla 5

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	85
% de pureza	98,6
% de ácido graso libre	1,35

Preparación de cocoilglicinato de sodio:

A una disolución con agitación de glicina (35,0 g, 0,47 g/mol) en agua (300 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de cocoílo (100 g, 0,45 g/mol) e hidróxido sódico (36,5 g en 60 ml, ~40 % de disolución, 0,91 g/mol) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 4 h. La reacción continuó durante 3 h adicionales y manteniendo el mismo intervalo de pH y el peso final se ajustó a 510 g dando disolución acuosa de cocoilglicinato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 6**

Tabla 6

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	125
% de sólidos	29,98
% de cocoato de sodio	1,67
Viscosidad	1200 Cps
% de cloruro sódico	4,93

Ejemplo 4

Preparación de cocoilglicinato de sodio: Procedimiento de dos etapas: Generación de catalizador *in situ*:

Preparación de cocoilglicinato de sodio por un procedimiento de dos etapas que comprende a) Preparación de cloruro de cocoílo a partir de ácido graso de coco y cloruro de tionilo en presencia de cantidad catalítica de un

cocoilglicinato de sodio y b) Preparación de cocoilglicinato de sodio a partir del cloruro de cocoílo de la etapa (a) y glicina en medio acuoso

Preparación de cloruro de cocoílo a partir de ácido graso de coco y cloruro de tionilo en presencia de cantidad catalítica de un cocoilglicinato de sodio

- 5 El ácido graso de coco que se usó para preparar el catalizador I (anhídrido *N*-cocoilglicénico-cocoico (Fórmula IV, RCO = cocoílo, C6 a C18), además de para preparar el cloruro de cocoílo, tuvo la siguiente composición:

C₈ (Ácido caprílico) - 5,38 %

C₁₀ (Ácido cáprico) - 5,78 %

C₁₂ (Ácido láurico) - 61,37 %

10 C₁₄ (Ácido mirístico) - 20,77 %

C₁₆ (Ácido palmítico) - 4,7 % y

C₁₈ (Ácido esteárico) - 2,0%

Preparación de cloruro de cocoílo por generación *in situ* del catalizador I, anhídrido *N*-cocoilglicénico-cocoico (Fórmula IV, RCO = cocoílo, R = C6 a C18)

- 15 A una masa con agitación de ácido graso de coco (200 g, 0,99 g/mol) y cocoilglicinato de sodio (0,6 g, 0,002 g/mol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,03 g/mol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron continuamente en un lavador químico de gases que contenía sosa cáustica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de reacción. El
- 20 progreso de la reacción se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcanóilo. Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de cocoílo (218 g, 98,8 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 7**.

Tabla 7

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	92
% de pureza	98,45
% de ácido graso libre	1,2

25

Preparación de cocoilglicinato de sodio a partir de cloruro de cocoílo de la etapa (a) y glicina en medio acuoso

Preparación de cocoilglicinato de sodio:

- 30 A una disolución con agitación de glicina (35 g, 0,47 g/mol) en agua (300 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de cocoílo (100 g, 0,45 g/mol) e hidróxido sódico (36,5 g en 60 ml agua, ~40 % de disolución, 0,91 g/mol) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 4 h. La reacción continuó durante 3 h adicionales y manteniendo el mismo intervalo de pH. Finalmente el peso se ajustó dando (510 g) disolución acuosa de cocoilglicinato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 8**

Tabla 8

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	112
% de sólidos	30
% de cocoato de sodio	1,78

Parámetros	Análisis
Viscosidad	1250 Cps
% de cloruro sódico	5,2

Ejemplo 5

Preparación de lauroilsarcosinato de sodio:

- 5 Comprende dos etapas a) Preparación de cloruro de lauroílo usando lauroilsarcosinato de sodio y b) Preparación de lauroilsarcosinato de sodio: reacción de Schotten-Baumann de cloruro de lauroílo con sarcosinato de sodio en presencia de una base.

Preparación de cloruro de lauroílo usando lauroilsarcosinato de sodio como catalizador:

- 10 A una masa con agitación de ácido láurico (200 g, 1,0 g/mol) y *N*-lauroilsarcosinato de sodio (0,6 g, 0,002 g/mol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,03 g/mol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron en un lavador químico de gases que contenía sosa caústica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de reacción. El progreso de la reacción se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcanoílo después de completarse la adición.

- 15 Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de lauroílo (213 g, 97,5 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 9**.

Tabla 9

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	150
% de pureza	97,40
% de ácido graso libre	2,27

- 20 Preparación de lauroilsarcosinato de sodio:

- 25 A una disolución con agitación de sarcosinato de sodio (52 g, 0,47 mmoles) en agua (330 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de lauroílo (100 g, 0,45 mmoles) e hidróxido sódico (18,0 g en 60 ml agua, ~40 % de disolución, 0,455 mmoles) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 2 h. La reacción continuó durante 3 h adicionales a 25 a 30 °C y manteniendo el mismo intervalo de pH y el peso final se ajustó dando (540 g) disolución acuosa de lauroilsarcosinato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 10**

Tabla 10

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	125
% de sólidos	30,3
% de laurato de sodio	1,76
Viscosidad	700 Cps
% de cloruro sódico	4,72

Ejemplo 6**Preparación de lauroilglicinato de sodio: Procedimiento de dos etapas: Generación de catalizador *in situ*:**

Preparación de lauroilglicinato de sodio por un procedimiento de dos etapas que comprende a) Preparación de cloruro de lauroílo a partir de ácido láurico y cloruro de tionilo en presencia de cantidad catalítica de un lauroilglicinato de sodio y b) Preparación de lauroilglicinato de sodio a partir del cloruro de lauroílo de la etapa (a) y glicina en medio acuoso.

Preparación de cloruro de lauroílo por generación *in situ* del catalizador I, anhídrido *N*-lauroilglicénico-láurico (Fórmula IV, RCO = lauroílo, R = C 11)

A una masa con agitación de ácido láurico (200 g, 1,0 g/mol) y lauroilglicinato de sodio (0,6 g, 0,002 g/mol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,03 g/mol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron continuamente en un lavador químico de gases que contenía sosa caústica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de reacción. El progreso de la reacción se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcoílo. Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de lauroílo (218 g, 99,8 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 11**.

Tabla 11

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	85
% de pureza	98,5
% de ácido graso libre	1,56

Preparación de lauroilglicinato de sodio a partir de cloruro de lauroílo de la etapa (a) y glicina en medio acuoso

Preparación de lauroilglicinato de sodio:

A una disolución con agitación de glicina (35 g, 0,47 g/mol) en agua (300 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de lauroílo (100 g, 0,457 g/mol) e hidróxido sódico (36,5 g en 60 ml agua, ~40 % de disolución, 0,91 g/mol) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 4 h. Se dejó que la temperatura llegara a temperatura ambiente y continuó durante 3 h adicionales a 25-30 °C y manteniendo el mismo intervalo de pH y finalmente el peso se ajustó dando (520 g) disolución acuosa de lauroilglicinato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 12**

Tabla 12

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	125
% de sólidos	30
% de laurato de sodio	1,5
Viscosidad	1600 Cps
% de cloruro sódico	4,9

Ejemplo 7**Preparación de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio: Procedimiento de dos etapas: Generación de catalizador *in situ*:**

- 5 Preparación de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio por un procedimiento de dos etapas que comprende a) Preparación de cloruro de lauroilo a partir de ácido láurico y cloruro de tionilo en presencia de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio y b) reacción de Schotten-Baumann del cloruro de lauroilo de la etapa (a) con *N*-metiltaurato de sodio en presencia de una base.

Preparación de cloruro de lauroilo por la generación *in situ* del catalizador II, anhídrido mixto de *N*-lauroil-*N*-metiltaurínico-láurico (Fórmula VI, RCO = lauroilo, R = C11):

- 10 A una masa con agitación de ácido láurico (200 g, 0,999 gmol) y *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio (0,6 g, 0,0017 gmol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,03 gmol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron continuamente en un lavador químico de gases que contenía sosa cáustica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de
- 15 reacción. El progreso de la reacción en la última fase se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcanilo. Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de lauroilo (212 g, 97 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 13**.

Tabla 13

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	85
% de pureza	98,00
% de ácido graso libre	1,57

20

Preparación de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio:

- A una disolución con agitación de *N*-metiltaurato de sodio (74 g, 0,46 gmol) en agua (400 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de lauroilo (100 g, 0,45 gmol) e hidróxido sódico (18 g en 30 ml agua, ~40 % de disolución, 0,45 gmol) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 4 h. Se dejó
- 25 que la reacción llegara a temperatura ambiente, continuó durante 3 h adicionales a 25 a 30 °C y manteniendo el pH y finalmente el peso se ajustó dando 602 g de disolución acuosa de *N*-lauroil-*N*-metiltaurato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 14**

Tabla 14

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	125
% de sólidos	30
% de laurato de sodio	1,5
Viscosidad	100 Cps
% de cloruro sódico	4,2

Ejemplo 8**Preparación de cocoilglicinato de sodio: Procedimiento de dos etapas: Generación de catalizador *in situ*:**

Preparación de cocoilglicinato de sodio por un procedimiento de dos etapas que comprende a) Preparación de cloruro de cocoilo a partir de ácido graso de coco y cloruro de tionilo en presencia de cantidad catalítica de un N-

cocoil-*N*-metilaurato de sodio y b) Preparación de cocoilglicinato de sodio a partir del cloruro de cocoílo de la etapa (a) y glicina en medio acuoso

Preparación de cloruro de cocoílo a partir de ácido graso de coco y cloruro de tionilo en presencia de cantidad catalítica de *N*-cocoil-*N*-metilaurato de sodio

5 El ácido graso de coco que se usó para preparar el cloruro de cocoílo tuvo la siguiente composición:

C₈ (Ácido caprílico) - 5,38 %

C₁₀ (Ácido cáprico) - 5,78 %

C₁₂ (Ácido láurico) - 61,37 %

C₁₄ (Ácido mirístico) - 20,77 %

10 C₁₆ (Ácido palmítico) - 4,7 % y

C₁₈ (Ácido esteárico) - 2,0%

Preparación de cloruro de cocoílo por generación *in situ* del catalizador II, anhídrido *N*-cocoilaurínico-cocoico (Fórmula VI, RCO = cocoílo, R = C6 a C18, R₂ = metilo)

15 A una masa con agitación de ácido graso de coco (200 g, 1,0 g/mol) y *N*-cocoil-*N*-metilaurato de sodio (0,6 g, 0,0017 g/mol) a 25 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadió lentamente cloruro de tionilo (123 g, 1,029 g/mol) a 25 °C y presión atmosférica durante un periodo de 2 horas manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. El ácido clorhídrico y el dióxido de azufre generados durante el proceso se lavaron continuamente en un lavador químico de gases que contenía sosa caústica. La mezcla de reacción se agitó durante 4 horas adicionales a la temperatura de reacción. El progreso de la reacción se monitorizó midiendo la formación de cloruro de alcanolilo. Se purgó gas nitrógeno a través de la masa de reacción durante 3 horas para eliminar las trazas residuales de dióxido de azufre, cloruro de hidrógeno gaseoso y cloruro de tionilo sin reaccionar. Al final de este procedimiento se obtuvo cloruro de cocoílo (218 g, 100 %) como producto prácticamente incoloro. El análisis detallado se da en la **Tabla 15**.

Tabla 15

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	78
% de pureza	98,56
% de ácido graso libre	1,00

25 Preparación de cocoilglicinato de sodio a partir de cloruro de cocoílo de la etapa (a) y glicina en medio acuoso

Preparación de cocoilglicinato de sodio:

30 A una disolución con agitación de glicina (35 g, 0,47 g/mol) en agua (300 ml) a 10 - 15 °C bajo atmósfera de nitrógeno se añadieron simultáneamente cloruro de cocoílo (100 g, 0,45 g/mol) e hidróxido sódico (36,5 g en 60 ml agua, ~40 % de disolución, 0,91 g/mol) mientras que se mantenía el pH a 10,3 a 10,6 durante 4 h. La reacción continuó durante 3 h adicionales y manteniendo el mismo intervalo de pH. Finalmente el peso se ajustó dando (520 g) disolución acuosa de cocoilglicinato de sodio con el siguiente análisis como se da en la **Tabla 16**

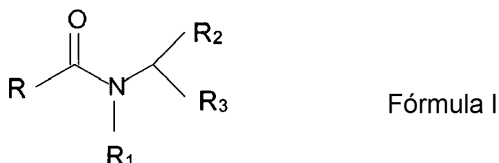
Tabla 16

Parámetros	Análisis
Aspecto	Líquido claro
Color (escala APHA)	112
% de sólidos	30,1
% de cocoato de sodio	1,58

Parámetros	Análisis
Viscosidad	1330 Cps
% de cloruro sódico	5,12

REIVINDICACIONES

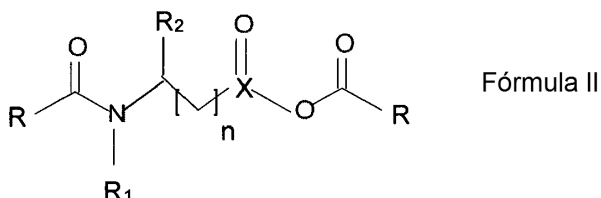
1. Un proceso de producción de tensioactivos basados en *N*-acilaminoácidos de fórmula I



5 en la que R está seleccionado de grupo alquilo C6 a C22, R₁ está seleccionado de H, alquilo C1 a C4, R₂ está seleccionado de todos los grupos en el carbono α de aminoácidos naturales, R₃ seleccionados de COOX, CH₂-SO₃X, X está seleccionado de Li⁺, Na⁺ o K⁺;

comprendiendo dicho procesos las etapas de

10 A) preparar cloruros de ácido graso halogenando ácidos grasos con cloruro de tionilo en presencia de cantidad catalítica de los mismos u otro tensioactivo de *N*-acilaminoácido de fórmula I o anhídridos del mismo tensioactivo, Fórmula II,



en la que R = grupo alquilo C6 a C22, R₁ = H, alquilo C1 a C4, R₂ = todos los grupos en el carbono α de aminoácidos naturales, n = 0 a 4, X = C, SO y

15 B) hacer reaccionar el cloruro de ácido graso de la etapa (A) con un aminoácido en presencia de base en condiciones de Schotten-Baumann acuosas típicas.

2. El proceso según la reivindicación 1, en el que la cantidad catalítica de compuestos de Fórmula I y Fórmula II es 0,05 al 0,5 % en peso basado en ácido graso.

3. El proceso según la reivindicación 1, en el que los aminoácidos usados en la síntesis de compuestos de Fórmula I están seleccionados de α-aminoácidos que existen de forma natural.

20 4. El proceso según las reivindicaciones 1 y 3, en el que los α-aminoácidos que existen de forma natural están seleccionados de glicina, alanina, valina, leucina, isoleucina, metionina, prolina, cisteína, fenilalanina, tirosina, triptófano, arginina, lisina, histidina, ácido aspártico, ácido glutámico, serina, treonina, asparagina y glutamina.

5. El proceso según la reivindicación 1, en el que los aminoácidos usados en la síntesis de compuestos de Fórmula I están seleccionados de aminoácidos no naturales y mezclas de estereoisómeros.

25 6. El proceso según las reivindicaciones 1 y 5, en el que los aminoácidos no naturales están seleccionados de ácido aminopropiónico, *N*-metiltaurina y sarcosina.

7. El proceso según la reivindicación 1, en el que las halogenaciones de ácidos grasos con cloruro de tionilo se llevan a cabo a 20 a 45 °C.